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 Гимексазола в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии

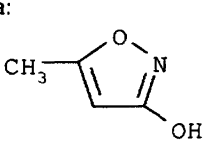
Методические указания
МУК 4.1.2862—11

Общие положения и область применения

Свидетельство об аттестации методики от 23.11.2010 № 01.5.04.692.

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в семенах рапса массовой концентрации Гимексазола в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг и в масле рапса в диапазоне 0,02—0,2 мг/кг.

Структурная формула:



Название действующего вещества по номенклатуре ICO: Гимексазол.

Название по ИЮПАК: 5-метилизоксазол-3-ол.

Эмпирическая формула: $C_4H_5NO_2$.

Молекулярная масса: 99,08.

Химически чистое вещество: бесцветные игольчатые кристаллы с температурой плавления 86—87 °С и давлением паров 182 мПа. pK_a 5.92 (20 °С).

Растворимость при 20 °С (г/л): в воде – 58.2 (pH 3), 67,8 (pH 9), в гексане – 12,2, в метаноле – 968, ацетоне – 730, дихлорметане – 602, этилацетате – 437, толуоле – 176, диэтиловом эфире – 300 г/л.

В обычных условиях Гимексазол стабилен в щелочной среде и относительно стабилен в кислой среде. В растениях деградирует до О- и N-гликозидов, в почве превращается в 5-метил-2-(3Р)-оксазолон с периодом полураспада 2—25 дней.

Краткая токсикологическая характеристика: LD_{50} для крыс 3 903—4 678 мг/кг, острая дермальная токсичность для крыс более 10 000 мг/кг. Не обладает мутагенной, канцерогенной и тератогенной активностью.

Область применения: Гимексазол – системный фунгицид, подавляющий возбудителей заболеваний растений, инфекционное начало которых находится в почве и на семенах.

Гигиенические нормативы: ПДК в воде водоемов – 0,002 мг/дм^3, ПДК в почве – 0,03 мг/кг, в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м^3. МДУ в семенах и масле рапса не установлен.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности Р = 0,95 не превышает значений (табл. 1) для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $\sigma_{R_л}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности Р = 0,95), ± δ, %
Семена рапса от 0,01 до 0,1 вкл.	6	11	12	22
Масло рапса от 0,01 до 0,2 вкл.	5	8	9	17
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.				

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для Гимексазола (n = 20, P = 0,95)

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Семена рапса	0,01	0,01—0,1	86,7	5,2	7,8
Масло рапса.	0,02	0,02—0,2	82,4	5,3	8,3

2. Метод измерения

Метод основан на определении Гимексазола методом газожидкостной хроматографии с термоионным детектором после его экстракции из проб органическим растворителем и очистке экстракта путем перераспределения между водной и органической фазами и дериватизации с помощью диэтилхлортиофосфата. Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерения

Газовый хроматограф с термоионным детектором и стеклянной хроматографической колонкой длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм с неподвижной фазой OV-17 (5 %) на хроматоне N-супер (0,125—0,160 мм).

Весы аналитические типа ВЛА-200 ГОСТ 24104—2001

Весы лабораторные типа ВЛКТ-500 ГОСТ 24104—2001

Колбы мерные со шлифом объемом 25, 50, 100 $см^3$ ГОСТ 23932—90

Микрошприц МШ-10 ТУ 2-833-106

Микрошприц на 50 $мм^3$, Hamilton

Пипетки градуированные объемом 1, 2, 5 и 10 $см^3$ ГОСТ 29227—91

Пробирки мерные со шлифом объемом 5,0 $см^3$ ГОСТ 23932—90

Цилиндры мерные объемом 25 и 250 $см^3$ ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Гимексазола с содержанием основного компонета 98,4 %	
Азот газообразный высокой чистоты	ТУ 301-07-25—89
Ацетон, осч	ТУ 2633-004-11291058–94
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
н-Гексан, ч., свежеперегнанный	ТУ6-09-3375—78
Диэтилхлортиофосфат, 97 %, Aldrich Chemical Co., Inc.; 0,4 % раствор в ацетоне	
Калий углекислый, хч, 25 %-й водный раствор	ГОСТ 4221—76
Натрий двууглекислый, чда	ГОСТ 4201—79
Натрий сернокислый безводный, чда свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Полиэтиленгликоль 400, Merck	
Соляная кислота, ч, 2N водный раствор	ГОСТ 3118—77
Эфир диэтиловый, чда	ТУ 2600-001-43852015–05

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства, посуда и материалы

Ванна ультразвуковая УЗВ/100 ТН	
Водяная баня	ТУ 46-22-603—75
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336
Воронки делительные объемом 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Индикаторная бумага универсальная	ТУ 6-09-1181—76
Колбы-концентраторы объемом 300 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные объемом 250 и 300 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Ротационный вакуумный испаритель Büchi R-200/205 (Швейцария)	

Стаканы химические объемом 100, 200 и 500 см^3	ГОСТ 25336—82
Установка для упаривания растворителей в токе азота	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Электроплитка	ГОСТ 14919—83

Допускается использование другого вспомогательного оборудования, посуды и материалов с техническими характеристиками не ниже указанных.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать правила 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 газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности (ГОСТ 12.1.004) и иметь средства пожаротушения (ГОСТ 12.4.009). Содержание вредных веществ в воздухе лабораторного помещения 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».

5. Требования к квалификации операторов

Измерения может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации газового хроматографа, освоивший данный метод и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерения

При выполнении измерения выполняют следующие условия:

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

• выполнение измерения на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Отбор проб и хранение

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» от 21.08.1979 № 2051-79, а также в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приёмки и методы отбора проб».

Для исследовательских целей допускается получение в лаборатории масла из проб измельчённых семян методом экстракции органическим растворителем при температуре не выше 40 °С. Пробы масла хранят в холодильнике при 4 °С в закрытой стеклянной таре не более 30 суток.

8. Подготовка к определению

8.1. Кондиционирование колонки

Хроматографическую колонку устанавливают в газовый хроматограф и перед анализом кондиционируют при температуре 280 °С до установления нулевой линии.

8.2. Подготовка и очистка 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.

8.3. Приготовление растворов

8.3.1. Приготовление 2N раствора соляной кислоты

В мерную колбу объемом 1 $дм^3$ с 200—300 $см^3$ дистиллированной воды вносят 164 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

8.3.2. Приготовление 0,4 %-го раствора диэтилхлортиофосфата

В мерную колбу объемом 100 см^3 помещают 0,4 г диэтилхлортиофосфата, растворяют в 20—30 см^3 ацетона, перемешивают и доводят до метки ацетоном.

8.3.3. Приготовление 25 % раствора углекислого калия

В мерную колбу объемом 100 см^3 вносят 25 г углекислого калия и растворяют в 50—70 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.4. Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Основной раствор гимексазола с содержанием 1 мг/см^3 готовят растворением в ацетоне 50 мг аналитического стандарта Гимексазола в мерной колбе объемом 50 см^3. Методом последовательного разбавления готовят раствор в ацетоне с концентрацией 10 мкг/см^3.

Для построения градуировочного графика 1 см^3 стандартного раствора с концентрацией 10 мкг/см^{3}отбирают в мерную пробирку объемом 5 см^3 с притертой пробкой, добавляют 50 мм^3 25 %-го водного раствора углекислого калия, 2 см^3 0,4 %-го раствора диэтилхлортиофосфата в ацетоне, 1 см^3 ацетона. Пробирку плотно закрывают пробкой и выдерживают в течение 30 мин на водяной бане при 45 °С*).

*) **Внимание**: вещество очень летуче – следить за герметичностью посуды.

По окончании дериватизации пробирку охлаждают до комнатной температуры. Из полученного раствора деривата методом последовательного разбавления готовят градуировочные растворы с концентрациями 0,25, 0,1, 0,05 и 0,025 мкг/ см^3.

8.4. Построение градуировочного графика

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

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографи-

ческой 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 Гимексазола в градуировочном растворе.

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации Гимексазола в градуировочном растворе.

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

9. Проведение определения

9.1. Определение Гимексазола в семенах рапса

Аналитическую пробу измельченных семян рапса массой (10 ± 0,1) г помещают в коническую колбу с притертой пробкой объемом 250 см^3, добавляют 20 см^3 дистиллированной воды, помещают на 10 мин в ультразвуковую ванну и затем выдерживают 2 ч при комнатной температуре для набухания семян. После выдержки в колбу добавляют 80 см^3 ацетона и экстрагируют Гимексазол в течение 10 мин в ультразвуковой ванне. Экстракт фильтруют на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса через двойной бумажный фильтр «красная лента». Осадок на фильтре возвращают в колбу и экстракцию повторяют 50 см^3 смеси ацетон–вода (*80 : 20, по объему*). Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, обмывая колбу 20 см^3 ацетона. Объединенный фильтрат трижды промывают гексаном порциями по 15—20 см^3, воронку встряхивают в течение 2 мин и после разделения гексановый слой отбрасывают. Водно-ацетоновый экстракт переносят в колбу-концентратор объемом 300 см^3, добавляют 0,5 см^3 25 %-го водного раствора углекислого калия и удаляют ацетон при температуре не выше 30 °С на роторном испарителе.

Полученный после упаривания водный остаток переносят в делительную воронку объемом 250 см^3, обмывая колбу-концентратор двумя порциями воды по 30 см^3. К объединенному водному остатку добавляют 1 г двууглекислого натрия, 7 г хлористого натрия и промывают дважды порциями 50 см^3 дихлорметана и дважды 50 см^3 диэтилового эфира. Органические слои отбрасывают. Водной остаток подкисляют 2N раство-

ром соляной кислоты до pH 2—3 и экстрагируют Гимексазол дважды порциями 50 $см^3$ диэтилового эфира. Объединенный диэтиловый экстракт пропускают через 50 г безводного сульфата натрия в концентратор объемом 300 $см^3$. В концентратор добавляют 1 $см^3$ раствора полиэтиленгликоля в ацетоне и упаривают при температуре не выше 30 °С до объема 0,5—1 $см^3$. Остатки диэтилового эфира удаляют при комнатной температуре в токе азота.

Остаток из концентратора переносят в мерную пробирку с притертой пробкой объемом 5 $см^3$, обмывая концентратор трижды порциями ацетона по 1 $см^3$. В пробирку добавляют 1 $см^3$ 0,4 %-го раствора диэтилхлортиофосфата в ацетоне и 50 $мм^3$ 25 %-го водного раствора углекислого калия.

Пробирку плотно закрывают притертой пробкой и выдерживают смесь при 45 °С в течение 30 мин на водяной бане, затем охлаждают при комнатной температуре. В хроматограф вводят 1 $мм^3$ полученного раствора.

9.2. Определение Гимексазола в масле рапса

Аналитическую пробу масла рапса массой (10 ± 0,1) г помещают в плоскодонную колбу с притертой пробкой объемом 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ смеси гексан : ацетон (2 : 1) и экстрагируют Гимексазол в течение 10 мин в ультразвуковой ванне. Экстракт переносят в делительную воронку на 250 $см^3$ и добавляют 20 $см^3$ дистиллированной воды. После встряхивания и разделения слоев водно-ацетоновый слой собирают, а в воронку последовательно добавляют 30 $см^3$ ацетона, встряхивают, а затем 20 $см^3$ дистиллированной воды. Воронку встряхивают в течение 2 мин и после разделения водно-ацетоновый слой собирают. Объединенный вводно-ацетоновый экстракт переносят в концентратор объемом 100 $см^3$, добавляют 0,5 мл 25 %-го водного раствора углекислого калия и удаляют ацетон при температуре не выше 30 °С на роторном испарителе.

Полученный после упаривания водный остаток переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$, обмывая колбу-концентратор двумя порциями воды по 30 $см^3$. К объединенному водному остатку добавляют 1 г двууглекислого натрия, 7 г хлористого натрия и промывают дважды порциями 50 $см^3$ дихлорметана и дважды 50 $см^3$ диэтилового эфира. Органические слои отбрасывают. Водной остаток подкисляют 2N раствором соляной кислоты до pH 2—3 и экстрагируют Гимексазол дважды порциями 50 $см^3$ диэтилового эфира. Объединенный диэтиловый экстракт пропускают через 50 г безводного сульфата натрия в концентратор

объемом 300 см^3. В концентратор добавляют 1 см^3 раствора полиэтиленгликоля в ацетоне и упаривают при температуре не выше 30 °С. Остатки диэтилового эфира удаляют при комнатной температуре в токе азота.

Остаток из концентратора переносят в мерную пробирку с притертой пробкой объемом 5 см^3, обмывая концентратор трижды порциями ацетона 1 см^3. В пробирку добавляют 1 см^3 0,4 %-го раствора диэтилхлортиофосфата в ацетоне, 50 мм^3 25 %-го водного раствора углекислого калия.

Пробирку плотно закрывают притертой пробкой и выдерживают смесь при 45 °С в течение 45 мин на водяной бане, затем охлаждают при комнатной температуре. В хроматограф вводят 1 мм^3 полученного раствора.

9.3. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Цвет 550М» с ТИД.

Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N-supper (0,125—0,160) с 5 % OV-17. Температура колонки 150 °С, испарителя 220 °С, детектора 320 °С.

Расход газа-носителя (азот) – 26,5 см^3/мин, водорода – 22,4 см^3/мин, Воздуха 200 см^3/мин. Хроматографируемый объем 1 мм^3.

Время удерживания производного Гимексазола (3,24 ± 0,05) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание Гимексазола в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_2 \cdot C \cdot V}{H_1 \cdot P}, \text{ где}$$

H_1 – высота (площадь) пика Гимексазола в стандартном растворе, мм;

H_2 – высота (площадь) пика Гимексазола в анализируемой пробе, мм;

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация Гимексазола в стандартном растворе, мкг/см^3.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Гимексазола 0,25 мкг/см^3, разбавляют ацетоном.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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.

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;

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

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*, где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения Гимексазола в семенах рапса).

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:

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

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

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля 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.

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):

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

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

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

14. Разработчики

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

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.685 от 25.06.2010) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.09105).

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