Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых, в клубнях картофеля методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3203—14

Издание официальное

Москва • 2015

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых, в клубнях картофеля методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3203—14

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых, в клубнях картофеля методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—27 с.

ISBN 978—5—7508—1393—3

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научным консультационным центром «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (В. А. Калинин, А. В. Довгилевич, О. И. Рыбакова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26 июня 2014 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 30 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1393—3

© Роспотребнадзор, 2015
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
30 июля 2014 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых, в клубнях картофеля методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3203—14

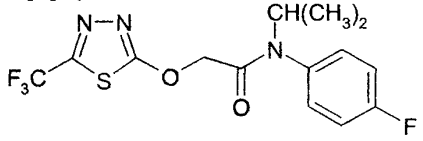
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.00282-2008/0190.19.12.13 от 19.12.2013.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовых концентраций флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы (оксалат, сернистая кислота и тригликолат сульфоксид) с пересчетом на флуфенацет в воде в диапазоне 0,0005—0,005 мг/дм^3 и в почве в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг, а также уровня их остаточных количеств в зерне пшеницы, клубнях картофеля в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг и в соломе пшеницы в диапазоне 0,1—1,0 мг/кг. Методические указания носят рекомендательный характер.

Флуфенацет (I)

N-(4-фторфенил)-N-(метилэтил)-2-[[5-(трифторметил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]окси]ацетамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{13}F_4N_3O_2S$.

Молекулярная масса: 363,3.

Агрегатное состояние: бесцветный кристаллический порошок со слабым неспецифическим запахом.

Температура плавления: частичное плавление происходит при температуре 76 °С, вновь образовавшиеся из расплавленной массы кристаллы плавятся при температуре 79 °С.

Давление паров (при 20 °С): 9×10^{-7} гПа.

Коэффициент распределения октанол/вода: K_{ow} log P = 3,2 при 24 °С.

Растворимость в воде (мг/дм^3, при 25 °С): при pH 4 и 7 – 56, при pH 9 – 54.

Растворимость (г/дм^3, при 20 °С): гексан – 8,7; изопропанол – 170; октанол – 88; полиэтиленгликоль – 74; дихлорометан, ацетонитрил, ацетон > 200.

Стабилен к гидролизу в водных растворах в диапазоне pH от 5 до 9, стабилен к фотолизу при pH 5.

Краткая токсикологическая характеристика. Флуфенацет относится к умеренно опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс – от 589 до 1 617 мг/кг) и ингаляционной дермальной ($ЛК_{50}$ для крыс (4 часа) более 3 740 мг/м^3) токсичностям, но к мало опасным веществам по дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ крыс более 2 000 мг/кг).

Область применения. Флуфенацет – гербицид из группы тиадиазолов, ингибитор процесса деления клеток и роста растений. Применяется для борьбы с широким кругом злаковых и некоторых широколиственных сорняков в предвсходовый и ранний послевсходовый период на кукурузе, зерновых, хлопчатнике, картофеле, рисе, сое, подсолнечнике, томатах и других культурах с нормой расхода 50—900 г/га.

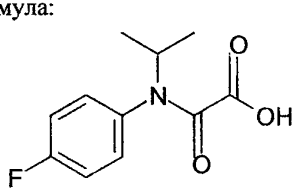
Проходит регистрационные испытания в России в качестве гербицида в составе смесевых препаратов в посевах зерновых культур с нормой расхода 120 г/га по д.в.

Метаболиты флуфенацета

Оксалат (II)

N-(4-фторфенил)-N-(метилэтил)-аминощавелевая кислота.

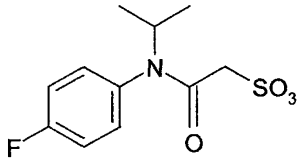
Структурная формула:



Сернистая кислота (III)

N-(4-фторфенил)-N-(метилэтил)-ацетамид-2-сернистая кислота.

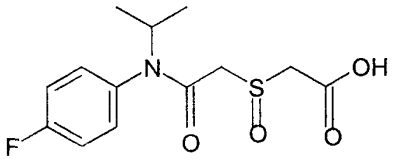
Структурная формула:



Тригликолат сульфоксид (IV)

N-(4-фторфенил)-N-(метилэтил)-ацетамид-2-сульфинил уксусная кислота.

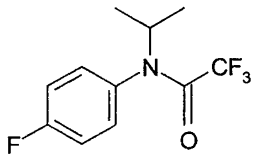
Структурная формула:



Дериват флуфенацета (V)

4-фтор-N-метилэтил бензенамин трифторацетамид.

Структурная формула:



ВМДУ в импортируемой продукции: зерно зерновых культур, клубни картофеля – 0,05 мг/кг.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 1

Метрологические параметры для флуфенацета

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm \delta$, % $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	0,0005—0,005	50	2,32	6,45	8,38
Почва	0,05—0,1 вкл.	50	1,70	4,73	6,14
	0,2—0,5 вкл.	25	1,77	4,92	6,40
Зерно пшеницы	0,05—0,1 вкл.	50	1,69	4,70	6,11
Солома пшеницы	0,2—0,5 вкл.	25	2,53	7,03	9,14
	0,1—1,0 вкл.	25	2,55	7,09	9,22
Клубни картофеля	0,05—0,1 вкл.	50	2,36	6,56	8,53
	0,2—0,5 вкл.	25	1,90	5,28	6,87

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для флуфенацета

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг (мг/дм^3)	диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,0005	0,0005—0,005	71,68	1,80	0,61
Почва	0,05	0,05—0,5	72,87	1,62	0,55
Зерно пшеницы	0,05	0,05—0,5	75,01	2,74	0,96
Солома пшеницы	0,1	0,1—1,0	73,97	2,50	0,87
Клубни картофеля	0,05	0,05—0,5	73,97	2,08	0,72

2. Метод измерения

Метод основан на определении флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием масс-селективного детектора после их окисления перманганатом калия в течение 5 минут и дальнейшего гидролиза до 4-фтор-N-метилэтил бензоламина (далее по тексту фторанилин) путем кипячения матрицы с 47 %-м раствором серной кислоты в течение 24 часов. Фторанилин отделяют от матрицы методом перегонки с водяным паром и экстрагируют из дистиллята органическим растворителем. Фторанилин дериватизируют трифторуксусным ангидридом с последующей очисткой полученного деривата флуфенацета 4-фтор-N-метилэтил бензенамин трифторацетамид (V) на концентрирующих патронах № 1.

Идентификация вещества проводится по времени удерживания пика целевого иона деривата. Для повышения уровня достоверности идентификации используют два подтверждающих иона, принадлежащих веществу. Количественное определение проводится путем определения соотношения интенсивности (площади) пиков, отвечающих характеристичным ионам идентифицируемого компонента и аналитического стандарта на регистрируемых ионных масс-хроматограммах.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность метода достигается за счет использования масс-селективного детектора по ионам, характеризующим вещество.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические класса точности специальный (I) с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г	ГОСТ Р 53228—08
Весы лабораторные общего назначения класса точности средний (III) с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные на 10 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Хроматографическая система, включающая: – хроматограф газовый с электронным регулированием всех газовых потоков и возможностью управления параметрами газа-носителя в колонке, снабженный стандартным автосамплером с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм^3 для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему и масс-селективным детектором с высокопроизводительным турбомолекулярным насосом – компьютерное программное обеспечение, обслуживающее управление работой всего прибора, настройку и управление работой вакуумной системы, обеспечивающее сбор и хранение всех данных, поступающих с системы «газовый хроматограф – масс-селективный детектор», выполнение библиотечного поиска и количественный анализ	
Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 см^3	ГОСТ 1770—74
Шприц объемом 1 см^3 для дозирования газов и агрессивных жидкостей (при давлении до 0,6 мПа) с погрешностью менее 1 % от номинального объема	

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Флуфенацет, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 97,8 %	CAS 142459-58-3
4-фтор-N-метилэтил бензенамин трифторацетамид, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,8 %	CAS 201668-34-0
4-фтор-N-метилэтил бензоламин, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 97,3 %	CAS 70441-63-3
N, N-диметилформамид, плотность 0,944 г/см^3, чистота не менее 99,0 %	CAS 68-12-2
4-(диметиламино)пиридин, чистота не менее 99,0 %	CAS 1122-58-3
Азот, осч	ГОСТ 9293—74

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Бисульфит натрия, чистота не менее 97,0 %, содержание нерастворимых примесей менее 0,005 %	CAS 7681-57-4
Вода дистиллированная и (или)бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72
Гелий, очищенный	ТУ 51-940—80
Калий марганцово-кислый, чда	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, ч	ТУ 6-09-4711—81
Кислота серная концентрированная, ч	ГОСТ 4204—77
Кислота соляная, хч	ГОСТ 3118—77
Концентрирующие патроны для твердофазной экстракции с гидрофобным сорбентом с размером частиц 63—200 мкм с привитыми гексадецильными (С16) группами (объем – 1 $см^3$, масса сорбента – 0,6 г) (патрон № 1)	ТУ 4215-002-05451931—94
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-019-44493179—98
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Пиридин, безводный, плотность 0,978 г/$см^3$, чистота не менее 99,8 %, воды менее 0,003 %	CAS 110-86-1
Спирт метиловый (метанол), хч	ГОСТ 6995—77
Трифторуксусный ангидрид, плотность 1,511 г/$см^3$, чистота не менее 99,0 %	CAS 407-25-0
Примечание. Трифторуксусный ангидрид является токсичным и очень гигроскопичным. Лучше иметь реагент в небольшой таре и использовать в течение 2 недель после вскрытия бутылки. Обращаться с особой осторожностью в вытяжном шкафу, строго соблюдая технику безопасности.	

Примечание. Допускается использование реактивов с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами	ГОСТ 25336—82
Аппарат для встряхивания проб с возвратно-поступательным направлением колебаний, с максимальной загрузкой 10 кг, с амплитудой	

колебаний 30 мм и скоростью от 10 до 300 колебаний в минуту	
Виалы (пузырьки) с тефлоновыми прокладками емкостью 40 $см^3$	
Воронки делительные на 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
Испаритель ротационный вакуумный с ручным подъемником, с диагональным конденсором и объемом испарительной колбы от 50 до 3 000 $см^3$, с изменяемой скоростью вращения штока испарителя от 5 до 240 об./мин, с водяной баней с антикоррозионным покрытием объемом 5 $дм^3$ и с диапазоном температур от 20 до 100 °С	
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 500, 1 000 $см^3$ и 4 000 $см^3$	ТС ТУ 92-891.029—91
Колбы круглодонные со шлифом двугорлые на 2 000 $см^3$	ТС ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая капиллярная из кварцевого стекла с внутренний диаметром 0,25 мм, длиной 30 м, с неподвижной фазой, содержащей 5 % фенила и 95 % метилполисилоксана и толщиной пленки 0,25 мкм	
Насос диафрагменный, химически стойкий на 100 % с мощностью электропривода 245 Вт, предельным вакуумом 100 мбар/абс., с избыточным давлением 1 бар и скоростью откачки 34 $дм^3$/мин	
Сито лабораторное с полотном из латуни или нержавеющей стали с размером ячеек 1 мм	ГОСТ 3826—82 и ГОСТ 6613—86
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—2 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1 000 $см^3$	
Установка для перегонки с водяным паром с круглодонной двугорлой колбой объемом 2 000 $см^3$ и приемной круглодонной колбой объемом 500 $см^3$	

Центрифуга лабораторная, настольная с максимальным рабочим числом оборотов 4 000 об./мин, с рабочим объемом ротора 200 $см^3$ × 4 ячейки, выбираемый временной диапазон работы от 0 до 100 мин и с набором полипропиленовых банок емкостью 200 $см^3$

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—91.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 % и нормальном атмосферном давлении;

– выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения веществ на концентрирующих патронах № 1, установление градуировочной характеристики.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетона

Ацетон, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 часов. Затем ацетон сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей, прибавляют туда марганцово-кислый калий из расчета 100 мг/дм^3. Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С, отбрасывают.

7.1.2. Очистка метанола

Метанол, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный углекислый калий из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 часов. Затем метанол фильтруют через фильтр низкой плотности в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей.

Метанол перегоняют при температуре 64,7 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 64,7 °С отбрасывают.

7.1.3. Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней марганцово-кислый калий из расчета 1 г/дм^3 и кипятят в течение 6 часов.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление рабочих растворов

7.2.1.1. Приготовление 50 %-го раствора гидроокиси натрия.

В мерную колбу на 100 см^3 переносят 50 г гидроокиси натрия, добавляют 50—60 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.2. Приготовление 0,2 %-го раствора 4-(диметиламино)пиридина в пиридине.

В мерную колбу объемом 25 см^3 помещают 0,05 г 4-(диметиламино)пиридина, прибавляют 15 см^3 пиридина, перемешивают и доводят пиридином объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.3. Приготовление 1 н раствора серной кислоты.

Мерным цилиндром отбирают 28 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 1 000 см^3, куда предварительно наливают около 500 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 250 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 17,15 мг 4-фтор-N-метилэтил бензенамин трифторацетамид (V, дериват флуфенацета), растворяют в 40—50 см^3 ацетона, доводят объем до метки ацетоном, тщательно перемешивают. Стандартный раствор № 1 хранят в холодильнике в течение 3 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 10,0 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 25 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 2 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и хранится в холодильнике в течение 3 месяцев.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 1,0 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 3 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и хранится в холодильнике в течение 14 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 0,5 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 4 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и хранится в холодильнике в течение 14 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 0,2 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 2 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике в течение 14 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 0,1 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике в течение 14 суток.

7.2.2.7. Стандартный раствор № 7 с концентрацией деривата флуфенацета (V) 0,05 мкг/см^3 (в пересчете на эквивалент флуфенацета I).

Из стандартного раствора № 4 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3, доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 7 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике в течение 14 суток.

7.2.3. Приготовление растворов для внесения в контрольные образцы

7.2.3.1. Стандартный раствор А с концентрацией флуфенацета (I) 250 мкг/см^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 25,0 мг флуфенацета (I), добавляют 40—50 см^3 метанола, перемешивают до полного растворения вещества и доводят объем до метки этим же растворителем. Раствор А хранится в холодильнике не более 3 месяцев.

7.2.3.2. Стандартный раствор В с концентрацией флуфенацета 5,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора А отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 50 см^3 и доводят объем до метки метанолом. Стандартный раствор В используется для внесения в контрольные образцы и хранится в холодильнике не более одного месяца.

7.2.3.3. Стандартный раствор С с концентрацией флуфенацета 0,5 мкг/см^3.

Из стандартного раствора В отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки метанолом. Стандартный раствор С используется для внесения в контрольные образцы и хранится в холодильнике не более одного месяца.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую отклик целевого иона (Response) от концентрации деривата флуфенацета (V) в растворе (мкг/см^3), устанавливают путем определения соотношения интенсивности (площади) пиков, отвечающих характеристичным ионам идентифицируемого компонента и аналитического стандарта на регистрируемых ионных масс-хроматограммах по 4 растворам для градуировки с концентрацией 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 мкг/см^3. Для подтверждения обнаружения именно деривата флуфенацета используются еще два подтверждающих иона, относительная интенсивность которых должна попадать в правильный диапазон.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.4. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстрактов и для концентрирования проб воды

Вся процедура подготовки происходит с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин (1—2 кап./с). Растворители должны быть элюированы в вакууме около –2 кПа.

Патрон № 1 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

7.4.1. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта

Концентрирующий патрон промывают сначала 5 см^3 ацетона, затем 5 см^3 воды. Элюировать каждый растворитель пока уровень жидкости не достигнет верхней границы сорбента. Элюаты отбрасывают. Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.4.2. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для концентрирования проб воды

Концентрирующий патрон промывают сначала 5 $см^3$ метанола, затем 15 $см^3$ воды. Элюировать каждый растворитель пока уровень жидкости не достигнет верхней границы сорбента. Элюаты отбрасывают. Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» № 2051—79 от 21.08.79, а также в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.3.01—83 «Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ Р ИСО 6497—11 «Корма растительного происхождения. Методы отбора проб», ГОСТ 27853—88, ГОСТ 13341—77 «Свежие и свежемороженые овощи, картофель, бахчевые, фрукты, ягоды, грибы. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ 7176—85 «Картофель свежий продовольственный, заготовляемый и поставляемый. ТУ».

Пробы воды хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С не более 10 суток.

Для длительного хранения проб почвы, почву подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в темной таре в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Пробы клубней картофеля хранят в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С.

9. Выполнение определения

9.1. Вода

9.1.1. Концентрирование пробы на концентрирующих патронах № 1

К пробе воды массой 1 000 г добавляют 14 мл концентрированной соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Пробу воды наносят на подготовленный по п. 7.4.2 концентрирующий патрон № 1. Флуфенацет элюируют с патрона 25 $см^3$ метанола. Вся процедура происходит с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 $см^3$/мин (1—2 кап./с). Растворители должны быть элюированы в вакууме около –2 кПа.

Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха при температуре водяной бани не выше 25—30 °С.

9.1.2. Окисление и гидролиз

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.1.1, добавляют 75 $см^3$ дистиллированной воды, обмывают стенки концентратора и помещают на 5 мин на аппарат для встряхивания проб. Затем в колбу добавляют 10 $см^3$ 1 н раствора серной кислоты, перемешивают смесь в течение 1—2 мин, прибавляют 0,3 г марганцово-кислого калия, перемешивают смесь в течение 5 мин, смесь приобретет фиолетовый цвет, 2,0 г бисульфита натрия, встряхнуть, смесь потеряет фиолетовый цвет. Затем в колбу аккуратно добавляют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 24 часов.

Примечание. Так как при добавлении кислоты образуется газ, эта процедура должна проводиться строго под тягой.

Необходимо обеспечить достаточный и постоянный приток воды к конденсатору для обеспечения полной конденсации паров при кипячении с обратным холодильником. Также необходимо обеспечить надежное подключение шлангов к водопроводной воде для предотвращения протечек.

Поскольку никакие горючие растворители не используются при кислотном гидролизе, кипячение ночью не представляет опасности.

9.1.3. Перегонка с водяным паром

Смесь, полученную по п. 9.1.2, остудить в течение 15—20 мин, затем осторожно добавить в колбу 350 $см^3$ дистиллированной воды. Охладить колбу в емкости с дробленым льдом в течение 15 мин. Затем постепенно (порциями по 10 $см^3$) в колбу добавить 100 $см^3$ 50 %-го раствора гидроксида натрия. Смесь необходимо постоянно перемешивать и охлаждать.

Проверить pH смеси, pH должно быть больше 12. При необходимости довести pH до значения больше 12 с помощью небольших порций (по 5 $см^3$) 50 %-го раствора гидроксида натрия. Убрать колбу из ледяной бани. Перенести содержимое из этой колбы в двугорлую круглодонную колбу для перегонки с водяным паром.

В круглодонную колбу объемом 500 $см^3$ (приемник для дистилляции) добавить 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и присоединить эту колбу к перегонку с водяным паром.

Дистиллировать смесь со скоростью отгонки дистиллята от 1,5 до 2,5 $см^3$/мин. Когда будет собрано 150—200 $см^3$ дистиллята позволить перегонке остыть в течение 10—15 мин и отсоединить приемник для дистилляции. При необходимости дистиллят можно хранить в холодильнике (0—5 °С) в течение 10 часов.

9.1.4. Экстракция фторанилина из дистиллята

Дистиллят, полученный по п. 9.1.3, переносят в делительную воронку объемом 500 $см^3$. Исходную колбу обмывают 10 $см^3$ дистиллированной воды и переносят в ту же делительную воронку.

Проверить pH, значение pH должно быть меньше 2. Если pH больше 2, необходимо добавить дополнительно концентрированной соляной кислоты до достижения pH < 2.

Подкисленную водную фракцию промывают 2 раза по 10 $см^3$ хлористого метилена, каждый раз интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 30 секунд. После полного разделения слоев выделившийся нижний (хлористого метилена) слой отбрасывают.

Водную фазу в делительной воронке подщелачивают с помощью 50 %-го раствора гидроксида натрия (~ 2,5 мл) до значения pH больше 10.

Фторанилин экстрагируют двумя порциями хлористого метилена объемом по 5 $см^3$, каждый раз встряхивая делительную воронку в течение 30 секунд. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) собирают в мерную пробирку объемом 10 $см^3$ через слой безводного сульфата натрия. Довести общий объем экстракта до 10 $см^3$.

Примечание. Первые 5 $см^3$ экстракта содержат основное количество фторанилина. Потеря даже небольшой части экстракта значительно сократит выход производного (деривата флуфенацета). Будьте осторожны в обращении с экстрактом.

При необходимости экстракт можно хранить в течение 10 часов в холодильнике (< 5 °С).

9.1.5. Дериватизация

Примечание. Весь процесс должен быть проведен только в работающей тяге и завершен без промедления после его начала.

Аликвоту (½ раствора) хлористого метилена (5 $см^3$), полученного по п. 9.1.4, переносят в чистую сухую мерную пробирку объемом 10 $см^3$, добавить 10 $мм^3$ концентрированной серной кислоты и 250 $мм^3$ N,N-ди-

метилформамида. Хорошо перемешать содержимое пробирки. Упарить хлористый метилен слабым потоком азота до объема менее 200 мм^3. С помощью N,N-диметилформамида довести общий объем в пробирке до 300 мм^3. Поместить пробирку в стакан с холодной водой, температура которой меньше 10 °С.

Примечание. Необходимо хлористый метилен упарить полностью. Остаточные количества хлористого метилена могут привести к образованию солей, и возможен неполный выход производного.

При помощи газонепроницаемого шприца в пробирку добавить 100 мм^3 0,2 %-го раствора 4-(диметиламино)пиридина в пиридине, затем полученную смесь хорошо перемешать в ультразвуковой ванне.

Добавить в пробирку 300 мм^3 трифторуксусного ангидрида по каплям с помощью газонепроницаемого шприца. Дать смеси постоять около 15 мин.

Примечание. Использовать трифторуксусный ангидрид только в работающей тяге.

Затем в пробирку осторожно, по каплям, добавить 3,0 см^3 очищенной воды, слегка помешивая. Общий объем раствора довести очищенной водой до 8 см^3. Вытащить пробирку из стакана с холодной водой, хорошо перемешать содержимое (при необходимости использовать ультразвуковую ванну).

9.1.6. Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1

Раствор, полученный в п. 9.1.5, наносят на подготовленный по п. 7.4.1 концентрирующий патрон № 1 с небольшой скоростью нанесения (давление –2 кПа), элюат отбрасывают. Пробирку обмывают 2 см^3 очищенной воды, наносят на патрон, элюат отбрасывают. Патрон промывают 5 см^3 воды, элюат также отбрасывают. Высушить патрон под вакуумом в течение 15 мин (давление около –4 кПа).

Дериват флуфенацета элюируют с патрона 4 см^3 ацетона при скорости потока от 15 до 20 капель/мин. Собирают элюат в чистую мерную пробирку объемом 10 см^3.

Примечание. Ацетон через патрон должен быть пропущен с нежным положительным давлением из шприца. Не использовать вакуум для элюирования ацетона через патрон.

Доводят общий объем в пробирке до 5 см^3 ацетоном и 1 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.2. Почва, зерно пшеницы, клубни картофеля

9.2.1. Окисление и гидролиз

Образец почвы, измельченного зерна пшеницы или клубней картофеля массой 10 г помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 1 000 $см^3$, приливают 75 $см^3$ дистиллированной воды и помещают на 60 минут на аппарат для встряхивания проб. Затем в колбу добавляют 10 $см^3$ 1 н раствора серной кислоты, перемешивают смесь в течение 1—2 мин, прибавляют 0,3 г марганцово-кислого калия, перемешивают смесь в течение 5 минут, смесь приобретет фиолетовый цвет, 2,0 г бисульфита натрия, встряхнуть, смесь потеряет фиолетовый цвет. Затем в колбу аккуратно добавляют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 24 часов.

Примечание. Так как при добавлении кислоты образуется газ, эта процедура должна проводиться строго под тягой.

Необходимо обеспечить достаточный и постоянный приток воды к конденсатору для обеспечения полной конденсации паров при кипячении с обратным холодильником. Также необходимо обеспечить надежное подключение шлангов к водопроводной воде для предотвращения протечек.

Поскольку никакие горючие растворители не используются при кислотном гидролизе, кипячение ночью не представляет опасности.

Далее проводят перегонку с водяным паром, экстракцию фторанилина из дистиллята, дериватизацию и очистку экстракта на концентрирующих патронах № 1, как указано в пунктах 9.1.3, 9.1.4, 9.1.5 и 9.1.6 соответственно.

9.3. Солома пшеницы

9.3.1. Окисление и гидролиз

Образец измельченной соломы массой 5 г помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 1 000 $см^3$, приливают 150 $см^3$ дистиллированной воды и помещают на 60 минут на аппарат для встряхивания проб. Затем в колбу добавляют 10 $см^3$ 1 н раствора серной кислоты, перемешивают смесь в течение 1—2 мин, прибавляют 0,3 г марганцово-кислого калия, перемешивают смесь в течение 5 минут, смесь приобретет фиолетовый цвет, 2,0 г бисульфита натрия, встряхнуть, смесь потеряет фиолетовый цвет. Затем в колбу аккуратно добавляют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 24 часов.

Примечание. Так как при добавлении кислоты образуется газ, эта процедура должна проводиться строго под тягой.

Необходимо обеспечить достаточный и постоянный приток воды к конденсатору для обеспечения полной конденсации паров при кипячении с обратным холодильником. Также необходимо обеспечить надежное подключение шлангов к водопроводной воде для предотвращения протечек.

Поскольку никакие горючие растворители не используются при кислотном гидролизе, кипячение ночью не представляет опасности.

9.3.2. Перегонка с водяным паром

Смесь, полученную по п. 9.3.1, остудить в течение 15—20 минут, затем осторожно добавить в колбу 300 $см^3$ дистиллированной воды. Охладить колбу в емкости с дробленым льдом в течение 15 минут. Затем постепенно (порциями по 10 $см^3$) в колбу добавить 200 $см^3$ 50 %-го раствора гидроксида натрия. Смесь необходимо постоянно перемешивать и охлаждать.

Проверить pH смеси, pH должно быть больше 12. При необходимости довести pH до значения больше 12 с помощью небольших порций (по 10 $см^3$) 50 %-го раствора гидроксида натрия. Убрать колбу из ледяной бани. Перенести содержимое из этой колбы в двугорлую круглодонную колбу для перегонки с водяным паром.

В круглодонную колбу объемом 500 $см^3$ (приемник для дистилляции) добавить 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и присоединить эту колбу к перегонку с водяным паром.

Дистиллировать смесь со скоростью отгонки дистиллята от 1,5 до 2,5 $см^3$/мин. Когда будет собрано 150—200 $см^3$ дистиллята позволить перегонке остыть в течение 10—15 мин и отсоединить приемник для дистилляции. При необходимости дистиллят можно хранить в холодильнике (0—5 °С) в течение 10 часов.

Далее проводят экстракцию фторанилина из дистиллята, дериватизацию и очистку экстракта на концентрирующих патронах № 1, как указано в пп. 9.1.4, 9.1.5 и 9.1.6 соответственно.

9.4. Условия хроматографирования

Хроматографическая система, включающая:

– хроматограф газовый с электронным регулированием всех газовых потоков и возможностью управления параметрами газа-носителя в колонке, снабженный стандартным автосамплером с дозирующим объемом от 0,1 до 100 $мм^3$ для автоматического ввода пробы в хроматографи-

ческую систему и масс-селективным детектором с высокопроизводительным турбомолекулярным насосом;

– компьютерное программное обеспечение, обслуживающее управление работой всего прибора, настройку и управление работой вакуумной системы, обеспечивающее сбор и хранение всех данных, поступающих с системы «газовый хроматограф – масс-селективный детектор», выполнение библиотечного поиска и количественный анализ.

Колонка хроматографическая капиллярная из кварцевого стекла с внутренний диаметром 0,25 мм, длиной 30 м, с неподвижной фазой, содержащей 5 % фенила и 95 % метилполисилоксана и толщиной пленки 0,25 мкм.

Температура испарителя –200 °С, тип газа гелий, режим сплитлесс, давление 17,64 psi, суммарный поток 8,6 $см^3$/мин, начало сброса 0,75 мин.

Температура термостата колонки программированная: начальная температура –60 °С, выдержка 2 минуты, нагрев колонки по 15 °С в минуту до 250 °С, выдержка 1 мин, режим постоянный поток, поток через колонку 1,3 $см^3$/мин, средняя скорость 29 см/с.

Температура устройства сопряжения масс-селективного детектора с хроматографом – 280 °С. Температура источника ионов 230 °С, температура квадруполя 150 °С. Относительное напряжение на электронном умножители 1 518 В. Режим ионизации электронным ударом. Режим сбора данных SIM, целевой ион m/z 207, подтверждающие ионы m/z 138 и 249.

Объем вводимой пробы: 1 $мм^3$.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,05—0,5 нг.

Примечание. Для получения полной картины процесса гидролиза флуфенацета и его метаболитов до фторанилина рекомендуется провести холостой эксперимент с извлечением аналитического стандарта фторанилина по п. 9.1.3 «Перегонка с водяным паром» и хроматографировать по условиям хроматографирования п. 9.4. На основе полученных данных определяют полноту извлечения фторанилина из матрицы.

10. Обработка результатов анализа

Содержание деривата флуфенацета (V) в пересчете на эквивалент флуфенацета (I) в пробах воды, почвы, зерна и соломы зерновых колосовых культур, клубнях картофеля по пику деривата рассчитывают отдельно по формуле:

$$X = \frac{D \cdot S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \cdot P$$, где

X – содержание флуфенацета, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта деривата флуфенацета (V);

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика деривата флуфенацета (V) в образце, мВ;

A – концентрация стандартного раствора деривата флуфенацета (V), мкг/см^3;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m – масса анализируемого образца, г (см^3);

P – содержание деривата флуфенацета (V) в аналитическом стандарте, %;

D – коэффициент пересчета с учетом отобранной аликвоты (равен 2,0).

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости:

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r$$, где (1)

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг или мг/дм^3;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8 \times \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}$$, где

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание вещества в пробе менее 0,0005 мг/кг».**

* – 0,0005 мг/кг – предел обнаружения.

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений, а также контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

Контроль стабильности градуировочной характеристики для деривата флуфенацета (V) проводят при смене основных градуировочных растворов № 1 и 2 каждые 3 месяца, при смене основных градуировочных растворов № 3, 4, 5, 6 и 7 – каждые 14 суток, а также в начале и окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов концентраций для градуировки, содержание деривата флуфенацета (V) в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,05 до 0,5 мкг/см^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{|X - C| \cdot 100}{C} \leq 3{,}53 \text{ где}$$

X – концентрация флуфенацета (по деривату) контрольного измерения, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочных растворов деривата флуфенацета (V) в ацетоне, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

3,53 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (А) превышает 3,53 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины не-

стабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов деривата флуфенацета (V), предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики определяют ее заново согласно п. 7.3.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л,\bar{X}'}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{X}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/кг, при этом:

$$\Delta_л = \pm\, 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приво-

дящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R \text{, где} \qquad (3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Приложение 1

Полнота извлечения деривата флуфенацета (V) из воды, почвы, зерна и соломы зерновых колосовых культур, а также из клубней картофеля (5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено, мг/кг	Обнаружено, мг/кг	Полнота определения, %
Вода	0,0005	0,00036 ± 0,00001	72,0
	0,001	0,00071 ± 0,00001	71,0
	0,002	0,00143 ± 0,00001	71,6
	0,005	0,00360 ± 0,0001	72,1
Почва	0,05	0,0369 ± 0,0006	73,8
	0,10	0,0720 ± 0,0015	72,0
	0,20	0,1460 ± 0,0032	73,0
	0,50	0,3633 ± 0,0042	72,7
Зерно пшеницы	0,05	0,0364 ± 0,0008	72,8
	0,10	0,0767 ± 0,0013	76,7
	0,20	0,1490 ± 0,0047	74,5
	0,50	0,3805 ± 0,0098	76,1
Солома пшеницы	0,1	0,0728 ± 0,0023	72,8
	0,2	0,1483 ± 0,0045	74,1
	0,5	0,2929 ± 0,0079	73,2
	1,0	0,7572 ± 0,0108	75,7
Клубни картофеля	0,05	0,0374 ± 0,0011	74,9
	0,10	0,0742 ± 0,0011	74,2
	0,20	0,1488 ± 0,0035	74,4
	0,50	0,3621 ± 0,0064	72,4

Определение остаточных количеств флуфенацета и суммы всех метаболитов, содержащих N-фторфенил-N-изопропил радикалы в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых, в клубнях картофеля методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3203—14

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина
Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой
Подписано в печать 8.12.15
Формат 60x84/16 Печ. л. 1,75
Тираж 125 экз. Заказ 75

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru