МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32193—
2013
(ISO 14182:1999)**

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков фосфорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

(ISO 14182:1999, MOD)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2014**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии» (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44–2013 от 14 ноября 2013 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 14182:1999 Animal feeding stuffs - Determination of residues of organophosphorus pesticides - Gas chromatographic method (Корма для животных. Определение остатков фосфорорганических пестицидов. Метод газовой хроматографии).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO/TC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечание и приложение выделены полужирным курсивом.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема «литр» на «кубический дециметр», «миллилитр» на «кубический сантиметр», «микролитр» на «кубический миллиметр» для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 пункт 4.14.1.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в соответствии с требованиями межгосударственной системы стандартизации и общепринятой отраслевой терминологией.

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты, используемые в примененном международном стандарте, заменены на межгосударственные стандарты, гармонизированные с международными.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию, стандартизации и метрологии.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2065-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32193—2013 (ISO 14182:1999) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков фосфорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

Feeds, compound feeds.
Determination of organophosphorus pesticides residues by gas chromatographic method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма *и комбикорма* и *устанавливает* метод определения остатков фосфорорганических пестицидов с *помощью* газовой хроматографии.

Метод *применим для определения следующих* фосфорорганических пестицидов:

- азинфос-этил;
- азинфос-метил;
- бромофос;
- карбофенотион;
- хлорпирифос;
- хлорпирифосметил;
- диазинон;
- диметоат;
- этион;
- фонофос;
- малатион;
- метидатион;
- паратион;
- паратион-метил;
- пиримифос-этил;
- пиримифос-метил.

Нижний предел определения для фосфорорганических пестицидов составляет 0,01 мкг/г.

Примечание — Данный метод может быть применим также к другим фосфорорганическим пестицидам, таким как метаккрифос и фенитротион, однако он не был апробирован для этих пестицидов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0–80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31218–2003 (ИСО 6498–98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции фосфорорганических пестицидов из анализируемой пробы ацетоном, разбавлении полученного экстракта водой и насыщенным раствором хлористого натрия, *экстрагировании* дихлорметаном, концентрировании, очистке на хроматографической колонке с 10 %-ным дезактивированным водой силикагелем и их количественном определении газовой хроматографией с фосфор-селективным или масс-селективным детектором.

4 Реактивы и материалы

4.1 Вода *дистиллированная по ГОСТ 6709.*

4.2 Гексан.

4.3 Ацетон *по ГОСТ 2603, ч. д. а.*

4.4 Дихлорметан.

4.5 Этилацетат.

4.6 Силикагель с массовой долей воды 10 %

Силикагель 60 с размером частиц от 63 до 200 мкм активируют при температуре 130 °С в течение ночи и охлаждают в эксикаторе. После охлаждения до комнатной температуры силикагель переносят в воздухонепроницаемую стеклянную емкость и доливают дистиллированную воду в таком количестве, чтобы довести массовую долю воды до 10 %. Энергично встряхивают емкость механически или вручную в течение 30 с, затем силикагель отстаивают в течение 30 мин, встряхивая время от времени.

Срок хранения приготовленного силикагеля – не более 6 ч.

4.7 Растворитель элюирующий, *раствор* дихлорметана в гексане, 50 % по объему.

Смешивают в равных объемах дихлорметан и гексан.

4.8 Инертный газ, например, азот *по ГОСТ 9293, ос. ч.*

4.9 Натрий *сернокислый по ГОСТ 4166*, безводный.

4.10 Натрий *хлористый по ГОСТ 4233*, насыщенный раствор.

4.11 Государственные стандартные образцы пестицидов:

- азинфос-этил [*S*-(3,4-дигидро-4-оксобензо[*d*][1,2,3]триазин-3-илметил)*O, O*-диэтил фосфородитиоат];
- азинфос-метил [*S*-(3,4-дигидро-4-оксобензо[*d*][1,2,3]триазин-3-илметил)*O, O*-диметил фосфородитиоат];
- бромофос [*O*-4-бромо-2,5-дихлорфенил *O,O*-диметил фосфородитиоат];
- карбофенотион [*S*-4-хлорофенилтиометил *O,O*-диэтил фосфородитиоат];
- хлорпирифос [*O,O*-диэтил *O*-3,5,6-трихлоро-2-пиридил фосфородитиоат];
- хлорпирифос-метил [*O,O*-диметил *O*-3,5,6-трихлоро-2-пиридил фосфородитиоат];
- диазинон [*O,O*-диэтил *O*-2-изопропил-6-метилпиримидин-4-ил фосфородитиоат];
- диметоат [*O,O*-диметил *S* - метилкарбоилметил фосфородитиоат];
- этион [*O,O,O′,O′*-тетраэтил *S,S′*-метилен ди(фосфородитиоат)];
- фонофос [*O*-этил *S*-фенил этилфосфородитиоат];

- малатион [диэтил (диметокситиофосфорилтио)сукцинат];
- метидатион [*S*-2,3-дигидро-5-метокси-2-оксо-1,3,4-тиадиазол-3-илметил *O*, *O*-диметилфосфородитиоат];
- паратион [*O*,*O*-диэтил *O*-4-нитрофенил фосфоротиоат];
- паратион-метил [*O*,*O*-диэтил-*O*-паранитрофенилтиоат];
- пиримифос-этил [*O*-2-диэтиламино-6-метилпиримидин-4-ил *O*,*O*-диэтил фосфоротиоат];
- пиримифос-метил [*O*-2-диэтиламино-6-метилпиримидин-4-ил *O*, *O*-диметил фосфоротиоат].

Примечание — Общепринятые названия и химические названия (в квадратных скобках) приведены в соответствии с международной химической номенклатурой IUPAC и согласованы с [1].

4.12 Внутренний стандарт: трибутилфосфат.

4.13 Стандартные растворы фосфорорганических пестицидов

4.13.1 Основные растворы *массовой* концентрации 1 000 мкг/*см*^{3}

На весах (*см. 5.10*) взвешивают *с погрешностью не более* ± 0,1 мг, такое количество исходного стандартного образца фосфорорганического пестицида (*см.* 4.11) или внутреннего стандарта (*см.* 4.12), которое дает в растворе массовую концентрацию 1000 мкг/*см*^{3}. *Перед* взвешиванием *необходимо* проверить чистоту стандартного материала. Взвешенную массу *количественно переносят* в мерную колбу, разбавляют этилацетатом (*см.* 4.5) и доводят объем раствора до заданной величины этилацетатом.

Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С – не более 6 мес.

4.13.2 Промежуточные растворы *массовой* концентрации 10 мкг/*см*^{3}

Отмеряют пипеткой (*см. 5.13*) *по* 1 *см*^{3} каждого основного раствора *(см.* 4.13.1) в отдельные мерные колбы (*см. 5.11*) *вместимостью* 100 *см*^{3}, разбавляют и доводят объем раствора до метки этилацетатом.

Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С – не более 1 мес.

Примечание — Стандарты фосфорорганических пестицидов при их правильном хранении стабильны. Исследования показали, что все беспримесные проверенные стандарты фосфорорганических пестицидов являются стабильными в течение 15 лет при хранении при температуре минус 18 °С, и основные растворы стандартов пестицида в толуоле 1 мг/*см*^{3} являются стабильными по крайней мере 3 года при хранении при температуре минус 18 °С.

Рекомендуется следующий способ более длительного хранения. Часть подготовленных стандартных растворов фосфорорганических пестицидов переносят в пузырьки из темного (коричневого) стекла с завинчивающимися крышками из политетрафторэтилена. Пузырьки взвешивают и хранят при температуре минус 20 °С. При необходимости пузырьки извлекают из морозильника, доводят до комнатной температуры и взвешивают. Если суммарная потеря массы (за счет испарения) составляет 10 % и более от замороженной чистой массы, пузырек утилизируют вместе с содержимым. Взвешивают и замораживают *основные* и промежуточные *стандартные* растворы, которые будут применяться более чем через 1 мес. (как правило, в *емкостях вместимостью* 25 *см*^{3}). В противном случае, подготовленные *стандартные* растворы (обычно в *емкостях вместимостью* 2 *см*^{3}*)* хранят при температуре 4 °С и уничтожают после хранения в течение 1 мес.

4.13.3 Рабочие растворы *массовой* концентрации 0,5 мкг/*см*^{3}

Отмеряют пипеткой 5 *см*^{3} каждого промежуточного раствора (*см.* 4.13.2) в мерные колбы *вместимостью* 100 *см*^{3} и доводят объем раствора до *метки* этилацетатом (*см.* 4.5).

Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С – не более 1 мес (*см.* 4.13.2).

4.14 Контрольные (холостые) растворы

Холостые растворы представляют собой экстракты из аналогичных проб, не содержащих фосфорорганических пестицидов, что *проверяется* проведенными ранее испытаниями. Готовят холостые растворы так же как и экстракты анализируемых проб.

Примечание — *Следует* использовать реактивы только признанной аналитической чистоты, аналогичной *указанной, или более высокой квалификации, изготовленные по другой нормативной или технической документации, в том числе импортные*, обеспечивающие анализ соответствующего пестицида, если нет других указаний.

Чистоту реактивов следует проверять в условиях, одинаковых с методом испытания. Хроматограмма не должна содержать следов каких-либо интерферирующих примесей.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Некоторые органические растворители могут являться канцерогенными веществами. Следует использовать их с осторожностью.

5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы

5.1 Воронки делительные *вместимостью* 500 и 1000 *см*^{3} с пробками и кранами из политетрафторэтилена (PTFE).

5.2 Колбы *с тубусом 1(2)-500 по ГОСТ 25336.*

5.3 Воронки Бюхнера *3 по ГОСТ 9147.*

5.4 Пробирки градуированные *вместимостью* 10 *см*^{3} с пробками политетрафторэтилена (PTFE).

5.5 Трубки для хроматографии стеклянные длиной около 300 мм, с внутренним диаметром 8 – 10 мм, с грубой фриттовой пластиной с пористостью класса Р 100 (размер пор 40–100 мкм) [2] или с пробкой из стекловаты.

5.6 Испаритель вакуумный роторный, с круглодонными колбами *К-1(2)-100(500)-19/26(29/32, 34/36)-ТХС по ГОСТ 25336* и водяной баней с температурой (40 ± 2) °С.

5.7 Шейкер механический или блендер высокоскоростной.

5.8 Система газовой хроматографии

5.8.1 Система должна включать:

- инжекционную систему без деления потоков или через колонку;
- колонку;
- фосфор-селективный детектор или масс-селективный детектор;
- электрометр;
- mV-рекордер или интегратор;
- компьютер со специальным программным обеспечением для регистрации и обработки полученных данных.

5.8.2 Требования к системе газовой хроматографии

Все инжекционные порты, термостатированная колонка и детектор должны иметь собственные независимые нагреватели с *погрешностью* регулировки температуры не более ± 0,1 °С.

Параметры хроматографической системы должны быть регулируемыми и должны быть оптимизированы под характеристики используемого измерительного прибора.

Инжекционный порт и датчик температуры должны быть рассчитаны на 220 °С – 240 °С и 180 °С – 380 °С соответственно согласно инструкции изготовителя.

Для разделения фосфорорганических примесей в капиллярной колонке рекомендуется программа, задающая температурный *режим* печи.

5.8.3 Инжекционная система

Может использоваться автосемплер или любое другое подходящее инжекционное устройство. Для ручных инжекций используют микрошприц с распылителем *вместимостью* 1–5 *мм*^{3}, с длиной иглы, соответствующей режиму инжекции (без деления потоков или через колонку).

Перед впрыскиванием раствора в газовый хроматограф *необходимо* промыть шприц не менее 10 раз чистым растворителем, а затем еще пять раз – *вводимым* раствором. После ввода шприц прополоскать пять раз чистым растворителем.

5.8.4 Колонка

Рекомендуется использовать капиллярные колонки с фазами от неполярной до средней полярности, например: SE-30, SE-54, OV-17 или эквивалентные.

Стандартные стеклянные колонки длиной 2–4 м, с внутренним диаметром 2–4 мм, заполненные 10 % DC-200 на Chromosorb WHP с размером частиц от 0,15 до 0,18 мм, или смесь 2 % QF1 и 1,5 % DC-200 на Chromosorb WHP с размером частиц от 0,125 до 1,15 мм, или любыми другими постоянными фазами и основой из инертного материала, рекомендованного для анализа остаточных фосфорорганических примесей.

Температурная программа колонки должна быть подобрана так, чтобы разделить смесь фосфорорганических пестицидов, перечисленных в пункте 1, на отдельные пестициды (см. приложение А).

После монтажа новой колонки, ее выдерживают 48 ч при температуре, незначительно превышающей максимальную рабочую температуру, одновременно с продувкой газом-носителем.

5.8.5 Детектор

Используют фосфор-селективный детектор [пламенно-фотометрический датчик (FPD) или азотно-фосфорных детектор (NPD) в режиме Р] или масс-селективный детектор (MSD), с минимальным пределом обнаружения 50 пг фосфорсодержащих примесей.

5.8.6 Газ-носитель и подпитывающий газ

Используют чистый азот, чистый гелий или чистый водород.

Газ-носитель высушивают, пропуская его через 0,5 нм молекулярное сито (ловушку), установленное на линии газа-носителя и предварительно активированное при температуре 350 °С в течение 4–8 ч.

Каждый раз при подсоединении к системе очередного газового баллона *необходимо* повторно активировать молекулярные сита.

5.8.7 Вспомогательные газы

Используют водород и воздух.

5.8.8 Проверка линейности системы

Линейность системы проверяют введением от 0,1 до 2 нг паратиона.

Готовят рабочие растворы с содержанием паратиона в пределах от 0,05 до 1,0 мкг/*см*^{3}. Впрыскивают их по 2 *мм*^{3}.

Строят график *зависимости* площади или высоты пика *от* массы, нг, введенного паратиона. График должен *иметь вид* прямой линии, идущей через начало координат. Если *это условие нарушается*, то устанавливают диапазон массовых концентраций, в пределах которых отклик детектора является линейным.

5.9 Мельница.

5.10 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью ± 0,0001 г.

5.11 Колбы мерные 1(2) – 100(250, 1000) - 2 по ГОСТ 1770.

5.12 Колбы конические Кн-2-1000-42-ТХС по ГОСТ 25336.

5.13 Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

5.14 Сито с размером стороны квадратной ячейки 1 мм.

5.15 Насос электрический, или водоструйный, или Комовского.

5.16 Цилиндры 1(1,2,2а,3,4)-100(500) по ГОСТ 1770.

5.17 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание

1 Перед употреблением всю стеклянную посуду следует тщательно вымыть с моющим средством, свободным от интерферирующих веществ, ополоснуть чистой водой, затем ацетоном и просушить.

2 Не рекомендуется пользоваться посудой из пластмасс, не следует наносить смазку на пробки и вентили, поскольку примеси из них могут переходить в растворители.

3 Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов, по качеству не ниже указанных.

6 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 13496.0.

Лабораторная проба *должна быть представительной,* не поврежденной и не загрязненной *во время* транспортирования и хранения.

7 Подготовка проб

Пробу для *испытания* готовят в соответствии с *ГОСТ 31218.*

Сухие или с небольшой влажностью лабораторные пробы (*зерно*, крупы, продукты *переработки* зерна, семена масличных культур и *продукты их переработки*, комбикорма, сено и т. д.) тщательно перемешивают и часть пробы измельчают *на лабораторной мельнице (см. 5.9*) до прохода через сито с отверстиями *1,0* мм (*см. 5.14*). Снова тщательно перемешивают.

Лабораторные пробы с высокой влажностью (трава, силос и т. д.) режут на мелкие кусочки и тщательно перемешивают до получения однородных проб.

8 Проведение испытания

8.1 Общие *положения*

Действия, перечисленные ниже, выполняют как на *анализируемой пробе*, подготовленной *в соответствии* с *разделом* 7, так и на холостой пробе (*см.* 4.14), *имеющей состав аналогичный* составу анализируемой пробы. Холостой экстракт используют *в качестве основы* при подготовке градуировочного раствора.

8.2 *Подготовка* пробы для испытания.

На весах (см. 5.10) взвешивают пробу, подготовленную в соответствии с *разделом* 7:

- *(50 ± 0,1)* г – для сухих или проб с низкой влажностью;
- *(100 ± 0,1)* г – для проб с высокой влажностью

и помещают в коническую колбу *вместимостью* 1000 *см*^{3} (*см. 5.12*).

8.3 Экстракция

Анализируемую пробу помещают в коническую колбу и добавляют столько воды (*см. 4.1*), чтобы общий объем составил приблизительно 100 *см*^{3}. *Проба* должна хорошо пропитаться водой *в течение* приблизительно 5 мин. Затем в ту же колбу добавляют 200 *см*^{3} ацетона (*см.* 4.3), плотно закрывают и встряхивают непрерывно в течение 2 ч на механическом шейкере или гомогенизируют в течение 2 мин в высокоскоростном блендере.

Суспензию фильтруют насосом через воронку Бюхнера (*см.* 5.3) с фильтровальной бумагой средней пористости (*см. 5.17*) в колбу *с тубусом вместимостью* 500 *см*^{3} (*см.* 5.2). Коническую колбу или чашку блендера и остаток на фильтровальной бумаге промывают двумя порциями ацетона по 25 *см*^{3}, собирая *смывы* в ту же *колбу с тубусом* (*см.* 5.2).

Фильтрат переносят в делительную воронку (*см. 5.1*) *вместимостью* 1000 *см*^{3}. Колбу *с тубусом* (*см.* 5.2) промывают 100 *см*^{3} дихлорметаном (*см.* 4.4) и сливают *его* в делительную воронку, *добавляют* 250 *см*^{3} воды (*см.* 4.1) и приблизительно 50 *см*^{3} насыщенного раствора (*см.* 4.10) хлористого натрия. Закрывают и *встряхивают* 2 мин.

После разделения фаз сливают нижнюю фазу (дихлорметан) во вторую делительную воронку *вместимостью* 500 *см*^{3} (*см. 5.1*). Повторяют процедуру дважды с 50 *см*^{3} дихлорметана (*см.* 4.4) и объединяют экстракты во второй делительной воронке.

Экстракт в дихлорметане промывают двумя порциями воды по 100 *см*^{3}, водную *фракцию отбрасывают*.

Промытый экстракт фильтруют через фильтровальную бумагу с 20 г *сернокислого* натрия (*см.* 4.9) в колбу для вакуумного испарителя (*см. 5.6*) *вместимостью* 500 *см*^{3}. Ополаскивают делительную воронку и промывают *сернокислый* натрий двумя порциями дихлорметана по 10 *см*^{3} и добавляют их в ту же колбу.

Экстракт выпаривают в вакууме при температуре не более 40 °С до объема приблизительно 2 *см*^{3}. Раствор *количественно переносят* в градуированную пробирку (*см. 5.4*) *вместимостью* 10 *см*^{3}, используя 1–2 *см*^{3} гексана (*см.* 4.2), и выпаривают в азоте приблизительно до 1 *см*^{3}.

Не допускают полное выпаривание экстракта, *так как это может привести* к потере фосфорорганических пестицидов *вследствие* летучести растворителя или к неполному растворению *осадка*.

8.4 Очистка *экстракта* на колонке

8.4.1 Подготовка колонки

Помещают 5 г 10 %-ного дезактивированного водой силикагеля (*см.* 4.6) в стеклянную трубку для хроматографии (*см.* 5.5). На поверхность силикагеля помещают 5 г безводного *сернокислого* натрия (*см.* 4.9). Подготовленную колонку промывают 20 *см*^{3} гексана (*см.* 4.2).

Примечание — Вместо колонки с силикагелем можно использовать молотый кремнезем или Florisil картридж (например Millipore SEP PAK), после проверки эффективности и отсутствия загрязнений.

8.4.2 Очистка

Концентрированный экстракт (*см.* 8.3) количественно переносят на поверхность подготовленной колонки (*см.* 8.4.1) с помощью 1–2 *см*^{3} гексана (*см.* 4.2).

Фосфорорганические пестициды элюируют с помощью 50 *см*^{3} элюирующего растворителя (*см.* 4.7) и элюат собирают в колбу вакуумного испарителя *вместимостью* 100 *см*^{3}.

Элюат выпаривают по 8.3, но с использованием этилацетата (*см.* 4.5) вместо гексана, *а затем* доводят объем раствора до 10 *см*^{3} этилацетатом для хроматографии.

Если используется внутренний стандарт, то *перед* окончательным разбавлением до 10 *см*^{3} этилацетатом добавляют 0,5 *см*^{3} промежуточного раствора трибутилфосфата (*см.* 4.13.2).

Готовят холостой раствор *(см. 4.14), используемый* для *приготовления* контрольного градуировочного раствора (*см.* 8.5).

8.5 Газовая хроматография

Систему газового хроматографа (*см.* 5.8) готовят в соответствии с рекомендациями по эксплуатации.

Примеры условий работы газового хроматографа приведены в приложении А.

Вводят 1–2 *мм*^{3} рабочего раствора (см. 4.13.3), а затем такой же объем *экстракта анализируемой пробы* (*см.* 8.4.2). При необходимости *экстракт* разбавляют *гексаном*.

Индивидуальные пики фосфорорганического пестицида идентифицируют по времени удерживания.

Содержание фосфорорганических пестицидов в *экстракте* определяют, сравнивая размер полученных пиков с пиками для известного количества соответствующего пестицида в рабочем растворе.

Если результат равен или превышает предельно допустимое количество фосфорорганических пестицидов, то используют контрольный градуировочный раствор, который получают добавлением к холостому экстракту соответствующих объемов промежуточных стандартных растворов пестицидов (*см.* 4.13.2), выявленных в растворе пробы. *Количество добавки* должно быть таким, чтобы размер пиков этого контрольного раствора находился в пределах 25 % размера пиков в экстракте анализируемой пробы. Объем доводят до 10 *см*^{3} этилацетатом (см. 4.5). В газовый хроматограф впрыскивают объем, равный введенному объему экстракта анализируемой пробы.

Определяют содержание фосфорорганического пестицида, сравнивая размер пика *экстракта анализируемой пробы* с размером соответствующего пика контрольного раствора.

9 Обработка результатов

9.1 Вычисления

Содержание каждого фосфорорганического пестицида в *анализируемой пробе*, *w*, мкг/г, вычисляют с помощью уравнения:

$$w = \frac{A \cdot m_s \cdot V}{A_s \cdot m \cdot V_1}, \qquad (1)$$

где A – площадь (или высота) пика пестицида в растворе анализируемой пробы;

m_s – масса пестицида в объеме, введенном в газовый хроматограф, нг;

V – конечный объем анализируемого раствора, с учетом всех необходимых разбавлений, *см*^{3};

A_s – площадь (или высота) соответствующего пика фосфорорганического пестицида в стандартном или в соответствующем контрольном стандартном растворе;

m – масса *анализируемой пробы, г*;

V_1 – объем экстракта анализируемой пробы, введенный в газовый хроматограф, *мм*^{3}.

9.2 *Проверка метода*

Метод проверяют экспериментами восстановления, проведенными на контрольных холостых пробах с добавкой на уровне 0,1 мкг/г.

К части объема холостого раствора добавляют известное количество раствора фосфорорганического пестицида. Дают отстояться в течение 30 мин, затем анализируют полученный раствор вместе с первоначальным холостым раствором без добавленных пестицидов.

Для каждого фосфорорганического пестицида коэффициент восстановления, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{w_{пр+доб} - w_{пр}}{w_{доб}} \cdot 100, \qquad (2)$$

где $w_{пр+доб}$ – *содержание фосфорорганического пестицида в холостом растворе с добавкой, мкг/г;*

$w_{пр}$ – *содержание фосфорорганического пестицида в холостом растворе без добавки, мкг/г;*

$w_{доб}$ – *содержание фосфорорганического пестицида в добавке, мкг/г;*

100 – *коэффициент пересчета в проценты.*

Значение коэффициента восстановления *для каждого фосфорорганического пестицида* должно быть от 70 % до 110 %.

Примечание — Если *найденное содержание фосфорорганического пестицида в анализируемой пробе* превышает предельно *допустимое*, *результат* должен быть подтвержден одновременным восстановлением *аналогичной пробы*.

10 Подтверждение *результата*

Если результат испытаний равен или превышает предельно *допустимое содержание фосфорорганического пестицида*, то его необходимо подтвердить либо хроматографией со второй колонкой со значительно отличающейся полярностью, либо, если имеется соответствующий измерительный прибор, методом газовой хроматографии – масс спектрометрии.

11 Прецизионность

Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2.

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний *прецизионности метода* приведены в приложении Б. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам массовых концентраций и *пробам*, отличающимся от приведенных *в приложении Б.*

11.2 Повторяемость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе, в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же *экземпляре* оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости (*r*), указанный в таблицах Б.1 – Б.15 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе, в разных лабораториях разными операторами на различных *экземплярах* оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости (*R*), указанный в таблицах Б.1 – Б.15 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытаний

В *протоколе* испытаний необходимо указать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, если известен;
- используемый метод *определения* со ссылкой на *настоящий* стандарт;
- все детали испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как несущественные, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный результат испытания, или *среднеарифметическое значение результатов* двух определений, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Примеры условий работы *газового хроматографа для определения содержания* фосфорорганических пестицидов

А1. Пример 1

Колонка:	кварцевая капиллярная OV-1, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм;
Температура печи:	60 °С в течение 2 мин, 20 ° С/мин до 130 °С; 6 °С/мин до 240 °С, 240 °С в течение 5 мин;
Инжектор:	без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на предварительно прогретую колонку;
Детектор:	NPD в режиме P, 280 °С или MSD.

А2. Пример 2

Колонка:	кварцевая капиллярная SE-54, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм;
Температура печи:	60 °С в течение 0,5 мин, 30 °С/мин до 130 °С; 8 °С/мин до 240 °С, 240 °С в течение 2 мин;
Инжектор:	без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на колонку с температурой окружающей среды;
Детектор:	NPD в режиме P, 280 °С или MSD.

А3. Пример 3

Колонка:	кварцевая капиллярная OV-17, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм;
Температура печи:	60 °С в течение 0,5 мин, 30 °С/мин до 160 °С; 6 °С/мин до 280 °С, 280 °С в течение 4 мин;
Инжектор:	без деления потока, 250 °С или на колонку с температурой окружающей среды;
Детектор:	NPD в режиме P, 280 °С или MSD.

Приложение Б
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний, организованных румынской организацией по стандартизации (ASRO) в 1996 году, и осуществлялась в соответствии с [3][1]. В этих испытаниях участвовали 12 лабораторий. Были исследованы образцы следующего состава: 50 % кукурузы, 20 % ячменя, 20 % соевая мука, 3 % рыбной муки, 3 % жира, 1 % премикса, 1,5 % дикальций фосфата, 1,2 % карбоната кальция и 0,3 % соли, с содержанием фосфорорганических пестицидов от 0,05 мкг/г до 0,1 мкг/г.

Примечание — Полученные данные показывают, что число (7) лабораторий сохраняется после устранения выбросов и не полностью отвечает требованиям протоколов IUPAC-AOAC-ISO (*необходимы,* по крайней мере, результаты восьми лабораторий, после устранения выбросов). Тем не менее, полученные показатели точности считаются приемлемыми для использования в практике, хотя вероятность уровеня повторяемости и воспроизводимости пределов будет меньше 95 %. Эти результаты были приняты из-за нестабильности образцов, которая создает большие проблемы в организации международных межлабораторных испытаний.

Таблица Б.1 – Статистические результаты для азинфос-этила

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,043	0,081	0,42	0,79
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0039	0,0053	0,034	0,061
Коэффициент вариации повторяемости, %	9,0	6,5	8,2	7,6
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,015	0,10	0,17
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0054	0,013	0,058	0,102
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,6	14,0	13,9	12,39
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,015	0,032	0,16	0,29
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г азинфос-этила; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г азинфос-этила; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г азинфос-этила; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г азинфос-этила.				

Таблица Б.2 – Статистические результаты для азинфос-метила

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,042	0,085	0,43	0,82
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0038	0,0052	0,037	0,052
Коэффициент вариации повторяемости, %	9,0	6,1	8,6	6,3
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,015	0,104	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0052	0,0118	0,049	0,107
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,4	13,9	11,3	13,0
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,015	0,033	0,137	0,30
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г азинфос-метила; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г азинфос-метила; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г азинфос-метила; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г азинфос-метила.				

[1] Международный стандарт, использованный для *проверки прецизионности,* в настоящее время отменен

Т а б л и ц а Б.3 – Статистические результаты для бромофоса

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,045	0,082	0,44	0,84
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0039	0,0057	0,028	0,055
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,6	7,0	6,3	6,6
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,016	0,0078	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0056	0,0103	0,052	0,097
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,5	12,5	11,8	11,5
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,016	0,029	0,146	0,27
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г бромофоса; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г бромофоса; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г бромофоса; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г бромофоса.				

Т а б л и ц а Б.4 – Статистические результаты для карбофенотиона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,077	0,43	0,85
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0039	0,0054	0,036	0,055
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,9	7,0	8,5	6,4
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,015	0,10	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0062	0,0112	0,054	0,092
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	14,5	14,6	12,5	10,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,017	0,031	0,15	0,26
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г карбофенотиона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г карбофенотиона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г карбофенотиона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г карбофенотиона.				

Т а б л и ц а Б.5 – Статистические результаты для хлорпирифоса

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,089	0,46	0,86
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0039	0,0053	0,036	0,051
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,9	6,0	7,8	5,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,015	0,10	0,14
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0059	0,0097	0,044	0,102
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,7	10,9	9,6	11,8
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,017	0,027	0,123	0,28
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г хлорпирифоса; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г хлорпирифоса; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г хлорпирифоса; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г хлорпирифоса.				

Т а б л и ц а Б.6 – Статистические результаты для хлорпирифос-метила

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,090	0,47	0,91
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0038	0,0058	0,027	0,06
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,7	6,4	5,7	6,6
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,016	0,076	0,168
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0055	0,0127	0,047	0,112
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,6	14,1	10,0	12,3
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,015	0,036	0,13	0,314
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г хлорпирифос-метила; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г хлорпирифос-метила; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г хлорпирифос-метила; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г хлорпирифос-метила.				

Т а б л и ц а Б.7 – Статистические результаты для диазинона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,091	0,46	0,88
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0037	0,0057	0,030	0,061
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,4	6,2	6,5	6,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,010	0,016	0,084	0,17
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0067	0,0107	0,043	0,125
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	15,2	11,7	9,3	14,2
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,019	0,030	0,12	0,35
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г диазинона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г диазинона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г диазинона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г диазинона.				

Т а б л и ц а Б.8 – Статистические результаты для диметоата

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,085	0,44	0,96
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0042	0,0068	0,038	0,067
Коэффициент вариации повторяемости, %	9,6	8,0	8,6	7,0
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,012	0,019	0,106	0,19
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0069	0,0127	0,051	0,147
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	15,6	15,0	11,7	13,7
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,019	0,036	0,143	0,41
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г диметоата; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г диметоата; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г диметоата; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г диметоата.				

Таблица Б.9 – Статистические результаты для этиона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,088	0,446	0,876
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0043	0,0056	0,038	0,055
Коэффициент вариации повторяемости, %	9,8	6,4	8,5	6,2
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,012	0,016	0,106	0,154
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0059	0,0098	0,057	0,086
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	13,5	11,1	12,7	9,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,017	0,027	0,16	0,24
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г этиона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г этиона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г этиона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г этиона.				

Таблица Б.10 – Статистические результаты для фонофоса

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,046	0,087	0,46	0,85
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0036	0,0058	0,028	0,056
Коэффициент вариации повторяемости, %	7,8	6,7	6,1	6,6
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,010	0,016	0,08	0,16
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0053	0,0012	0,05	0,09
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	11,5	11,0	10,9	10,6
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,015	0,034	0,14	0,25
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г фонофоса; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г фонофоса; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г фонофоса; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г фонофоса.				

Таблица Б.11 – Статистические результаты для малатиона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,046	0,090	0,47	0,93
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0046	0,0075	0,035	0,064
Коэффициент вариации повторяемости, %	10,0	8,3	7,5	6,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0129	0,021	0,098	0,179
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0072	0,0136	0,088	0,132
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	15,8	15,0	12,3	14,2
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,020	0,038	0,162	0,37
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г малатиона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г малатиона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г малатиона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г малатиона.				

Т а б л и ц а Б.12 – Статистические результаты для метидатиона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,045	0,085	0,44	0,88
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0039	0,006	0,042	0,058
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,7	7,0	9,5	6,6
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,017	0,012	0,16
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0058	0,011	0,048	0,118
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,9	12,9	10,9	13,4
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,016	0,031	0,13	0,33
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г метидатиона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г метидатиона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г метидатиона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г метидатиона.				

Т а б л и ц а Б.13 – Статистические результаты для паратиона

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,089	0,47	0,86
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0036	0,0051	0,037	0,049
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,2	5,7	7,8	5,7
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,010	0,014	0,010	0,137
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0056	0,011	0,048	0,102
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,8	12,4	10,3	11,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,016	0,031	0,13	0,286
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г паратиона; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г паратиона; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г паратиона; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г паратиона;				

Т а б л и ц а Б.14 – Статистические результаты для паратион-метила

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,044	0,091	0,47	0,89
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0038	0,0057	0,03	0,051
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,6	6,3	6,4	5,8
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,011	0,016	0,084	0,143
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0051	0,012	0,048	0,099
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	11,6	13,2	10,3	11,1
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,014	0,034	0,134	0,277
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г паратион-метила; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г паратион-метила; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г паратион-метила; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г паратион-метила.				

Т а б л и ц а Б.15 – Статистические результаты для пиримифоса

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*			
	1	2	3	4
Количество лабораторий после удаления выбросов	**7**	**7**	**7**	**7**
Количество принятых результатов	14	14	14	14
Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г	0,0435	0,085	0,44	0,86
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0036	0,006	0,029	0,053
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,2	7,1	6,6	6,1
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,010	0,017	0,081	0,148
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0053	0,012	0,046	0,111
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,2	14,1	10,5	12,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,015	0,029	0,123	0,31
* 1 – образец с добавлением 0,05 мкг/г пиримифоса; 2 – образец с добавлением 0,1 мкг/г пиримифоса; 3 – образец с добавлением 0,5 мкг/г пиримифоса; 4 – образец с добавлением 1,0 мкг/г пиримифоса.				

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международногостандарта		Структура межгосударственного стандарта	
подраздел	пункт	подраздел	пункт
Раздел 5		*Раздел 5*	
5.1	–	*5.1*	–
5.2	–	*5.2*	–
5.3	–	*5.3*	–
5.4	–	*5.4*	–
5.5	–	*5.5*	–
5.6	–	*5.6*	–
5.7	–	*5.7*	–
5.8	–	*5.8*	–
–	–	*5.9*	–
–	–	*5.10*	–
–	–	*5.11*	–
–	–	*5.12*	–
–	–	*5.13*	–
–	–	*5.14*	–
–	–	*5.15*	–
–	–	*5.16*	–
–	–	*5.17*	–
Раздел 6		*Раздел 6*	
Раздел 7		*Раздел 7*	
Раздел 8		*Раздел 8*	
8.1	–	*8.1*	–
8.2	–	*8.2*	–
8.3	–	*8.3*	–
8.4	*8.4.1*	*8.4*	*8.4.1*
	8.4.2		*8.4.2*
8.5	–	*8.5*	–
Раздел 9		*Раздел 9*	
9.1	–	*9.1*	–
9.2	–	*9.2*	–
Раздел 10		*Раздел 10*	
Раздел 11		*Раздел 11*	
11.1	–	*11.1*	–
11.2	–	*11.2*	–
11.3	–	*11.3*	–
Раздел 12		*Раздел 12*	
Приложение	*А*	*Приложение*	*А*
	В		*Б*
	–		*ДА*
Библиография		*Библиография*	

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено начиная с раздела 5, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 Раздел 5 настоящего стандарта дополнен подразделами с указанием используемого оборудования.

3 В соответствии с ГОСТ 1.5–2001 и ГОСТ 1.3–2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА (справочное) «Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта».

Библиография

[1] ISO 1750:1981 Pesticides and other agrochemicals — Common names. (Пестициды и другие агрохимикаты. Общие наименования)

[2] ISO 4793:1980 Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation (Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классифи-кация и обозначение)

[3] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Прецизионность методов. Определе-ние повторяемости и воспроизводимости стандартного метода испытания в межлабораторных испытаниях)

УДК 636.085.3:006.354	МКС 65.120	С 19	(MOD)

Ключевые слова: корма, комбикорма, метод, фосфорсодержащие пестициды, азинфос-этил, азинфос-метил, бромофос, карбофенотион, хлорпирифос, хлорпирифосметил, диазинон, диметоат, этион, фонофос, малатион, метидатион, паратион, паратион-метил, пиримифос-этил, пиримифос-метил, экстракция, очистка, хроматографическая колонка, газовая хроматография

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 31 экз. Зак. 1492

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru