Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств индоксакарба в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле подсолнечника, в зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3206—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 индоксакарба в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле подсолнечника, в зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3206—14

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств индоксакарба в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле подсолнечника, в зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—27 с.

ISBN 978—5—7508—1408—4

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (В. А. Калинин, Е. В. Довгилевич, А. В. Довгилевич, Е. Н. Тестова).

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—1408—4

© 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 индоксакарба в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле подсолнечника, в зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3206—14

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.00282-2008/0168.27.05.13 от 27.05.2013.

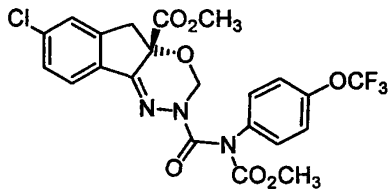
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения уровня остаточных количеств индоксакарба в зеленой массе кукурузы в диапазоне 0,1—1,0 мг/кг, в зерне и масле кукурузы в диапазоне 0,01—0,10 мг/кг, в семенах и масле подсолнечника в диапазоне 0,02—0,20 мг/кг, а также в корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне 0,05—0,50 мг/кг и в зеленой массе сахарной свеклы в диапазоне 0,5—5,0 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: индоксакарб.

Название действующего вещества по ИЮПАК: Метил(*S*)-*N*-[7-хлоро-2,3,4a,5-тетрагидро-4a-(метоксикарбонил)индено[1,2-*e*] [1,3,4] оксадиазин-2-илкарбонил]-4'-(трифторметокси) карбанилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$.

Молекулярная масса: 527,8.

Агрегатное состояние: порошок.

Цвет, запах: белого цвета.

Давление паров: $2,5 \times 10^{-5}$ мПа (25 °С).

Коэффициент распределения октанол/вода (при 25 °С): K_{ow} logP = 4,65.

Температура плавления: 88,1 °С.

Растворимость в воде (мг/дм^3, 25 °С): 0,2.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, при 25 °С): ацетон – более 250; ацетонитрил – 139; метанол – 103; н-октанол – 14,5.

Гидролитически стоек в кислой и нейтральной среде с $ДТ_{50}$ более 30 дней (pH 5), 38 дней (pH 7), но быстро разрушается в щелочном растворе $ДТ_{50}$ 1 день (при pH 9).

В почве индоксакарб умеренно персистентен, в аэробных условиях $ДТ_{50}$ от 3 до 23 дней, в анаэробных условиях $ДТ_{50}$ 186 дней. В илистой почве $ДТ_{50}$ 17 дней.

Краткая токсикологическая характеристика. Индоксакарб относится к умеренно опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс от 268 до 1 732 мг/кг) и по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 ч) более 2 000 мг/м^3) и к мало опасным веществам по дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для кроликов более 5 000 мг/кг). Не раздражает слизистую глаз и кожу кроликов.

Область применения. Индоксакарб – инсектицид из класса оксадиазинов контактного и кишечного действия, блокирует натриевые каналы нервных волокон активным S-изомером. Насекомые прекращают питаться, у них нарушается координация, наступает паралич и затем смерть.

Применяется для борьбы с широким спектром различных бабочек на хлопчатнике, овощных культурах и в фруктовых садах при нормах расхода 12,5—125,0 г/га.

Проходит регистрационные испытания в России в качестве инсектицида для борьбы с вредителями яблоневых садов и виноградников с нормой расхода 0,4—0,5 л/га и пятью обработками за сезон.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,01 мг/кг массы человека;

ОДК в почве – 0,9 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,015 мг/дм^3;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,3 мг/м^3;

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,005 мг/м^3;

МДУ в продукции (мг/кг): яблоки – 0,5; томаты – 0,5; семена и масло рапса – 0,05; лук – 2,0.

МДУ в импортируемой продукции (мг/кг): семена и масло подсолнечника – 0,05; зерно и масло кукурузы – 0,02; корнеплоды сахарной свеклы – 0,1.

1. Погрешность измерения

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 индоксакарба

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) ± δ, % $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
1	2	3	4	5	6
Зеленая масса кукурузы	0,1—1,0 вкл.	25	1,69	4,70	6,58
Зерно кукурузы	0,01—0,1 вкл.	50	1,72	4,78	6,70
Масло кукурузы	0,01—0,1 вкл.	50	1,42	3,95	5,53

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6
Семена подсолнечника	0,02—0,04 вкл.	50	1,34	3,73	5,22
	0,1—0,2 вкл.	25	1,50	4,17	5,84
Масло подсолнечника	0,02—0,04 вкл.	50	1,39	3,86	5,41
	0,1—0,2 вкл.	25	2,46	6,84	9,57
Корнеплоды сахарной свеклы	0,05—0,1 вкл.	50	1,70	4,73	6,62
	0,2—0,5 вкл.	25	0,95	2,64	3,70
Зеленая масса сахарной свеклы	0,50—1,0 вкл.	25	1,54	4,28	5,99
	2,0—5,0 вкл.	25	1,78	4,95	6,93

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения вещества, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Зеленая масса кукурузы	0,10	0,1—1,0	74,52	2,76	0,96
Зерно кукурузы	0,01	0,01—0,1	76,59	6,53	2,34
Масло кукурузы	0,01	0,01—0,1	84,95	2,63	1,05
Семена подсолнечника	0,02	0,02—0,2	74,73	4,60	1,61
Масло подсолнечника	0,02	0,02—0,2	74,01	4,79	1,66
Корнеплоды сахарной свеклы	0,05	0,05—0,5	90,77	1,31	0,56
Зеленая масса сахарной свеклы	0,5	0,5—5,0	73,40	2,31	0,80

2. Метод измерений

Метод основан на определении индоксакарба с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового диодно-матричного детектора после его экстракции

из образцов органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на колонках с окисью алюминия, на концентрирующих патронах № 1 и на колонках с флорозилом.

Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Специфичность обеспечивается подбором состава подвижной фазы и выбором колонок различной полярности.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические класса точности по ГОСТ Р 53228—08 – специальный (I), с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г	
Весы лабораторные общего назначения класса точности по ГОСТ Р 53228—08 – средний (III) с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	
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
pH-метр/милливольтметр с диапазоном измерения 0…14 pH; ± 1 999 мВ	
Хроматографическая система, включающая: – хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и стандартным автосамплером с дозирующим объемом от 0,1 до 100 $мм^3$ для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему; – компьютерное программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех хроматограмм в процессе проведения хроматографического анализа, обеспечивающее обработ-	

ку результатов измерений, вывод и расчет хроматограмм и количественный анализ	
Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 $см^3$	ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Индоксакарб, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,6 %	CAS 144171-61-9
Алюминий окись для хроматографии, чистый	ТУ 6-09-3916—75
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	ТУ 6-09-2167—84
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72
Гелий, очищенный	ТУ 51-940—80
n-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Калий марганцово-кислый, чда	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, чистый	ТУ 6-09-4711—81
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
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Флоризил (магния силикат, 99 %) для колоночной хроматографии, зернение 60/100 меш.	CAS 1343-88-0

Примечание. Допускается использование реактивов с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и 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	

Банки полипропиленовые с крышками для экстракции вместимостью 250 $см^3$	
Ванна ультразвуковая с потребляемой мощностью 140 Вт, рабочей частотой 50 Гц, рабочим объемом 4,5 $дм^3$	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Воронки делительные на 250 $см^3$	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 конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 100, 250 $см^3$ и 4 000 $см^3$ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая стальная, длиной 150 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 3,5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	
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	
Предколонка хроматографическая стальная, длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С8	
Стаканы стеклянные, термостойкие, объемом 100—500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1 000 $см^3$	

Фильтры обеззоленные нейтральные, быстро фильтрующие, диаметром 11 см, зольность одного фильтра 0,00072 г	ТУ 6-09-1678—86
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм	
Шприц инъекционный однократного применения объемом 10 $см^3$	ГОСТ Р ИСО 7886-1—09

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 выполнению определений

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

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил, 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 ч. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С, отбрасывают.

7.1.2. Приготовление бидистиллированной воды

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

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 подвижной фазы для ВЭЖХ

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и очищенную воду.

В плоскодонную колбу объемом 1 000 см^3 помещают 700 см^3 ацетонитрила и 300 см^3 очищенной воды. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 см^3/мин в течение 5 мин, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 мин. Готовый раствор подвижной фазы хранят при комнатной температуре не более 7 суток.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией индоксакарба 1,0 мг/см^3.

Взвешивают 50 мг индоксакарба в мерной колбе объемом 50 см^3. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией индоксакарба 10,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 2 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией индоксакарба 1,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 3 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 15 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией индоксакарба 0,5 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 4 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 15 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией индоксакарба 0,2 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 50 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 15 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией индоксакарба 0,1 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 15 суток.

7.2.2.7. Стандартные растворы с концентрацией индоксакарба 25,0; 10,0; 5,0; 2,5; 2,0; 1,0; 0,5; 0,4; 0,25 и 0,2 мкг/см^3 для внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 2,5; 2,0; 1,0; 0,5; 0,4; 0,25 и 0,2 мкг/см^3 и используют эти растворы с целью внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетоном готовят растворы, содержащие по 2,0; 1,0; 0,4 и 0,2 мкг/см^3 и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы масла.

Стандартные растворы для внесения в контрольные образцы хранятся в холодильнике не более 30 суток.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации индоксакарба в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см^3.

В инжектор хроматографа вводят по 10 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.7. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.4. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения индоксакарба на ней

7.4.1. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 3 г окиси алюминия с зернением 40/250 меш. и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента. Непосредственно перед использованием колонку промывают 10 см^3 ацетонитрила.

7.4.2. Проверка хроматографического поведения индоксакарба на колонке с окисью алюминия

В концентратор объемом 100 см^3 вносят 1 см^3 стандартного раствора индоксакарба в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см^3 и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 10 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят на подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Исходную колбу обмывают еще двумя порциями ацетонитрила объемом по 10 см^3 каждая и последовательно вносят их на колонку. Каждую порцию собирают отдельно в концентраторы объемом по 100 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие индоксакарб, полноту смывания с колонки и необходимый объём элюента.

Изучение поведения индоксакарба на колонке проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии окиси алюминия.

7.5. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения индоксакарба на них

7.5.1. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин (1—2 кап./с).

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

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 см^3 смеси ацетонитрила с водой соотношении 3 : 1, затем 10 см^3 воды. Элюаты отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения индоксакарба на концентрирующих патронах № 1

Из стандартного раствора индоксакарба в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/см^3, отбирают 1 см^3, помещают в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 воды, перемешивают и вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

Исходный концентратор обмывают последовательно 10 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, затем тремя порциями по 5 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 3 : 1, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 см^3, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие индоксакарб, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения индоксакарба на концентрирующих патронах № 1 проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.6. Подготовка колонки с флоризилом для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения индоксакарба на ней

7.6.1. Подготовка колонки с флоризилом для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г флоризила с зернением 60/100 меш. и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента. На слой флоризила наносят слой безводного серно-кислого натрия толщиной 1 см. Колонку промывают 15 см^3 ацетона и высушивают.

Непосредственно перед использованием колонку последовательно промывают 10 м^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 1, а затем 10 см^3 гексана.

7.6.2. Проверка хроматографического поведения индоксакарба на колонке с флоризилом

Из стандартного раствора индоксакарба в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/см^3, отбирают 1 см^3, помещают в круглодонную колбу объемом 100 см^3 и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 гексана, перемешивают и полученный раствор вносят на колонку. Элюат собирают в концентратор, упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

Исходную колбу последовательно обмывают 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 1, 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 4 : 1 и 4 порциями объёмом 5 см^3 каждая смеси гексана с ацетоном в соотношении 2 : 1. Каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие индоксакарб, полноту смывания с колонки и необходимый объём элюента.

Изучение поведения индоксакарба на колонке проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии флоризила.

7.7. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Хроматографическую колонку с предколонкой устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С и скорости потока подвижной фазы 0,175 см^3/мин 3—4 ч.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.79, а также в соответствии с ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ Р ИСО 6497—2011 «Корма растительного происхождения. Методы отбора проб», ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ 17109—88 «Соя. Требования при заготовках и

поставках», ГОСТ Р 53510—09 «Масло соевое. ТУ», ГОСТ 8808—2000 «Масло кукурузное. ТУ», ГОСТ 22391—89 «Подсолнечник. Требования при заготовках и поставках», ГОСТ Р 52465—05 «Масло подсолнечное. ТУ», ГОСТ Р 53457—09 «Масло рапсовое. ТУ», ГОСТ Р 52062—03 «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб» и ГОСТ Р 52647—06 «Свекла сахарная. ТУ».

Пробы зеленой массы кукурузы и сахарной свеклы, а также корнеплодов сахарной свеклы хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре –18 °С.

Отобранные пробы зерна кукурузы, а также семян подсолнечника подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Пробы кукурузного и подсолнечного масла хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С не более 10 суток.

9. Выполнение определения

9.1. Зеленая масса кукурузы

9.1.1. Экстракция

Образец измельченной зеленой массы кукурузы массой 5 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют 40 см^3 ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см^3 с 5 г хлорида натрия через фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 40 см^3 ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см^3 с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 мин при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 см^3, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Нижний водный слой отбрасывают, а верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.1.1, прибавляют 5 см^3 ацетонитрила, обмывают стенки концентратора, затем прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 5 г хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями гексана объемом по 30 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз по 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

9.1.3. Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия

Сухой остаток, полученный в п. 9.1.2, растворяют в 10 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывают стенки концентратора, наносят на подготовленную колонку, элюат собирают в концентратор. Исходную колбу обмывают 10 см^3 ацетонитрила и вносят на колонку. Элюаты объединяют и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток подвергают дальнейшей очистке на концентрирующих патронах № 1.

9.1.4. Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 воды, перемешивают и вносят на подготовленный патрон. Элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, наносят на патрон и элюат также отбрасывают. Индоксакарб элюируют 15 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 3 : 1. Элюат собирают в концентратор объемом 100 см^3, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.2. Зерно кукурузы

9.2.1. Экстракция

Образец измельченного зерна кукурузы массой 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют 40 см^3 ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экс-

тракт фильтруют в концентратор объемом 250 см^3 через фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют два раза, используя по 40 см^3 ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты фильтруют, объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают до масляного остатка при температуре не выше 30 °С.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К маслянистому остатку, полученному по п. 9.2.1, добавляют 50 см^3 гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 20 см^3, встряхивая каждый раз делительную воронку по 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 100 см^3.

Ацетонитрильный экстракт переносят в делительную воронку, прибавляют к нему 30 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 100 см^3, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом 30 см^3, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия» и п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1».

Сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.3. Масло кукурузы и подсолнечника

9.3.1.Экстракция и очистка полученного экстракта

Из пробы кукурузного масла отбирают в стакан навеску массой 20 г (10 г – для подсолнечного масла) и переносят ее в делительную воронку объемом 250 см^3 двумя порциями гексана объемом по 30 см^3. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 50 см^3, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в

делительной воронке нижний ацетонитрильный слой объединяют в стакане объемом 100 см^3. Верхний слой (гексан) отбрасывают.

Ацетонитрильный экстракт переносят в чистую делительную воронку объемом 250 см^3, промывают одной порцией гексана объемом 100 см^3. Гексан отбрасывают, а ацетонитрил собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия» и п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1».

Сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.4. Семена подсолнечника

9.4.1. Экстракция

Образец измельченных семян подсолнечника массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют 50 см^3 ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну, а затем на 5 мин на аппарат для встряхивания проб. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 см^3 через фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 см^3 ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты фильтруют, объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей» и на колонках с флоризилом.

9.4.2. Очистка экстракта на колонке с флоризилом

Сухой остаток, полученный по п. 9.4.1, растворяют в 1 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 гексана, перемешивают и полученный раствор вносят на колонку, элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 1 и 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 4 : 1, элюаты отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 15 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 2 : 1, вносят на колонку, элюат собирают в концентратор объемом 100 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не более 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.5. Корнеплоды сахарной свеклы

9.5.1. Экстракция

Образец измельченных корнеплодов сахарной свеклы массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, приливают туда 40 $см^3$ ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 $см^3$ с 5 г хлорида натрия через фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 40 и 30 $см^3$ ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 $см^3$ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 мин при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 $см^3$, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Нижний водный слой отбрасывают, а верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 $см^3$ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей», по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия» и п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1».

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.6. Зелёная масса сахарной свеклы

9.6.1.Экстракция и очистка полученного экстракта

Образец измельченной зеленой массы сахарной свеклы массой 5 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, приливают туда 40 $см^3$ ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 $см^3$ с 5 г хлорида натрия через фильтр низкой плотности. Экстракцию по-

вторяют еще два раза, используя каждый раз по 40 см^3 ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см^3 с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 мин при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 см^3, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Выделившуюся нижнюю водную фазу отбрасывают, а верхнюю ацетонитрильную оставляют в делительной воронке.

К ацетонитрильному экстракту в делительной воронке прибавляют 50 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 250 см^3, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом по 50 см^3, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей» и по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия».

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 25 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.7. Условия хроматографирования

Хроматографическая система, включающая:

• хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и стандартным автосамплером с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм^3 для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему;

• компьютерное программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех хроматограмм в процессе проведения хроматографического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчет хроматограмм и количественный анализ.

Колонка хроматографическая стальная, длиной 150 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 3,5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Предколонка хроматографическая стальная, длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С8.

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода в соотношении 70 : 30.

Длина волны: 300 нм.

Чувствительность не менее 15 mAU (миллиединиц абсорбции) на шкалу.

Объем вводимой пробы: 10 мм^3.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

10. Обработка результатов

Содержание индоксакарба в пробах рассчитывают по формуле:

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

X – содержание индоксакарба в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

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

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

P – содержание индоксакарба в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

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;

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

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 0,01 мг/кг*»*

* – *0,01 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 индоксакарба проводят при смене основного градуировочного раствора № 1 каждые 6 месяцев, при смене основного градуировочного раствора № 2 каждый месяц, при смене основных градуировочных растворов № 3, 4, 5 и 6 – каждые 15 суток, а также в начале и при окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов концентраций для градуировки,

содержание индоксакарба в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,1 до 1,0 мкг/см^3.

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

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C} \leq 0{,}97, \text{ где}$$

X – концентрация индоксакарба контрольного измерения, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора индоксакарба в смеси ацетонитрила с водой, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

0,97 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (A) превышает 0,97 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов индоксакарба, 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 К 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, приводящие 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 двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

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 индоксакарба из зеленой массы, зерна и масла кукурузы, из семян и масла подсолнечника, из зеленой массы и корнеплодов сахарной свеклы

(5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено индоксакарба, мг/кг	Обнаружено индоксакарба, мг/кг	Полнота извлечения, %
Зеленая масса кукурузы	0,10	0,0436 ± 0,0005	87,2
	0,20	0,0822 ± 0,0010	82,2
	0,50	0,1587 ± 0,0020	79,4
	0,10	0,3996 ± 0,0080	79,9
Зерно кукурузы	0,01	0,0168 ± 0,0003	83,9
	0,02	0,0323 ± 0,0008	80,7
	0,05	0,0781 ± 0,0021	78,1
	0,10	0,1630 ± 0,0032	81,5
Масло кукурузы	0,01	0,0085 ± 0,0001	85,2
	0,02	0,0176 ± 0,0002	88,1
	0,05	0,0419 ± 0,0007	83,7
	0,10	0,0828 ± 0,0011	82,8
Семена подсолнечника	0,02	0,0151 ± 0,0002	75,7
	0,05	0,0318 ± 0,0005	79,6
	0,10	0,0718 ± 0,0013	71,8
	0,20	0,1437 ± 0,0021	71,8
Масло подсолнечника	0,02	0,0154 ± 0,0004	77,1
	0,04	0,0298 ± 0,0004	74,6
	0,10	0,0782 ± 0,0010	78,2
	0,20	0,1648 ± 0,0027	82,4
Корнеплоды сахарной свеклы	0,05	0,0147 ± 0,0003	73,3
	0,10	0,0288 ± 0,0004	71,9
	0,20	0,0748 ± 0,0009	74,8
	0,50	0,1459 ± 0,0029	72,9
Зеленая масса сахарной свеклы	0,50	0,0142 ± 0,0002	71,1
	1,00	0,0291 ± 0,0005	72,7
	2,00	0,0755 ± 0,0013	75,5
	5,00	0,1556 ± 0,0020	77,8

Определение остаточных количеств индоксакарба в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле подсолнечника, в зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3206—14

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина
Редактор Н. В. Кожока
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой
Подписано в печать 17.07.15
Формат 60x90/16 Усл. печ. л. 1,63
Тираж 150 экз. Заказ 50

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

Отделение издательского обеспечения, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru