Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник
МУК 4.1.2859—4.1.2866—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 пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник
МУК 4.1.2859—4.1.2866—11

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—115 с.

ISBN 978—5—7508—1012—3

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (В. А. Калинин, профессор, канд. с-х. наук., Е. В. Довгилевич, ст. н. сотр., канд. биол. наук, А. В. Довгилевич, ст. н. сотр., канд. хим. наук, Н. В. Устименко, ст. н. сотр., канд. биол. наук, Е. Н. Щербинкина, инженер).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28 12.2010 № 3).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 31 марта 2011 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1012—3

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

Содержание

Определение остаточных количеств Фенпироксимата в яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2859—11 4

Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодах томата, томатном соке, ягодах винограда и виноградном соке методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2860—11 19

Определение остаточных количеств Цимоксанила в томатном соке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2861—11 35

Методика измерений остаточных количеств гимексазола в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2862—11 51

Определение остаточных количеств Пропизахлора в воде, почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника, рапса и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2863—11 64

Методика измерений остаточных количеств Тиабендазола в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2864—11 77

Определение остаточных количеств Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2865—11 89

Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодовых (косточковых) культурах, перце, огурцах, томатах, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2866—11 100

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений остаточных количеств Тиабендазола в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2864—11

Общие положения и область применения

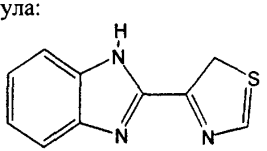
Свидетельство об аттестации методики от 23.11.2010 № 01.5.04.693.

Настоящие методические указания устанавливают метод измерения массовой концентрации Тиабендазола в семенах и масле рапса в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество: Тиабендазол.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(1,3-тиазол-4-ил) бензимидазол.

2-(4-тиазолил)-1Н-бензимидазол (С.А.).

Эмпирическая формула: $C_{10}H_7N_3S$.

Молекулярная масса: 201,3.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления: 297—298 °С. Давление паров при 25 °С: $4{,}6\times10^{-4}$мПа. Коэффициент распределения н-октанол-вода: K_{ow} log P = 2,39 (pH 7).

Растворимость (г/л) при 20 °С: н-гептан – < 0,01, ксилол – 0,13, ацетон – 2,43, 1,2-дихлорэтан – 0,81, метанол – 8,28, этилацетат – 1,49, н-октанол – 3,91, вода – 10,0 (pH 2), 0,16 (pH 4), 0,03 (pH 7–10). Устойчив к гидролизу. Водный фотолиз (20 °С, pH 5, DT_{50} 29 ч); pKa_1 = 4,73; pKa_2 = 12,00.

Краткая токсикологическая характеристика: Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для мышей – 3 600 мг/кг, крыс – 3 100 мг/кг, кроликов – 3 800 мг/кг, птиц – более 2 250 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов – более 2 000 мг/кг, не ирритант; ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 0,5 мг/кг. Не токсичен для пчел. CK_{50} для рыб 0,55 мг/л при экспозиции 96 ч. Класс токсичности по ВОЗ – III.

Область применения: Тиабендазол – системный фунгицид защитного и лечебного действия. Тиабендазол образует защитный слой на обработанной поверхности, используется на овощных, плодовых и зерновых культурах. Не совместим с купратами и окисляющими агентами, такими как хлораты и нитраты.

Гигиенические нормативы для Тиабендазола в семенах и масле рапса в России не установлены.

2. Методика определения Тиабендазола в семенах и масле рапса методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении Тиабендазола методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой на колонке с силикагелем.

2.1.2. 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

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), $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± δ, %
Семена рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	5	12	14	24
Масло рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	6	7	8	16
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.				

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Семена рапса	0,01	0,01—0,1	89,4	2,7	5,3
Масло рапса	0,01	0,01—0,1	89,8	1,1	2,3

2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения Тиабендазола достигается сочетанием условий подготовки проб и хроматографического анализа.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ, сорт 1 или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Изопропиловый спирт	ТУ 2632-015-11291058—95
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор	ГОСТ 6552—80
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий двууглекислый	ГОСТ 83—79
Натрий сернокислый безводный, ч, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил: 0,005 М раствор H_3PO_4 (40 : 60, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0,040—0,063 mm) («Merck», Германия)	
Стекловата	
Тиабендазол, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,8 % (Cheminova)	
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – ацетон (80 : 20, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – ацетон (15 : 85, по объему)	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный

Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4,6) мм, 3 мкм (Waters, USA) или аналогичная

Ванна ультразвуковая УЗВ-1,3, или аналогичная	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15–98
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Мельница лабораторная зерновая ЛМ3	ТУ 1-01-0593—79
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Ротационный испаритель вакуумный Buchi R-205 или аналогичный	
Бидистиллятор	
pH-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-250 и 500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные на 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 22292—74
Колонки стеклянные (25 × 1) см	

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками не ниже указанных.

2.4. Отбор проб

Отбор проб семян рапса производится в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 2 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы проверяют чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 $см^3$ растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объёма 1,0 $см^3$ и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Spherisorb Phenyl) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 0,005 М раствора ортофосфорной кислоты 0,5 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 800 мл н-гексана и 200 мл ацетона. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 150 мл н-гексана и 850 мл ацетона.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску Тиабендазола (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 1,0 мг/$см^3$).

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 и 2,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы [смесь ацетонитрил – 0,005 М H_3PO_4 (40 : 60, по объему)]. Стандартный и градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца.

Для внесения в контрольный образец при определении полноты извлечения используют стандартный раствор, разбавленный ацетонитрилом до нужного уровня концентраций методом последовательного разбавления. Растворы для внесения в масло готовят из стандартного раствора с концентрацией 0,5 мг/$см^3$ методом последовательного разбавления по объему изопропиловым спиртом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация Тиабендазола в растворе) в хроматограф вводят по 20 $мм^3$ 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 от концентрации Тиабендазола в градуировочном растворе (мкг/$см^3$).

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

$$\frac{|K_{контр} - K|}{K} \cdot 100 \le \lambda_{контр}$$, где

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

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см^3 смеси гексан–ацетон (80 : 20, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 см^3 элюента № 2 и 30 см^3 элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения Тиабендазола на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,1 см^3 стандартного раствора Тиабендазола с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40 °С), остаток растворяют в 5 см^3 элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см^3 элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см^3 элюента № 1, которые отбрасывают, затем 100 см^3 элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3) и анализируют на содержание Тиабендазола (п. 2.6.3).

Фракции, содержащие Тиабендазол, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3). Рассчитывают содержание Тиабендазола в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания Тиабендазола и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

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

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение Тиабендазола из проб семян и масла рапса

Навеску измельченных семян массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и экстрагируют Тиабендазол 40 $см^3$ ацетонитрила на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды порциями по 30 $см^3$.

Навеску масла массой 20 г помещают в делительную воронку емкостью 250 $см^3$ и экстрагируют Тиабендазол трижды ацетонитрилом порциями по 30 $см^3$, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний органический слой.

Объединенные экстракты семян или масла промывают гексаном в делительных воронках дважды по 25 $см^3$, встряхивая смесь каждый раз в течение 1—2 мин и собирая нижний органический слой.

После этого экстракты выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстрактов проводят на колонке с силикагелем по п. 2.6.2.

Внимание! Отделение ацетонитрильного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

2.6.2. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.1 экстрактов растительных материалов, количественно переносят двумя порциями смеси гексан–ацетон (80 : 20, по объему) по 5 $см^3$ каждая в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5). Промывают колонку 50 $см^3$ элюента № 1, который отбрасывают. Тиабендазол элюируют 80 $см^3$ элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 $см^3$. Раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 $мм^3$ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2 487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4.6) мм, 3 мкм (Waters, USA).

Температура колонки 30 ± 1 °С.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил: 0,005 М раствор H_3PO_4 (40 : 60, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 300 нм.

Объем вводимой пробы 20 мм^3.

Линейный диапазон детектирования 0,1—2,00 мкг/мл.

2.6.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание Тиабендазола в образцах семян или масла (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \times C \times V}{S_1 \times P}, \text{ где}$$

S_1 – площадь пика Тиабендазола в стандартном растворе, мм^2 (мв · сек);

S_2 – площадь пика Тиабендазола в анализируемой пробе, мм^2 (мв · сек);

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация стандартного раствора Тиабендазола, мкг/см^3;

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Тиабендазола 2 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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.

4. 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;

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

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 0,01 мг/кг*, где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения Тиабендазола в рапсе).

5. 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».

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

5.2. 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:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг: где

$$\Delta = \delta \cdot X / 100,\ где$$

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_д,\ где$$

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 К рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|К_к| \le К, \qquad (2)$$

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.

5.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

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

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

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

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

6. Требования безопасности

6.1. При работе необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 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 1.2.2701—10 и ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

7. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 5.

8. Разработчики

Цибульская И. А., Черменская Т. Д., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург).

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.686) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.09107).

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

Сборник
МУК 4.1.2859—4.1.2866—11

Редактор Е. В. Николаева
Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 15.07 11

Формат 60x88/16 Печ. л. 7,25
Тираж 200 экз. Заказ 93

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