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

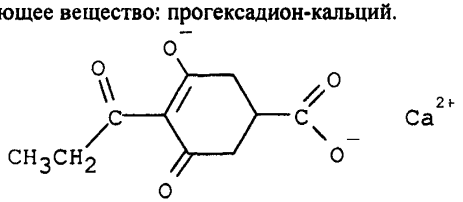
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств прогексадиона-кальция в воде, почве, плодах и соке яблок методом методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2907—11

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств прогексадиона-кальция в воде в диапазоне концентраций 0,001—0,01 мг/дм^3, в почве, в плодах и соке яблок в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Действующее вещество: прогексадион-кальций.



Кальций 3-оксидо-5-оксо-4-пропионилциклогекса-3-енкарбоксилат (IUPAC).

Молекулярная масса: 250,3.

Брутто формула: $C_{10}H_{10}CaO_5$.

Химически чистое вещество представляет собой мелкодисперсный белый порошок без запаха.

Температура плавления > 360 °С.

Давление пара 1,33 × 10^{-2} мПа (20 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} log P = –2,90.

Растворимость в воде (мг/дм^3, 20 °С): 174.

Растворимость в органических растворителях (мг/дм^3, 20 °С): метанол – 1,11; ацетон – 0,038.

Стабилен в водных растворах (DT_{50} составляет 5 дней при pH 5,0 и температуре 20 °С и 83 дня при pH 9,0). Устойчив к нагреванию до 200 °С и воздействию солнечного света; pKa 5,15.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность для крыс и мышей > 5 000 мг/кг. При подкожном введении крысам LD_{50} > 2 000 мг/кг. Оказывает слабое раздражающее действие на глаза, но не раздражает кожу (кролики). Ингаляционная токсичность для крыс LC_{50} составляет 4,21 мг на 1 л воздуха.

Область применения: регулятор роста растений. Используется в качестве средства от полегания мелкозерновых злаков. Также может быть использован как замедлитель роста дерна, земляных орехов и цветов или для ингибирования удлинения новых побегов фруктовых деревьев.

В России для прогексадиона-кальция гигиенические нормативы не установлены.

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, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, %
Вода	0,001—0,010	5	6	7	15
Почва	0,01—0,10	6	8	9	18
Яблоки	0,01—0,10	5	12	15	25
Яблочный сок	0,01—0,10	5	7	8	16
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг, мг/дм^3	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,001	0,001—0,01	89,9	4,61	2,17
Почва	0,01	0,01—0,1	93,6	7,85	3,69
Плоды яблок	0,01	0,01—0,1	88,95	9,03	4,24
Сок яблок	0,01	0,01—0,1	91,6	6,73	3,16

2. Метод измерения

Методика основана на определении прогексадиона-кальция по свободной кислоте прогексадиону методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его твердофазной экстракции из воды или жидкостной экстракции из твердых образцов и яблочного сока с последующей очисткой экстрактов на концентрирующих патронах, заполненных силикагелем.

Идентификация прогексадиона 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, снабженном 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 и 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 объемом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	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

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-019-44493179—98 с изм. 1, 2, 3
Натрий сернокислый безводный, ч, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Прогексадион с содержанием основного вещества 99,6 % (Reg. № 217602, Batch L73–10)	
Серная кислота, осч	ГОСТ 14262—78
Трифторуксусная кислота, ч	ТУ 6-09-3877—80

Допускается использование реактивов квалификации не ниже указанной.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Бидистиллятор	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции (Waters, кат. № WAT 200677)	
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Воронки делительные объемом 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505-5-63
Колбы плоскодонные на шлифах КШ 250 29/32 ТС	ГОСТ 25336—82
Колбы-концентраторы емкостью 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Патроны Диапак С16 (Биохиммак) 0,4 г	
Патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 мм) (Merck, Германия) 0,5 г	

Ротационный вакуумный испаритель фирмы
BŰCHI, мод. R 205
Стаканы химические объёмом 100, 200 и 500 $см^3$ ГОСТ 25336—82
Ультразвуковая баня «Сапфир»
Фильтры бумажные «красная лента» ТУ 6.091678—86

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

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. *Приготовление 0,05 %-го раствора трифторуксусной кислоты:* в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 200 $см^3$ воды для ВЭЖХ, прибавляют 0,5 $см^3$ трифторуксусной кислоты и доводят объем до метки водой для ВЭЖХ.

7.2.2. *Приготовление подвижной фазы:* в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 250 $см^3$ ацетонитрила и доводят объем до метки раствором 0,05 % трифторуксусной кислоты.

7.2.3. *Приготовление 1 М раствора серной кислоты:* в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 900 $см^3$ воды прибавляют 56,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, осторожно перемешивают и доводят объем до метки водой.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. *Основной раствор с концентрацией 0,1 мг/$см^3$*: точную навеску прогексадиона (10 ± 0,1) 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 по объему, используя раствор подвижной фазы.

7.3.2. *Раствор № 1 с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$*: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 1 $см^3$ 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 5,0 $см^3$ 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/см³*: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты определения для внесения в матрицу используют ацетонитрильные растворы прогексадиона с концентрациями 1,0 и 10,0 мкг/см³, которые готовят из основного стандартного раствора (п. 7.3.1) с концентрацией 0,1 мг/см³ методом последовательного разбавления ацетонитрилом.

7.2. Приготовление элюента для твердофазной экстракции

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1 см³ трифторуксусной кислоты и доводят объем до метки метанолом.

7.3. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация прогексадиона в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм³ градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации прогексадиона 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 прогексадиона в градуировочном растворе;

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

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

7.4. Подготовка патронов для твердофазной экстракции

7.4.1. *Подготовка патронов Диапак С16.* Непосредственно перед употреблением через патрон последовательно пропускают по 2 см^3 ацетонитрила и воды.

7.4.2. *Подготовка патронов, заполненных силикагелем.* Непосредственно перед употреблением через патрон пропускают 2,5 см^3 дихлорметана.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 29168—89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб». Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями 1 мм.

Отбор проб яблок производится в соответствии с ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки». Пробы яблок хранят в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение 10 месяцев. Перед анализом пробы яблок гомогенизируют. Пробы яблочного сока хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца, в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметичной упаковке в течение недели.

9. Проведение определения

9.1. Определение прогексадиона в воде

К 50 см^3 воды прибавляют 25 мм^3 трифторуксусной кислоты и пропускают через патрон Диапак С16. Фильтрат отбрасывают. Прогексадион элюируют 3 см^3 ацетонитрила. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 подвижной фазы. Вводят в хроматограф 10 мм^3 полученного раствора.

9.2. Определение прогексадиона в яблочном соке

К (20 ± 0,1) г сока прибавляют 10 мм^3 трифторуксусной кислоты и 30 см^3 воды. Полученный раствор фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр («красная лента»). Фильтрат помещают в делительную воронку на 250 см^3 и промывают дважды порциями по 25 см^3 гексана, встряхивая воронку каждый раз в течение 1—2 мин. Верхний органический слой отбрасывают. Прогексадион экстрагируют тремя порциями по 25 см^3 дихлорметана, встряхивая воронку каждый раз по 2 мин и собирая нижний органический слой. Объединенный экстракт фильтруют через слой безводного натрия сернокислого в колбу-концентратор и упаривают до объема 2 см^3 на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Остаток количественно переносят в откондиционированный патрон, заполненный силикагелем. Фильтрат отбрасывают. Патрон промывают 2 см^3 смеси метанол–метилен хлористый в соотношении 50 : 50. Прогексадион элюируют 2 см^3 1 %-го раствора трифторуксусной кислоты в метаноле, приготовленного по п. 7.4. Элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф.

9.3. Определение прогексадиона в почве и плодах яблок

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают (10 ± 0,1) г образца и экстрагируют 50 см^3 смеси метанола с 1М серной кислотой в соотношении 9 : 1 в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления метанола. Объем водного остатка доводят до 50 см^3. Дальнейшую обработку проводят по п. 9.2, начиная с процедуры промывки пробы в делительной воронке двумя порциями гексана по 25 см^3. Сухой остаток, полученный на последней стадии растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф.

9.4. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный 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 0,05 % трифторуксусной кислоты в соотношении 25 : 75.

Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 270 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

Время удерживания прогексадиона (4,4 ± 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 прогексадиона–кальция в воде (мг/$дм^3$), почве, плодах и соке яблок X (мг/кг) вычисляют по формуле:

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

S_x – площадь пика прогексадиона на хроматограмме испытуемого образца, (AU · с);

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

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

P – навеска (объем воды) анализируемого образца, г ($см^3$);

f – полнота извлечения прогексадиона, приведенная в табл. 2, %;

F – фактор пересчета содержания прогексадиона в его кальциевую соль (250,3/212,2 = 1,1795).

Содержание остаточных количеств прогексадиона–кальция в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор прогексадиона 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 (мг/$дм^3$);

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:

$(X \pm \Delta)$ при вероятности $P = 0,95$, где

X – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг (мг/дм^3);

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг (мг/дм^3)

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

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: содержание прогексадиона-кальция в пробе воды менее 0,001 мг/дм^3, почве, плодах и соке яблок – 0,01 мг/кг, где*

** 0,001 мг/дм^3 и 0,01 мг/кг – предел обнаружения прогексадиона-кальция в воде и почве, плодах, соке яблок, соответственно).*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л.х}$ ($\pm \Delta_{л.х'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компоне нта в образце с добавкой, соответственно), мг/кг (мг/дм^3); при этом

$$\Delta_л = \pm 0,84 \cdot \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг (мг/дм^3):

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг (мг/дм^3).

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) 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 (мг/дм^3);

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 Россельхоз-академии, Санкт-Петербург).

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.694) и внесена в Федеральный реестр МВИ (ФР.1.31.2011.09109).

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