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

Определение остаточных количеств Пропизахлора в воде, почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника, рапса и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2863—11

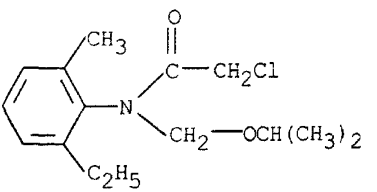
Общие положения и область применения

Свидетельство об аттестации методики от 25.06.2010 № 01 5.04.685.

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств Пропизахлора в воде в диапазоне концентраций 0,002—0,02 мг/кг, в почве, зеленой массе и зерне кукурузы, семенах подсолнечника и рапса в диапазоне концентраций 0,025—0,25 мг/кг, в растительном масле 0,05—0,5 мг/кг.

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество: Пропизахлор.
Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-хлор-6′-этил-N-изопропоксиметилацето-о-толуидин.

Эмпирическая формула: $C_{15}H_{22}ClNO_2$.

Молекулярная масса: 283,8.

Химически чистое вещество: маслянистая жидкость от светло-коричневого до пурпурного цвета с характерным запахом.

Температура плавления: 21,6 °С.

Давление пара при 20 °С: 4 мПа.

K_{OW}logP = 3,50 (20 °С).

Растворимость в воде 184 мг/дм^3. Растворим в большинстве органических растворителей. Гидролитически стабилен. Через 5 дней хранения при 50 °С (pH 4, 7, 9) степень разложения составляет менее 10 %.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность LD_{50} для крыс 3 433 мг/кг (мужские особи) и 2 088 мг/кг (женские особи). Дермальная токсичность LD_{50} превышает 2 000 мг/кг, а ингаляционная LC_{50}—5 000 мг/м^3 для животных обоих полов (крысы).

Область применения: Пропизахлор – селективный гербицид для регулирования роста однолетних трав и некоторых широколистных сорняков на почвах кукурузы, подсолнечника, сои, картофеля и гороха.

Механизм действия заключается в ингибировании деления клеток посредством блокирования белкового синтеза при адсорбции гербицида на корнях прорастающих растений.

Гигиенические нормативы для Пропизахлора в России не установлены.

2. Методика определения Пропизахлора в воде, почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника, рапса и растительном масле методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Область применения и принцип метода

Настоящие методические указания устанавливают метод определения остаточных количеств Пропизахлора в воде водоемов в диапазоне концентраций 0,002—0,01 мг/кг, в почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника и рапса в диапазоне концентраций 0,025—0,25 мг/кг и в растительном масле – 0,05—0,5 мг/кг.

Методика основана на определении Пропизахлора методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов водным ацетоном или ацетонитрилом с последующей очисткой на концентрирующих патронах.

2.1.2. Метрологические характеристики

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

Диапазон измерений, массовая концентрация	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), ± δ, %
1	2	3	4	5
Вода, мг/дм³				
от 0,002 до 0,01 вкл.	5	6	7	15
св. 0,01 до 0,02 вкл.	4	5	6	13
Почва, мг/кг				
от 0,025 до 0,1 вкл.	6	7	8	16
св. 0,1 до 0,25 вкл.	5	6	7	15
Зерно кукурузы, мг/кг				
от 0,025 до 0,1 вкл.	4	4	5	10
св. 0,1 до 0,25 вкл.	3	3	4	8
Семена подсолнечника, мг/кг				
от 0,025 до 0,1 вкл.	5	7	8	15
св. 0,1 до 0,25 вкл.	3	4	5	9
Семена рапса, мг/кг				
от 0,025 до 0,1 вкл.	6	8	9	18
св. 0,1 до 0,25 вкл.	3	4	5	10
Зеленая масса (кукурузы, рапса), мг/кг				
от 0,025 до 0,1 вкл.	5	7	8	16
св. 0,1 до 0,25 вкл.	3	3	4	8
Растительное масло, мг/кг				
от 0,05 до 0,1 вкл.	5	7	8	16
св. 0,1 до 0,5 вкл.	3	3	4	8

* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) 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

Полнота извлечения Пропизахлора, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для n = 20, P = 0.95

Анализируемый объект	Предел обнаружения	Диапазон определяемых концентраций	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода, мг/дм^3	0,002	0,002—0,02	93,75	4,5	9,0
Почва, мг/кг	0,025	0,025—0,25	83,8	4,9	9,8
Зерно кукурузы, мг/кг	0,025	0,025—0,25	87,3	4,4	8,8
Семена подсолнечника, мг/кг	0,025	0,025—0,25	85,4	4,8	9,4
Семена рапса, мг/кг	0,025	0,025—0,25	83,0	4,3	8,4
Зеленая масса кукурузы, мг/кг	0,025	0,025—0,25	85,6	4,7	9,2
Растительное масло, мг/кг	0,05	0,05—0,5	80,5	4,3	8,4

2.1.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-200нм», сорт 5 или хч ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента» ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная ГОСТ 6709—79
Пропизахлор, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,4 % (HPLC) Riedel-de Haën
Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор ГОСТ 6552—80
н-Гексан, хч, свежеперегнанный ТУ 2631-003-05807999–98

Диэтиловый эфир, чда, (Вектон)	ТУ 2600-001-43852015–02
Калия гидроксид, чда (Lachema/Chemapol)	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: 1) смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 53 : 47; 2) смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 60 : 40	
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 mm), фирма «Merck»	
Концентрирующие патроны Диапак С16 (0,4 г), фирма «БиоХимМак»	

Допускается использование реактивов и материалов с характеристиками не хуже указанных.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки или «Breeze» фирмы «Waters» или аналогичный	
Аналитические колонки: 1—ACQUITY UPLC BEH Phenyl (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters); 2—ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Баня ультразвуковая «Серьга», или аналогичная	ТУ 3.836.008
Весы аналитические ВЛА-200, или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Воронка Бюхнера,	ГОСТ 0147
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМ3,	ТУ 1-01-0593—79
Насос водоструйный,	ГОСТ 10696—75
Центрифуга ОПн-8УХЛ4.2,	ТУ 5.375-4261—76
Бидистиллятор	
Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090
РН-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72

Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Цилиндры мерные на 100, 250 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
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$	

Допускается использование средств измерения и вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

2.4. Отбор и хранение проб

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.

Зеленую массу замораживают при температуре –18 °С и хранят в морозильной камере в полиэтиленовой упаковке в течение года.

Отбор проб семян подсолнечника и 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 6 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители при необходимости перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2 %-м раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 $дм^3$ ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом

фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Диэтиловый эфир перед употреблением высушивают над едким кали.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа аналитические колонки кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1 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.

2.5.3.1. *Приготовление стандартного и градуировочных растворов.*

Точную навеску Пропизахлора (50 мг) помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$). Градуировочные растворы с концентрациями 2,5, 5,0, 10,0, 20,0 и 25,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя подвижную фазу.

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике в силанизированном или тефлоновом флаконе при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы используют в течение рабочего дня.

При изучении полноты извлечения Пропизахлора используют ацетонитрильные растворы вещества.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация Пропизахлора 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 Пропизахлора в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (К) 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 Пропизахлора в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации Пропизахлора в градуировочном раствор;

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

2.5.5. Подготовка приборов и средств измерения

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

2.5.6. Подготовка концентрирующих патронов для очистки экстракта

2.5.6.1. Кондиционирование патронов, заполненных гексадецилсиликагелем, – Диапак С16 (0,4 г), осуществляют, пропуская через патрон последовательно по 1 см^3 ацетонитрила и воды. Элюат отбрасывают.

2.5.6.2. Кондиционирование патронов, заполненных силикагелем 60 (0,5 г), осуществляют пропусканием 2,5 см^3 гексана.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение Пропизахлора в пробах воды

Аликвоту предварительно отфильтрованной воды (50 см^3) пропускают через откондиционированный патрон Диапак С16 (0,4 г). Фильтрат отбрасывают. Пропизахлор элюируют 5 см^3 ацетонитрила. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,4 см^3 подвижной фазы. 10 мм^3 вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.2. Определение Пропизахлора в пробах почвы

Образец просеянной через сито почвы массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 с притертой пробкой, прибавля-

ют 5 см^3 воды и 35 см^3 ацетона и экстрагируют в УЗ-бане в течение 15 мин. Суспензию фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера (фильтр «красная лента»), осадок на фильтре промывают 5 см^3 ацетона. Экстракцию повторяют и объединенные фильтраты упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток пропускают через два соединенных последовательно и откондиционированных патрона Диапак С16, промывают двумя порциями воды по 2 см^3. Фильтрат и промывки отбрасывают. Пропизахлор элюируют 4 см^3 ацетонитрила. Элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 полученного раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Определение Пропизахлора в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и рапса, зеленой массе рапса и кукурузы

Навеску размолотых на лабораторной мельнице семян или измельченной зеленой массы (20 г) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 50 см^3 80 % водного ацетона* и экстрагируют в УЗ-бане в течение 15 мин при температуре 30 °С. Экстракцию повторяют еще два раза. Экстракт упаривают на ротационном испарителе до полного удаления ацетона при температуре водяной бани 40 °С. Водный остаток фильтруют через бумажный фильтр и пропускают через два соединенных последовательно и откондиционированных патрона Диапак С16. Фильтрат и промывки отбрасывают. Пропизахлор элюируют 4 см^3 ацетонитрила. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 гексана и количественно вносят в откондиционированный патрон с силикагелем 60. Патрон промывают дважды 2,5 см^3 гексана. Фильтрат и промывки отбрасывают. Пропизахлор элюируют 3 см^3 смеси гексан–эфир в соотношении 7 : 3. Элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 образца вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.4. Определение Пропизахлора в растительном масле

К 5 г масла прибавляют 40 см^3 ацетонитрила и экстрагируют в УЗ-бане в течение 15 мин при 30 °С. Экстракцию повторяют с двумя свежими порциями ацетонитрила по 40 см^3. Объединенный экстракт центрифугируют в течение 10 мин при скорости 8 000 об/мин. Супернатант промывают тремя порциями гексана по 20 см^3. Гексановые промывки отбрасы-

* При определении Пропизахлора в зеленой массе прибавляют 50 см^3 ацетона, не содержащего воды.

вают. Ацетонитрильный раствор упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 гексана и далее пробу чистят на патроне с силикагелем 60 так, как это описано в п. 2.6.1. После очистки сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 образца вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.5. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Для анализа проб масла, зеленой массы и семян подсолнечника используют колонку 1. Пробы рапса и зерна кукурузы анализируют на колонке 2. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 53 : 47 (колонка 1) и 60 : 40 (колонка 2). Скорость потока элюента 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 220 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3. Время удерживания Пропизахлора на колонках 1 и 2 составляет 5,1 ± 0,2 мин.

3. Обработка результатов анализа

Содержание Пропизахлора в воде, почве, зерне кукурузы, семенах подсолнечника и рапса, зеленой массе, растительном масле (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

S_1 – площадь пика Пропизахлора в стандартном растворе (мВ·сек);

S_2 – площадь пика Пропизахлора в анализируемой пробе (мВ·сек);

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация стандартного раствора Пропизахлора, мкг/см^3.

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

4. 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.

5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$\overline{X}$ – 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 0,025 мг/кг*, где * – 0,025 мг/кг – предел обнаружения Пропизахлора в почве).

6. 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».

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

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

Величина добавки C_{∂} должна удовлетворять условию:

$$C_{\partial} = \Delta_{л,X} + \Delta_{л,X'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{л,X}$ ($\pm \Delta_{л,X'}$) – 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:

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_{\delta}, \text{ где}$$

X', X, C_{δ} – 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.

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

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

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

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

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

7. Требования безопасности

7.1. При проведении работы 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.

7.2. 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».

8. 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. 6.

9. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г.

ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, г. Санкт-Петербург.

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.693 от 23.11.2010).

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