Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3135—13

Издание официальное

Москва • 2014

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 флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3135—13

ББК 51.21+51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1320—9

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийский НИИ защиты растений Россельхозакадемии (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, А. С. Комарова, Т. Д. Черменская, В. В. Человечкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г. № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 12 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

ISBN 978—5—7508—1320—9

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ
Врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации
А. Ю. Попова
12 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3135—13

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.143/01. 00043/2013.

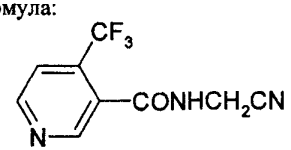
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации флоникамида в воде в диапазоне концентраций 0,001—0,01 мг/дм^3, в почве в диапазоне концентраций 0,02—0,2 мг/кг, яблоках и яблочном соке в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: флоникамид.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 4-трифторметил-N-цианометилникотинамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_9H_6F_3N_3O$.

Молекулярная масса: 229,2.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 157,5 °С.

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} lgP = 0,3.

Растворимость в воде (г/дм^3, 20 °С) – 5,2.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): ацетон – 163,5, толуол – 0,55, этилацетат – 34,2, дихлорметан – 4,5.

Краткая токсикологическая характеристика: острая пероральная $ЛД_{50}$ = 884; 1 768 мг/кг массы тела для самцов и самок крыс соответственно. Острая дермальная для крыс $ЛД_{50}$ > 5 000 мг/кг. Не ирритант для кожи и глаз кроликов. Острая токсичность: рыбы $ЛК_{50}$ > 100 мг/л, дафнии $ЭК_{50}$ > 100 мг/л, зеленые водоросли $ЭК_{50}$ > 100 мг/л. Не токсичен для энтомофагов.

Область применения: селективный, системный инсектицид для сосущих насекомых, повреждающих плодовые, зерновые, овощные культуры.

В России для флоникамида гигиенические нормативы не установлены.

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 (мг/дм^3)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rд}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, %
Вода	0,001—0,01	9	11	12	24
Почва	0,02—0,2	8	9	11	22
Яблоки	0,05—0,5	9	11	12	24
Яблочный сок	0,05—0,5	9	11	12	24
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг ($мг/дм^3$)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг ($мг/дм^3$)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,001	0,001—0,01	84,1	4,93	2,46
Почва	0,02	0,02—0,2	83,4	1,98	0,99
Яблоки	0,05	0,05—0,5	88,0	2,25	1,13
Яблочный сок	0,05	0,05—0,5	81,4	3,00	1,50

2. Метод измерений

Методика основана на определении флоникамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем и последующей очистки на патронах для твердофазной экстракции.

Идентификация флоникамида 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	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—2001
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и допустимой погрешностью 0,1 г	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 100 и 1 000 $см^3$	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

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода для лабораторного анализа (бидистиллят, деионизованный)	ГОСТ Р 52501—2005
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Калий дигидроортофосфат, ч	ТУ 6-09-5324—87
Калий фосфорно-кислый, двузамещенный, 3-водный, чда	ГОСТ 2493—75
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Смесь № 1: гексан–этилацетат в соотношении 1 : 1 по объему	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 13 : 87	
Флоникамид с содержанием основного вещества 91,9 %	
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 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Воронки делительные, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные конические вместимостью 100 $см^3$	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	

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—2009, 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 аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают 2 $см^3$ этилацетата, затем 3 $см^3$ смеси № 1 (гексан : этилацетат).

7.3. Приготовление растворов

7.3.1. 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3.2. Для приготовления 0,1 М фосфатного буфера взвешивают 11.4 г калия фосфорно-кислого двузамещенного 3-водного и 6,8 г калия дигидрофосфата, переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, растворяют в воде и доводят объем до метки водой.

7.3.3. Смесь ацетонитрила с водой в соотношении 20 : 80 готовят по объёму, используя мерные цилиндры.

7.3.4. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 13 : 87 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см³: точную навеску флоникамида (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.4.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы с концентрациями флоникамида 0,1, 0,5, 1,0, 5,0 и 10,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя смесь ацетонитрила и воды в соотношении 20 : 80.

7.4.2.1. Раствор № 1 с концентрацией 10,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 2,0 $см^3$ основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.2.2. Раствор № 2 с концентрацией 5,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1,0 см³ основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией 1,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,5 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ раствора № 2 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией 0,1 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ раствора № 3 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – 2 дней.

При изучении полноты определения флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке используют ацетоновые растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетоном.

7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация флоникамида в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм³ 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 флоникамида в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (К) 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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации флоникамида в градуировочном растворе,

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации флоникамида в градуировочном растворе,

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

7.6. Проверка хроматографического поведения флоникамида на патроне

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора флоникамида с концентрацией 1 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 смеси №1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см^3 смеси № 1 и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 5 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют флоникамид этилацетатом со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 смеси ацетонитрил–вода, 20 : 80 и анализируют по п. 9.4.

Фракции, содержащие флоникамид, объединяют и вновь анализируют.

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

Примечание: Проверку хроматографического поведения флоникамида 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, пищевых продуктов 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 28168—89 «Почвы. Отбор проб». Отбор проб яблок производят в соответствии с ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки».

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 1мм. Пробы фруктов хранят до анализа в герметичной полиэтиленовой упаковке в морозильной камере при –18 °С. Перед анализом фрукты, не размораживая, измельчают на терке или в гомогенизаторе.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция флоникамида из воды

Пробу воды 100 см^3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 30 см^3 этилацетата и интенсивно встряхивают 2—3 мин. После полного разделения фаз верхний органический слой собирают, к водному добавляют 30 см^3 этилацетата и экстракцию повторяют. Объединенные органические фракции пропускают через воронку, содержащую безводный сульфат натрия, и собирают в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 смеси ацетонитрил – вода 20 : 80, и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.2. Экстракция флоникамида из почвы

Навеску почвы 20 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3 и добавляют 20 см^3 ацетона. Пробирку плотно закрывают и помещают в аппарат для встряхивания на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего слоя отбирают аликвоту 10 см^3, соответствующую 10 г пробы, переносят в круглодонную колбу вместимостью 50 см^3. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С, остаток растворяют в 1 см^3 смеси ацетонитрил–вода 20 : 80 и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.3. Экстракция флоникамида из яблок

Навеску измельченных плодов яблок 20 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 30 см^3 0,1 М фосфатного буфера и колбу помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин. Экстракт декантируют в делительную воронку вместимостью 250 см^3 пропуская через бумажный фильтр, к остатку в колбе добавляют 30 см^3 буфера и повторяют экстракцию. К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 30 см^3 этилацетата и интенсивно встряхивают 2—3 мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отби-

рают, к водному добавляют 30 см^3 этилацетата и экстракцию повторяют. Объединенные органические фракции пропускают через воронку, содержащую безводный сульфат натрия, собирают в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 и растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке на патроне по п. 9.5.

9.4. Экстракция флоникамида из яблочного сока

Навеску сока 20 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, доводят объем до 50 см^3 0,1 М фосфатным буфером и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 30 см^3 этилацетата и интенсивно встряхивают 2—3 мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отбирают, к водному добавляют 30 см^3 этилацетата и экстракцию повторяют. Объединенные органические фракции пропускают через воронку, содержащую безводный сульфат натрия, собирают в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 и растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке на патроне по п. 9.5.

9.5. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Сухой остаток, полученный по п. 9.3 или 9.4, растворяют в 1 см^3 смеси № 1, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см^3 смеси № 1 и также наносят на патрон. Патрон промывают 5 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Флоникамид элюируют 6 см^3 этилацетата, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в 1 см^3 смеси ацетонитрил–вода 20 : 80 и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.6. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18 – (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 13 : 87. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны ультрафиолетового детектора 265 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание флоникамида 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 флоникамида 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 флоникамида, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор флоникамида с концентрацией 10,0 мкг/см^3, разбавляют смесью ацетонитрил–вода в соотношении 20 : 80.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

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

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

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

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 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел обнаружения флоникамида в яблоках).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «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:

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

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:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (3)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (3) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к 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):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R \text{, где} \quad (4)$$

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

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

Определение остаточных количеств флоникамида в воде, почве, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3135—13

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 16.10.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 200 экз. Заказ 62

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

gost.e-ecolog.ru