Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний
МУК 4.1.3182—4.1.3189—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 пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний
МУК 4.1.3182—4.1.3189—14

ББК 51.23+51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—112 с.

ISBN 978—5—7508—1313—1

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26.06.2014 № 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 24 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 02.04.15

Формат 60x84/16 Усл. печ. л. 6,51

Тираж 150 экз. Заказ 29

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
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

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

Содержание

Определение остаточных количеств бромоксинила в масле кукурузном методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3182—14 4

Определение остаточных количеств квинмерака в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3183—14 16

Определение остаточных количеств сульфосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3184—14 30

Определение остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3185—14 44

Определение остаточных количеств диметоморфа в салате методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3186—14 57

Определение остаточных количеств эпоксиконазола в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3187—14 70

Определение остаточных количеств ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3188—14 84

Определение остаточных количеств тиофанат-метила и карбендазима в зеленой массе, соломе и зерне хлебных злаков, ботве и корнеплодах сахарной свеклы, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3189—14 97

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств сульфосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3184—14

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.164/01.00043/2014 от 24.02.2014.

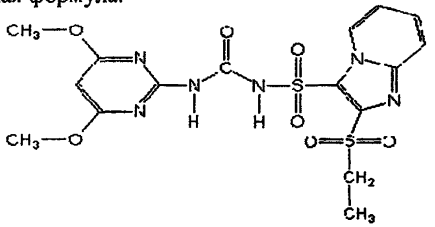
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации сульфосульфурона в воде в диапазоне концентраций 0,002—0,02 мг/дм^3, в почве и зерне зерновых культур в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, в соломе зерновых культур в диапазоне концентраций 0,04—0,4 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: сульфосульфурон.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)-3-(2-этилсульфонилимидазо[1,2-а]пиридин-3-илсульфонил)мочевина.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{16}H_{18}N_6O_7S_2$.

Молекулярная масса: 470,5.

Химически чистое вещество, представляет собой белое кристаллическое вещество.

Температура плавления: 201,5 °С.

Давление пара при 20 °С: 3,05 × 10^{-5} мПа.

Растворимость (в мг/дм^3 при 20 °С): вода – 1 627, гептан – 1, ксилол – 160, метанол – 330, ацетон – 710.

Константа диссоциации (pKa) при 25 °С: 3,51.

Стабильность к гидролизу при 20 °С: DT_{50} = 7 дней (pH 4), 48 дней (pH 5), 168 дней (pH 7) 156 дней (pH 9). Период распада в почве: DT_{50} = 24 дня.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс более 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для крыс превышает 5 000 мг/кг. Не оказывает раздражающего действия на кожу и дыхательные пути, но раздражает слизистую глаз. Умеренно токсичен для пчел и дождевых червей.

Область применения препарата. Синтетический гербицид из класса сульфонилмочивин применяется против однолетних злаковых и двудольных сорняков.

Механизм действия. Системный гербицид, адсорбируется корнями и листьями. Ингибитор синтеза ацетолактата.

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.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{R_л}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, %
Вода	0,002—0,02	8	9	11	22
Почва	0,01—0,1	9	10	12	23
Зерно	0,01—0,1	8	9	11	22
Солома	0,04—0,4	8	9	11	22

* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения сульфосульфурона, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для $n = 20$, $P = 0,95$

Анализируемый объект, мг/кг	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,002	0,002—0,02	85,3	4,25	5,96
Почва	0,01	0,01—0,1	85,4	5,05	7,08
Зерно	0,01	0,01—0,1	83,0	3,11	4,36
Солома	0,04	0,04—0,4	82,6	2,82	3,95

2. Метод измерений

Методика основана на определении сульфосульфурона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов смесью ацетонитрил–вода, очистки перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и последующей очистки твердофазной экстракцией на патронах.

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

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	Номер в Госреестре средств измерений 42816-09
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—01
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и допустимой погрешностью 0,1 г	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$	
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 32 : 68	
Смесь № 1 ацетонитрил–вода в соотношении 9 : 1 по объему	

Смесь № 2 этилацетат–метанол в соотношении 4 : 1 по объему	
Сульфосульфурон, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,6 %	
Этилацетат, хч	ГОСТ 1138—84

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100 х 2,1) мм, 1,7 мкм	
Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Вата медицинская	ГОСТ 5556—81
Воронки делительные, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные на шлифе вместимостью 100, 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, 0,4 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 $см^3$	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Стаканы химические вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные быстрой фильтрации	ТУ 6.091678—86
Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в мин)	ТУ4389-007-44330709—11

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 по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *Раствор ортофосфорной кислоты 0,005 М.* В мерную колбу объемом 1 дм^3 помещают (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. *Для приготовления подвижной фазы* смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 32 : 68 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.2.3. *Для приготовления насыщенного раствора натрия хлористого* в мерную колбу объемом 1 дм^3 помещают 350 г натрия хлористого, полностью растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см^3. Точную навеску сульфосульфурона (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями сульфосульфурона 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 32 : 68).

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 2,0 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,4 см^3 основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 1,0 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,2 см^3 основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 0,5 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 5,0 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,2 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,1 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения сульфосульфурона в воде, почве, соломе и зерне зерновых колосовых культур используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация сульфосульфурона в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации сульфосульфурона в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_K|}{C} \cdot 100 \le \lambda_{контр}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации сульфосульфурона в градуировочном растворе;

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации сульфосульфурона в градуировочном растворе;

$\lambda_{контр.}$ – норматив контроля градуировочного коэффициента, % ($\lambda_{контр.}$ = 10 % при P = 0,95).

7.5. Подготовка патрона для очистки экстрактов твердофазной экстракцией

Патрон, заполненный гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля (0,4 г), промывают последовательно 2 $см^3$ смеси № 2 и 3 $см^3$ этилацетата, после чего он готов к работе.

7.6. Проверка хроматографического поведения сульфосульфурона на патроне

В круглодонную колбу емкостью 10 $см^3$ отбирают 1 $см^3$ стандартного раствора сульфосульфурона с концентрацией 1 мкг/$см^3$. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 $см^3$ этилацетата и переносят на подготовленный патрон. Колбу обмывают 1 $см^3$ этилацетата и смыв тоже вносят на патроны. Промывают патроны 5 $см^3$ этилацетата, элюат отбрасывают. Затем элюируют сульфосульфурон смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 $см^3$, упаривают досуха, растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и анализируют по п. 9.6.

Фракции, содержащие сульфосульфурон объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту вымывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения сульфосульфурона следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

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» (от 21.08.79 № 2051—79), а также в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб»; ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950-79) «Зерновые. Отбор проб зерна». Пробы зерна и соломы для определения остатков пестицидов в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре.

Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие поч-

венные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция сульфосульфурона из воды

В плоскодонную колбу объемом 100 см^3 помещают 50 см^3 пробы воды и 18 г хлористого натрия, колбу закрывают пробкой, закрепляют в устройстве для перемешивания и перемешивают до полного растворения соли (примерно 1 ч). Пробу воды переносят в делительную воронку и трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 см^3. Объединенный органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу объемом 100 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и анализируют по п. 9.6.

9.2. Экстракция сульфосульфурона из почвы

Навеску измельченной почвы (10 г) помещают в плоскодонную колбу объемом 250 см^3, добавляют 100 см^3 смеси № 1, закрепляют в устройстве для перемешивания и интенсивно перемешивают 1 ч. Экстракт переносят в полипропиленовые центрифужные пробирки вместимостью 50 см^3, пробирки плотно закрывают и центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 5 мин. Экстракт декантируют через вату в круглодонную колбу и упаривают до водного остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Далее проводят очистку по п. 9.4.

9.3. Экстракция сульфосульфурона из зерна и соломы зерновых колосовых культур

Навеску измельченной пробы (10 г – зерно; 5 г – солома) помещают в плоскодонную колбу объемом 250 см^3, добавляют 100 см^3 смеси № 1, закрепляют в устройстве для перемешивания и интенсивно перемешивают 1 ч. Экстракт переносят в полипропиленовые центрифужные пробирки вместимостью 50 см^3, пробирки плотно закрывают и центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 5 мин. Экстракт фильтруют через вату в делительную воронку (для соломы берут только половину

экстракта, т. е. аликвоту, соответствующую 2,5 г пробы) и дважды промывают гексаном порциями по 15 $см^3$. Гексан отбрасывают. Водно-ацетонитрильный экстракт переносят в круглодонную колбу и упаривают до водного остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Далее проводят очистку по п. 9.4.

9.4. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К водному остатку, полученному по пп. 9.2—9.3, добавляют 50 $см^3$ насыщенного раствора хлористого натрия, переносят в делительную воронку и трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 $см^3$. Объединенный этилацетатный экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Далее проводят очистку по п. 9.5.

9.5. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.4), количественно переносят двумя порциями этилацетата по 1 $см^3$ на подготовленный патрон (п. 7.5). Промывают патрон 5 $см^3$ этилацетата. Сульфосульфурон элюируют 5 $см^3$ смеси № 2 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и анализируют на содержание сульфосульфурона по п. 9.6.

9.6. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100,0 × 2,1) мм, 1,7 мкм. Температура колонки: (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 32 : 68. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора: 235 нм. Объем вводимой пробы: 10 $мм^3$. Время удерживания сульфосульфурона составляет (12,7 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание сульфосульфурона в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика сульфосульфурона на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см^3;

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения сульфосульфурона, приведенная в табл. 2, %.

Содержание остаточных количеств сульфосульфурона в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор сульфосульфурона с концентрацией 2,0 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости ($r = 2{,}8\sigma_r$).

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:

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

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

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

«*содержание вещества в пробе менее нижней границы определения*» (например: менее 0,01 мг/кг*, где *– 0,01 мг/кг – предел обнаружения сульфосульфурона в зерне).

13. Контроль качества результатов измерений

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

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок. Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,X}$ ($\pm\Delta_{л,X'}$) – 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:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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), %.

Разработаны сотрудниками «Всероссийского НИИ защиты растений», С.-Петербург (Цибульская И. А., Черменская Т. Д., Комарова А. С., Человечкова В. В.)

gost.e-ecolog.ru