Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

Издание официальное

Москва • 2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

ББК 51.21+51.23
И37

И37 **Измерение** концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—58 с.

ISBN 978—5—7508—1178—6

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».

2. Введены в действие с момента утверждения.

3. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

© Роспотребнадзор, 2013
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

Содержание

Измерение остаточных количеств мепикват хлорида в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием: МУК 4.1.3020—12 4

Измерение остаточных количеств эсфенвалерата в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3022—12 20

Измерение остаточных количеств имазалила в зерне гороха методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3042—12 32

Измерение остаточных количеств тебуконазола в зерне гороха, семенах и масле льна методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3045—12 45

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
8 октября 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение остаточных количеств имазалила в зерне гороха методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3042—12

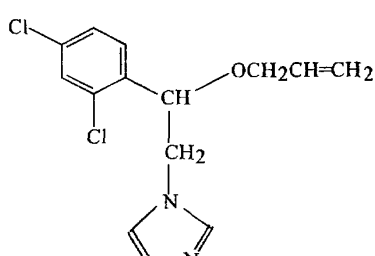
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.083/01.00043/2012.

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения в зерне гороха массовой концентрации имазалила в диапазоне концентраций 0,02—0,2 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: имазалил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (±)-1-(ß-аллилокси-2,4-дихлорфенилэтил) имидазол.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$.

Молекулярная масса: 297,2.

Химически чистый имазалил представляет собой кристаллическую массу от светло-желтого до коричневого цвета с температурой плавления 52,7 °С, давлением паров 0,158 мПа (20 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} log P = 3,82 (pH 9,2 буфер).

Растворимость при 20 °С (г/л): в воде – 0,18 (pH 7,6, 20 °С), в гексане – 19 г/л, ацетоне, дихлорметане, этаноле, метаноле, изопропаноле, бензоле, толуоле, ксилоле – более 500 г/л, растворим в гептане, петролейном эфире.

Стабилен к гидролизу в разбавленных кислотах и щелочах при комнатной температуре в отсутствие света. Стабилен к свету при нормальных условиях хранения. Стабилен при нагревании до 285 °С. В почве DT_{50} 4—5 дней, DT_{90} 54—68 дней.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность для крыс LD_{50} 227—343 мг/кг. Дермальная токсичность для крыс LD_{50} 4 200—4 880 мг/кг. Класс токсичности по ВОЗ и EPA – II.

Область применения

Системный фунгицид с защитным и лечебным действием.

Гигиенические нормативы: МДУ в семенах подсолнечника, сои и рапса 0,02 мг/кг, в горохе не установлен.

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

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $\sigma_{R_л}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta$, %
Зерно гороха от 0,02 до 0,1 вкл.	7	9	12	25
Зерно гороха от 0,1 до 0,2 вкл.	8	9	11	22

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

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Зерно гороха	0,02	0,02—0,2	80,8	5,2	4,7

2. Метод измерений

Методика основана на определении имазалила методом капиллярной ГЖХ с использованием термоионного детектора после его извлечения из образцов гороха органическими растворителями с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися жидкими фазами и на колонке с силикагелем.

Идентификация имазалила 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

Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с термоионным детектором

Весы аналитические типа ВЛА-200 ГОСТ 24104—2001

Весы лабораторные типа ВЛКТ-500 ГОСТ 24104—2001

Колбы мерные со шлифом емкостью 50, 100 $см^3$ ГОСТ 1770—74

Микрошприц МШ-10 ТУ 2-833-106

Пипетки мерные емкостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ ГОСТ 20292—74

Пробирки мерные со шлифом емкостью 10,0 $см^3$ ГОСТ 1770—74

Цилиндры мерные емкостью 50 и 100 $см^3$ ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт имазалила с массовой долей основного вещества 97,5 %

Азот газообразный, вч ТУ 301-07-25—89

Ацетон, осч	ТУ 2633-004-11291058—94
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—76
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Натрий серно-кислый б/в (сульфат), чда	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77

Элюенты для колоночной хроматографии:
– элюент № 1 – гексан;
– элюент № 2 – гексан–ацетон 19 : 1 (по объему);
– элюент № 3 – гексан–ацетон 4 : 1 (по объему);
– элюент № 4 – ацетон

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Ванна ультразвуковая УЗВ/100 ТН	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки делительные емкостью 250 и 500 см^3	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы-концентраторы емкостью 100, 250 и 500 см^3	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные емкостью 100 и 300 см^3	ГОСТ 25336—82
Колонка капиллярная кварцевая 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с НР-1 (0,25 мкм)	
Колонка стеклянная для колоночной хроматографии длиной 25 см, диаметром 10 мм	
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Ротационный вакуумный испаритель Büchi R-200/205 (Швейцария)	
Силикагель 60 (230—400 меш.) (Мерк, Германия)	
Стекловата	
Стаканы химические на 100, 200 и 500 см^3	ГОСТ 25336—82
Установка для упаривания растворителей в токе азота	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Фильтры бумажные, «белая лента»	ТУ 2642-001-42624157—98

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

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1007—76).

При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—2009 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно 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.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 мПа (150 кгс/см^2) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздуховодов и газопроводов под давлением» ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом капиллярной газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Отбор и хранение проб

Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 28674—90 «Горох. Требования по заготовке и поставке». Для длительного хранения аналитические пробы зерна гороха помещают в герметично за-

крытый двойной полиэтиленовый пакет и хранят в морозильной камере с температурой –18 °С.

8. Подготовка к определению

8.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1 см^3 и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

8.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа капиллярную колонку, не присоединяя к детектору, кондиционируют в токе инертного газа (азот) при температуре 250 °С до получения стабильной нулевой линии.

8.3. Приготовление растворов для очистки экстрактов

8.3.1. Элюент № 2 для колоночной хроматографии: в мерной колбе объемом 100 см^3 смешивают 95 см^3 н-гексана и 5 см^3 ацетона.

8.3.2. Элюента № 3 для колоночной хроматографии: в мерной колбе объемом 100 см^3 смешивают 80 см^3 н-гексана и 20 см^3 ацетона.

8.4. Приготовление градуировочных растворов

8.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см^3: точную навеску имазалила (50 ± 0,1) мг помещают в мерную колбу на 100 см^3, растворяют в ацетоне и доводят до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,2, 0,5, 1,0, 2,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя ацетон.

8.4.2. Раствор № 1 с концентрацией имазалила 2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,4 см^3 основного раствора и доводят объем до метки ацетоном.

8.4.3. Раствор № 2 с концентрацией имазалила 1 мкг/см^3: в мерную пробирку вместимостью 10 см^3 вносят 5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки ацетоном.

8.4.4. Раствор № 3 с концентрацией имазалила 0,5 мкг/см^3: в мерную пробирку вместимостью 10 см^3 вносят 5 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки ацетоном.

8.4.5. Раствор № 4 с концентрацией имазалила 0,2 мкг/см^3: в мерную пробирку вместимостью 10 см^3 вносят 4 см^3 раствора № 3 и доводят объем до метки ацетоном.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение 2 недель.

Для определения полноты извлечения имазалила из образцов гороха используют градуировочные растворы в ацетоне.

8.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация имазалила в растворе) в хроматограф вводят по 1 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика (мв · с) от концентрации имазалила в градуировочном растворе (мкг/см^3).

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

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика в градуировочном растворе.

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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации имазалила в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации имазалила в градуировочном растворе;

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

8.6. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

Силикагель не менее 5 ч прокаливают при 130 °С, охлаждают и хранят в эксикаторе. Навеску силикагеля 98,5 г помещают в круглодонную колбу и добавляют 1,5 г дистиллированной воды. Колбу плотно закрывают и интенсивно встряхивают в течение 5 мин. Затем колбу присоединяют к ротационному испарителю при атмосферном давлении и медленно вращают 2 ч. Деактивированный таким образом силикагель используют в течение 5 дней.

На дно стеклянной колонки помещают тампон из стекловаты, слой 0,5 см безводного сульфата натрия и заполняют суспензией 2 г силикагеля в 5 $см^3$ гексана при открытом кране, сверху вносят слой 0,5 см безводного сульфата натрия и промывают колонку 10 $см^3$ гексана. Когда уровень растворителя достигнет верхнего слоя в колонке, кран закрывают. Колонка готова к работе.

8.7. Проверка хроматографического поведения имазалила на колонке с силикагелем

На роторном испарителе при температуре не выше 40 °С упаривают досуха 5 $см^3$ градуировочного раствора с известной концентрацией имазалила.

В колбу с сухим остатком вносят 2 $см^3$ элюента № 1 и помещают колбу в ультразвуковую ванну на 5 мин. Затем пипеткой переносят раствор на колонку. Открывают кран и дают раствору впитаться. Когда уровень растворителя достигнет верхнего края колонки, кран закрывают. Колбу дважды ополаскивают 2 $см^3$ элюента № 1 и пипеткой переносят раствор на колонку. Начинают элюирование в градуированную пробирку с притертой пробкой на 10 $см^3$. После завершения пробирку закрывают и встряхивают. Таким образом, получена фракция с элюентом № 1.

Ту же колбу, где был сухой остаток, ополаскивают 2 $см^3$ элюента № 2 и помещают колбу в ультразвуковую ванну на 5 мин. Затем пипеткой переносят раствор на колонку, колбу ополаскивают 2 $см^3$ элюента № 2 и переносят на колонку. Таким образом, получена фракция с элюентом № 2.

Эту процедуру повторяют с элюентами № 3 и № 4 и, таким образом, готовят фракции с соответствующими элюентами.

Элюаты упаривают, сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетона и хроматографируют. Фракции, содержащие имазалил, объединяют, упаривают, сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетона и хроматографируют. Рассчитывают содержание имазалила в суммарном элюате, определяя полноту извлечения из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания имазалила может изменяться при использовании силикагеля другой партии или марки.

8.8. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция имазалила из зерна гороха

Навеску зерна гороха массой (10 ± 0,1) г размолотого на лабораторной мельнице помещают в коническую колбу объемом 300 см^3, добавляют 50 см^3 теплой дистиллированной воды и оставляют на 30 мин для набухания. Затем добавляют 50 см^3 ацетона и экстрагируют имазалил в ультразвуковой ванне в течение 5 мин.

Экстракт фильтруют через складчатый фильтр «белая лента» на воронке Бюхнера в коническую колбу на 300 см^3. Экстракцию повторяют дважды по 50 см^3 ацетона.

Объединенный экстракт помещают в морозильную камеру с температурой 18 °С на 2—3 ч. После этого экстракт фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» в колбу-концентратор на 500 см^3, фильтр и колбу ополаскивают 10 см^3 охлажденного ацетона. Водно-ацетоновый экстракт упаривают до водного остатка при температуре не выше 40 °С на роторном испарителе. Водный остаток переносят в делительную воронку на 250 см^3, добавляют 10 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и 50 см^3 дихлорметана, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до полного расслоения. После разделения фаз дихлорметановый слой фильтруют в колбу-концентратор через слой безводного серно-кислого натрия, а водный слой возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию еще 2—3 раза порциями дихлорметана по 30 см^3.

Объединенный фильтрат упаривают на ротационном испарителе до объема 2 см^3 при температуре не выше 40 °С. Остатки растворителя удаляют в токе азота. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона и хроматографируют. При наличии мешающих примесей дополнительную очистку проводят на колонке с силикагелем по п. 9.2.

9.2. Очистка экстрактов на колонке с силикагелем

В колбу с сухим остатком вносят 2 см^3 элюента № 1 и растворяют его в ультразвуковой ванне в течение 5 мин. Пипеткой полностью переносят раствор на колонку. Открывают кран и дают пробе впитаться. Ко-

гда уровень растворителя достигнет верхнего края колонки, кран закрывают. Колбу ополаскивают 2 см^3 элюента № 1, пипеткой переносят раствор на колонку и открывают кран. Элюат отбрасывают.

Продолжают элюирование, как описано в п. 8.7 элюентами № 2 и № 3. Элюаты отбрасывают.

Продолжают элюирование элюентом № 4. Собранную фракцию упаривают, сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона и хроматографируют.

9.3. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Кристалл 2000 М» с ТИД, колонка кварцевая капиллярная длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, неподвижная фаза НР-1, толщина слоя 0,25 мкм. Температура колонки программируется от 150 °С (15 с) до 240 °С со скоростью 15 °С/мин. Температура термостата детектора 350 °С, испарителя 240 °С. Расход газа-носителя 1 (азот) – 1,7 см^3/мин (деление потока 1 : 2,8), водорода – 14,4 см^3/мин, воздуха – 200 см^3/мин. Расход газа 3 (азот) – 10 см^3/мин. Дозируемый объем – 2 мм^3. Анализируемый объем – 1 см^3. Время удерживания имазалила – 6 мин (54 ± 5) с.

9.4. Обработка результатов анализа

Содержание имазалила в пробе рассчитывают методом внешнего стандарта по формуле:

$$X = \frac{H \cdot A \cdot V}{H_{ст} \cdot m}, \text{ где}$$

X – массовая концентрация имазалила в пробе, мг/кг;

H – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мв · с);

$H_{ст}$ – высота (площадь) пика аналитического стандарта, мм (мв · с);

A – концентрация градуировочного раствора имазалила, мкг/см^3;

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

m – навеска аналитической пробы, г.

Содержание остаточных количеств имазалила в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2 параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор имазалила 2 мкг/см^3, разбавляют ацетоном.

10. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предел 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.

11. 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 0,02 мг/кг, где «*» – 0,02 мг/кг – предел обнаружения имазалила в зерне гороха).*

12. 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».

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

12.2. 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. 4) 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 к их устранению.

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

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости (R):

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

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

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

13. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Карпова Л. М. (ГНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений» Россельхозакадемии, Санкт-Петербург, Пушкин).

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

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

Подписано в печать 07.02.13

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,75

Тираж 200 экз. Заказ 11

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 (495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru