Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник методических указаний
по методам контроля
МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11;
4.1.2938—11**

Издание официальное

Москва • 2011

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11; 4.1.2938—11

ББК 51.21+51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в сельскохозяйственном сырье, пищевых продуктах и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—70 с.

ISBN 978—5—7508—1025—3

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 2.06.2011 № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 12 июля 2011 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

ISBN 978—5—7508—1025—3

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

Определение остаточных количеств прогексадиона-кальция в воде, почве, плодах и соке яблок методом методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2907—11 4

Определение остаточных количеств имидаклоприда в моркови, луке, горохе, зерне и соломе риса, зерне и масле сои, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2923—11 17

Определение остаточных количеств изопротурона и дифлюфеникана в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2924—11 30

Определение остаточных количеств фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2925—11 45

Определение остаточных количеств бифентрина в капусте, зерне гороха, сои и соевом масле методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2938—11 57

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
12 июля 2011 г.
Дата введения: с момента утверждения

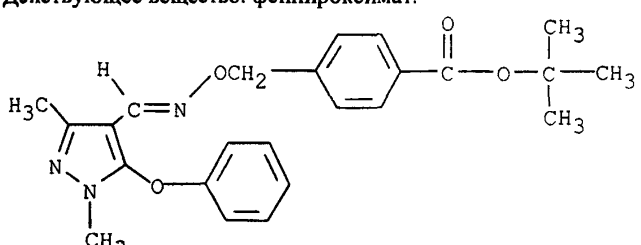
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2925—11

Настоящий документ устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Действующее вещество: фенпироксимат.



2-третбутил(E)-α-(1,3-диметил-5-феноксипиразол-4-илметиленамино-окси)-p-толуат (IUPAC)

Брутто формула: $C_{24}H_{27}N_3O_4$.

Молекулярная масса: 421,5.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления: 101,1—102,4 °С.

Давление пара 0,0075 мРа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода: K_{ow} lgP = = 5,01 (20 °С).

Растворимость в воде (мг/дм^3, 20 °С): 1,46 × 10^{-2}.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 25 °С) в метаноле – 15, ацетоне – 150, дихлорметане – 1 307, хлороформе – 1 197, тетрагидрофуране – 737.

Устойчив к воздействию кислот и щелочей. Возможными метаболитами фенпироксимата являются его Z-изомер и продукт деметилирования – деметилфенпироксимат.

Краткая токсикологическая характеристика (крысы): острая оральная токсичность LD_{50} – 480 мг/кг для самцов и 245 мг/кг для женских особей. При подкожном введении LD_{50} составляет более 2 000 мг/кг для животных мужского и женского пола. Ингаляционная токсичность LC_{50} составляет 0,33 мг/дм^3 для самцов и 0,36 мг/дм^3 для самок. Не раздражает кожу, но является слабым ирритантом для слизистой глаз (кролики). В длительных экспериментах канцерогенные, тератогенные и мутагенные свойства не обнаружены.

Область применения: ингибитор митохондриального электронного транспорта. Оказывает быстрое уничтожающее действие на личинок и взрослых особей клещей различных видов при контакте или заглатывании. Применяют при выращивании фруктов – яблок, цитрусовых, персиков, винограда и другого с нормой расхода 25—75 г/га.

В России для фенпироксимата установлены следующие *гигиенические нормативы*: ДСД – 0,005 мг/кг/сут.; ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м^3; ПДК в воде водоемов – 0,001 мг/дм^3; ОДК в почве – 0,3 мг/кг; МДУ в яблоках и винограде – 0,2 мг/кг.

1. Метрологическая характеристика метода

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, $\sigma_{R,л}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ±δ, %
Зеленая масса	0,01—0,05	7	9	11	22
	0,05—0,1	5	7	8	16
Зерно сои	0,01—0,05	7	9	11	22
	0,05—0,1	5	7	8	16
Масло сои	0,01—0,05	5	7	8	16
	0,05—0,1	3	4	5	10
* соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

Полнота извлечения фенпироксимата, 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, ± %
Зеленая масса	0,01	0,01—0,1	82,5	7,0	3,2
Зерно сои	0,01	0,01—0,1	87,6	4,9	2,3
Масло сои	0,01	0,01—0,1	92,0	8,6	4,0

2. Метод измерения

Методика основана на определении фенпироксимата методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем (масло) или смесью органического растворителя с водой (зерно и зеленая масса) и очистки экстракта методом последовательной твердофазной экстракции на патронах Диапак С16 и Силикагель 60.

Идентификация фенпироксимата 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 «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 100, 1 000 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$, вид климатического исполнения УХЛЧ.2	ГОСТ 50444
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—79
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Фенпироксимат с содержанием основного вещества 97,7 % (Nichon Nohyaka)	
Этилацетат, хч	ГОСТ 22300-76

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Бидистиллятор	
Баня ультразвуковая «Сапфир», УЗВ-1,3	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции (Waters, кат. № WAT 200677).	
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75

Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные, вместимостью 100, 250 $см^3$	ГОСТ 8613—75
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 14/23 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные на шлифах КШ 250 29/32 ТС	ГОСТ 25336—82Е
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Патроны Диапак С16 (БиоХимМак)	ТУ 4215-002-05451931—94
Патроны, заполненные силикагелем 60 (Merck), 0,5 г	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы BÜCHI, мод. R 205 (Швейцария)	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

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. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

5. Требования к квалификации операторов

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

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

• выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *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.

7.2.2. *Для приготовления подвижной фазы* смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 75 : 25 по объему, используя мерные цилиндры.

7.2.3. *Приготовление элюентов для твердофазной экстракции. Элюент 1.* В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ этилацетата и доводят объем до метки гексаном.

Элюент 2. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 40 $см^3$ этилацетата и доводят объем до метки гексаном. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. *Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$*: точную навеску фенпироксимата (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 0,75 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя подвижную фазу.

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

7.3.3. *Раствор № 2 с концентрацией 0,75 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят 7,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.3.5. *Раствор № 4 с концентрацией 0,2 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2,0 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

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

При изучении полноты определения фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы с концентрациями 1,0 и 10,0 мкг/см^3 готовят из основного раствора с концентрацией 0,5 мг/см^3 методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.4. Построение градуировочного графика

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

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

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

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

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

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации фенпироксимата в градуировочном растворе в мг/см^3,

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации фенпироксимата в градуировочном растворе в мг/см^3,

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

7.5. Подготовка патронов для твердофазной экстракции

Диапак С16: Непосредственно перед употреблением в патрон последовательно вносят 1 см^3 ацетона и 1 см^3 воды.

Патрон Силикагель 60: Непосредственно перед употреблением через патрон пропускают 2 см^3 гексана.

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 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Пробы зеленой массы хранят в морозильной камере при температуре –18 °С. Для длительного хранения зерно сои подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы зерна доводят до стандартной влажности и измельчают. Пробы масла хранят в холодильнике при 0—4 °С в закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Определение фенпироксимата в зерне и зеленой массе сои

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают (10,0 ± 0,1) г измельченных на лабораторной мельнице зерен или зеленой массы, прибавляют 10 см^3 воды и, спустя 2—3 мин, 40 см^3 ацетона. Экстрагируют на ультразвуковой бане в течение 10 мин. Массу фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» на воронке Бюхнера. Экстракцию повторяют, используя в качестве экстрагента 50 см^3 смеси ацетона и воды в соотношении 4 : 1. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток (около 20 см^3) фильтруют

через бумажный фильтр «красная лента» и пропускают через патрон Диапак С16, откондиционированный по п. 7.5. Фильтрат отбрасывают. Фенпироксимат элюируют 3,5 $см^3$ ацетона. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С, сухой остаток растворяют в 2,0 $см^3$ гексана и количественно переносят в патрон Силикагель 60, откондиционированный гексаном по п. 7.5. Фильтрат отбрасывают, патрон промывают двумя порциями по 2 $см^3$ гексана и двумя порциями по 4 $см^3$ элюента 1. Промывки отбрасывают. Фенпироксимат элюируют 3 $см^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.2. Определение фенпироксимата в масле сои

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (10 ± 0,1) г масла и растворяют в 50 $см^3$ гексана. Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и экстрагируют фенпироксимат трижды по 25 $см^3$ ацетонитрила, встряхивая каждый раз делительную воронку в течение 1—2 мин. После четкого разделения фаз отделяют нижний ацетонитрильный слой. Объединенный экстракт промывают в делительной воронке двумя порциями гексана по 20 $см^3$. Промывки отбрасывают. Ацетонитрильный раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ гексана и вносят в откондиционированный патрон Силикагель 60. Фильтрат отбрасывают, патрон промывают двумя порциями по 2 $см^3$ гексана и двумя порциями по 4 $см^3$ элюента 1. Промывки отбрасывают. Фенпироксимат элюируют 3 $см^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 75 : 25. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 260 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

Время удерживания фенпироксимата (4,5 ± 0,1) мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,1—1,0 мкг/см^3.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои (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 фенпироксимата на хроматограмме испытуемого образца, AU · с (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 фенпироксимата, приведенная в табл. 2, (%).

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор фенпироксимата с концентрацией 1,0 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1 и 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:

$(X \pm \Delta)$ *мг/кг* при вероятности $P = 0{,}95$, где

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 фенпироксимата в пробах зерна, зеленой массы и масла сои менее 0,01 мг/кг**

** – 0,01 мг/кг – предел обнаружения фенпироксимата в пробах зерна, зеленой массы и масла сои.*

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 внутри-лабораторный 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_K рассчитывают по формуле:

$$K_K = X' - X - C_\partial, \text{ где}$$

X', X, C_∂ – 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:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л.х'} + \Delta^2_{л.х}} \quad (1)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_K) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le K \quad (2)$$

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.

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):

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

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

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

14. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург).

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.677) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.10034).

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

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11; 4.1.2938—11

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

Подписано в печать 21.10.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,5

Тираж 200 экз. Заказ 133

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 952-50-89

gost.e-ecolog.ru