4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2162—4.1.2176—07

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 221с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 14

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Определение остаточных количеств 2,4-Д в масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2162-07.....4
2. Определение остаточных количеств галоксифопа-р-метила и галоксифопа-р в воде, галоксифопа-р в почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, корнеплодах сахарной, кормовой и столовой свеклы, семенах и масле льна, рапса, сои, подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2163-07.....17
3. Определение остаточных количеств дифеноконазола в картофеле, моркови и томатах методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2164-07.....42
4. Определение остаточных количеств зета-циперметрина в семенах рапса, масле рапса (горчицы) методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2165-07.....56
5. Определение остаточных количеств ипродиона в огурцах и томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2166-07.....69
6. Определение остаточных количеств каптана и фолпета в воде, почве, каптана в яблоках, фолпета в клубнях картофеля и винограде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2167-07.....83
7. Определение остаточных количеств клопиралида в капусте, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2168-07.....99
8. Определение остаточных количеств метамитрона в ботве и корнеплодах столовой и кормовой свеклы методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2169-07.....113
9. Определение остаточных количеств прометрина в семенах кориандра методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2170-07.....125
10. Определение остаточных количеств римсульфурона в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2171-07.....138
11. Определение остаточных количеств тау-флувалината в зерне и соломе зерновых культур, в ягодах и соке винограда, зеленой массе пастбищных трав, семенах и масле рапса, сои методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2172-07.....147
12. Определение остаточных количеств тиаметоксама в луке, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2173-07.....163
13. Определение остаточных количеств фамоксадона в плодах томатов, ягодах винограда, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2174-07.....178
14. Определение остаточных количеств цимоксанила в томатах, винограде, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2175-07.....198
15. Измерение концентраций 2,4 D этилгексилового эфира в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2176-07.....212

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач
Российской федерации,
Руководитель федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека

Г.Г. Онищенко

« 15 » февраля 2007 г.
Дата введения: 1 мая 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ.ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Фамоксадона в плодах томатов, ягодах винограда, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2114-07

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Фамоксадона в диапазоне 0,02 – 0,2 мг/кг в плодах томатов и ягодах винограда и в диапазоне 0,05 – 0,5 мг/кг в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника.

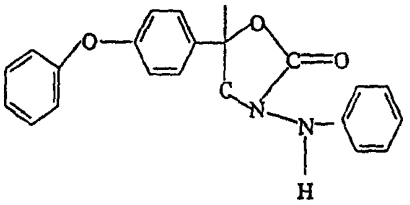
Фирма производитель: Дюпон де Немур Интернэшнл С.А.

Торговое название: Танос (смесевой препарат с Цимоксанилом)

Название действующего вещества по ИСО: Фамоксадон

Название действующего вещества по ИЮПАК: 3-анилино-5-метил-5-(4-феноксифенил)-2,4-оксазолидиндион.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{22}H_{18}N_2O_4$.

Молекулярная масса: 374,4.

Химически чистый Фамоксадон представляет собой светлый кремовый порошок.

Давление паров: $6,4 \times 10^{-7}$ Па при 20° С

1 из 8

Температура плавления: 141,3-142,3 °С.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: 4,8 (pH 5); 4,65 (pH 7); 5,55 (pH 9).

Растворимость в воде зависит от кислотности среды и составляет 243×10^{-6} г/дм^3 при pH 5; 111×10^{-6} г/дм^3 при pH 7, при pH 9 вещество быстро гидролизуется.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3 при 20°С): ацетон - 274, ацетонитрил - 125, гексан – 0,0476, дихлорметан - 239, метанол - 10, толуол - 13,3, этилацетат - 124, н-октанол - 1,78.

Фамоксадон нестабилен в водных растворах. Гидролиз наблюдается в диапазоне *pH 5-9, и время полураспада составляет 41 день, 2 дня и 93 минуты при pH 5,0; 7,0 и 9,0 соответственно.* Период полураспада при фотолизе составляет 4,6 дней и 3,9 часов при pH 5 и 7,75 соответственно. В лабораторной почве период полуразложения DT_{50} составлял 6 дней в аэробных условиях и 28 – в анаэробных.

Краткая токсикологическая характеристика.

Фамоксадон относится к малоопасным веществам по острой пероральной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы – >5000 мг/кг), по дермальной ($ЛД_{50}$ крысы – >2000 мг/кг) токсичности, но к умеренно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы > 5300 мг/м^3). Не обладает генотоксичностью и онкогенными свойствами, не оказывает влияния на репродуктивную функцию.

В винограде, томатах и картофеле остаточные количества Фамоксадона обнаруживаются до сбора урожая, в клубнях картофеля остатков не было обнаружено.

В России для Фамоксадона установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД 0,01мг/кг массы тела человека; ОДК в почве – 0,1 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,01 (общ.) мг/дм^3; МДУ в картофеле – 0,05 мг/кг. Для плодов томатов , ягод винограда, зерна хлебных злаков, семян и масла подсолнечника МДУ не установлен.

Область применения: Фамоксадон - фунгицид контактного действия из группы оксазолидиндионов. Является ингибитором митохондриального дыхания, высокоэффективен против широкого спектра патогенных грибов с рекомендуемой нормой расхода 50-200 г/га.

Зарегистрирован в России компанией Дюпон де Немур Интернэшнл С.А. под торговым названием Танос (смесевой препарат с Цимоксанилом) для борьбы против фитофтороза и альтернариоза на картофеле с нормой расхода 0,6 кг/га, также разрешено применение препарата в личных подсобных хозяйствах против фитофтороза и альтернариоза на картофеле с нормой расхода 15г/10л воды.

1. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P \approx 0,95$ не превышает значений, приведенных в Таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1.

Метрологические параметры для Фамоксадона

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % P=0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Плоды томатов	0,02-0,1	100	5,0	14,0	20,0
	0,1-0,2	50	3,5	9,8	11,7
Ягоды винограда	0,02-0,1	50	5,0	14,0	20,0
	0,1-0,2	25	4,5	12,6	15,0
Семена подсолнечника	0,05-0,1	50	5,5	15,4	18,3
	0,1-0,5	25	4,0	11,2	13,4
Масло подсолнечника	0,05-0,1	50	6,0	16,8	26,8
	0,1-0,5	25	5,0	14,0	20,0
Зеленая масса подсолнечника	0,05-0,1	50	5,5	15,4	18,3
	0,1-0,5	25	4,0	11,2	13,4

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в Таблице 2.

Таблица 2.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение,
доверительный интервал среднего результата для Фамоксадона

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Плоды томатов	0,02	0,02 – 0,2	85,1	2,1	0,85
Ягоды винограда	0,02	0,02 – 0,2	85,8	2,1	0,90
Семена подсолнечника	0,05	0,05 – 0,5	76,4	2,8	1,1
Масло подсолнечника	0,05	0,05 – 0,5	76,9	3,7	1,3
Зеленая масса подсолнечника	0,05	0,05 – 0,5	74,2	2,2	0,9

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ.

Методика основана на определении Фамоксадона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистке перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на колонках с Флоризилом и на концентрирующих патронах на основе силикагеля (Диапак С, Диапак С16 и Диапак Амин).

Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение - методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен и может применяться для определения остатков Фамоксадона в присутствии других пестицидов. Избирательность метода достигается за счет подбора колонки и состава подвижной фазы.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ.

3.1. Средства измерений.

Хроматограф жидкостной Уотерс 510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу или другой аналогичного типа.

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-2001

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г, ГОСТ 19491-74.

Колбы мерные на 25, 50 и 100 $см^3$, ГОСТ 1770-74.

Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50-100 $мм^3$.

Пипетки мерные на 1,0; 2,0; и 5,0 $см^3$, ГОСТ 20292-74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы.

Фамоксадон, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 97,7% (фирма Дюпон де Немур Интернэшнл, С.А)

Ацетон, осч. ТУ 2633-00-4-11291058-94

Ацетонитрил осч., УФ-205 нм, ТУ 6-09-2167-84.

Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 7602-72.

Гексан, х.ч. для спектроскопии, ТУ 6-09-06-657-84

Калий марганцовокислый, ч.д.а. ГОСТ 20490-75.

Кальций хлористый, х.ч. ГОСТ 4161-76.

Кислота ортофосфорная , х.ч. ГОСТ 6552-80

Метилен хлористый, х.ч. ТУ 6-09-2662-77

Натрий сернокислый, безводный, х.ч. ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, х.ч. ГОСТ 4233-77.

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 223000-76.

Концентрирующие патроны Диапак С (0,6 г), ТУ 4215-002-05451931-94

Концентрирующие патроны Диапак С 16 (0,6 г), ТУ 4215-002-05451931-94

Концентрирующие патроны Диапак Амин (0,6 г), ТУ 4215-002-05451931-94

Флоризил для колоночной хроматографии, 60-100 меш, фирма Мерк.

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы.

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами Диапак С, Диапак С 16 и Диапак Амин.

Аппарат для встряхивания проб АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73;

Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат.№3120-0250, NALGENE.

Ванна ультразвуковая UM-4, фирма Unitra.

Воронки делительные на 250 и 500 $см^3$, ГОСТ 25336-82Е.

Воронки конические, стеклянные диаметром 50-60 мм, ГОСТ 25336-082Е

Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480;

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, Symmetry Shield RP18, зернение 5 мкм, фирма Уотерс.

Колонки для адсорбционной хроматографии длиной 15 см, диаметр 1,5 см.

Колбы конические, плоскодонные на 500 и 1000 $см^3$, ГОСТ 9737-70

Концентраторы грушевидные и круглодонные, объемом 100 и 250 $см^3$, ГОСТ 10394-75

Насос вакуумный диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laboport.

Предколонка хроматографическая стальная, Symmetry C 18 , длиной 20 мм, внутренним диаметром 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма Уотерс

Стаканы стеклянные на 100-500 $см^3$, ГОСТ 25366-80Е.

Установка для перегонки растворителей

Фильтры бумажные, "красная лента", ТУ-6-09-1678-86.

Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм, фирма Уотерс

Допускается использование оборудования с аналогичными или лучшими характеристиками

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по гост 12.1.004 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». Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ.

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

-процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$с и относительной влажности не более 80%.

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

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ОПРЕДЕЛЕНИЙ.

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка концентрирующих патронов Диапак С, Диапак С 16 и Диапак Амин и колонок с Флоризилом для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на патронах, колонках с Флоризилом, построение калибровочной кривой.

7.1. Подготовка органических растворителей.

7.1.1. Очистка ацетона.

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика , Москва, 1976 г., с.438-439)

7.1.2. Очистка ацетонитрила.

Ацетонитрил перегоняют.

7.1.3. Очистка гексана.

Гексан встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают бледно-розовым раствором перманганата калия до тех пор, пока раствор не перестанет обесцвечиваться, затем промывают водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.441).

7.1.4. Очистка хлористого метилена.

Хлористый метилен встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают водным раствором карбоната натрия, водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют над оксидом(V) фосфора (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.440)

7.1.5. Очистка этилового эфира уксусной кислоты.

Этиловый эфир уксусной кислоты промывают равным объемом 5% раствора соды, сушат над безводным хлористым кальцием (Беккер г.и др. Органикум, Москва 1979 г., с.372), кипятят в течение 1 часа с прокаленным сульфатом магния и затем перегоняют.

7.1.6. Очистка бидистиллированной воды.

Бидистиллят кипятят в течение 6 часов с марганцовокислым калием, добавленным из расчета 1 г/л, и затем перегоняют.

7.2.Приготовление растворов для проведения анализа.

7.2.1. Приготовление растворов для жидкостной хроматографии.

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и очищенную воду.

7.2.1.1. Приготовление 3,1 мМ раствора ортофосфорной кислоты.

В мерную колбу объемом 2,0 $дм^3$ помещают 500 $см^3$ очищенной воды и 0,42 $см^3$ концентрированной (85%) ортофосфорной кислоты, перемешивают, доводят до метки очищенной водой и еще раз перемешивают.

7.2.1.2. Приготовление подвижной фазы для ВЭЖХ

В плоскодонную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают 650 $см^3$ ацетонитрила и 350 $см^3$ 3,1 мМ раствора ортофосфорной кислоты в очищенной воде. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 $см^3$/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 минуту.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор с концентрацией Фамоксадона 1,0 мг/$см^3$.

Взвешивают 100 мг Фамоксадона в мерной колбе объемом 100 $см^3$. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.2.2.2. Стандартный раствор с концентрацией Фамоксадона 10,0 мкг/$см^3$.

Из стандартного раствора Фамоксадона с концентрацией 1,0 мг/$см^3$ отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитрилом при перемешивании.

7.2.2.3. Стандартные растворы Фамоксадона с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/$см^3$ для построения калибровочной кривой и внесения в растительные образцы(за исключением масличных культур).

Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/$см^3$ и используют эти растворы для хроматографического исследования.

7.2.2.4. Стандартные растворы Фамоксадона с концентрацией 5,0; 2,0; 1,0 и 0,5 мкг/см^3 для внесения в образцы семян и масла подсолнечника.

Для внесения в исследуемые образцы семян и масла подсолнечника готовят растворы Фамоксадона в ацетоне. Из раствора Фамоксадона в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мг/см^3 методом последовательного разведения ацетоном готовят растворы, содержащие 5,0; 2,0; 1,0 и 0,5 мкг/см^3 Фамоксадона.

7.3. Установление градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Фамоксадона в растворе устанавливают методом абсолютной калибровки по стандартным растворам с концентрациями 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см^3.

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и хроматографируют в условиях п. 9.6. Проводят не менее 3 параллельных измерений и находят среднее значение площади хроматографического пика для каждой концентрации. По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ от концентрации Фамоксадона в растворе в мкг/см^3.

7.4. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С, Диапак С 16, Диапак Амин и колонок с Флоризилом для очистки экстрактов.

7.4.1. Подготовка концентрирующего патрона Диапак С и Диапак Амин для очистки экстракта.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин.

Патрон Диапак-С устанавливают на аллонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают последовательно 10 см^3 смеси гексан- ацетон в соотношении 1:1 и 10 гексана. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.4.1.1. Проверка хроматографического поведения Фамоксадона на концентрирующем патроне Диапак-С и Диапак Амин.

Из стандартного раствора Фамоксадона в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/ см^3 отбирают 1 см^3, помещают в круглодонную колбу объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона, помещают на 10 секунд в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 см^3 гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Исходный концентратор обмывают 10 см^3 смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 и двумя порциями по 5 см^3 смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 и последовательно вносят на патрон. Элюаты после прохождения каждой порции собирают в отдельные концентраторы, выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Фамоксадон, и объединяют их.

7.4.2. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С16 для очистки экстракта.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин. При работе на патронах Диапак-С16 используют очищенную воду.

Патрон Диапак-С16 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 см^3 смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:1 и 20 см^3 воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона!

7.4.2.1. Проверка хроматографического поведения Фамоксадона на концентрирующем патроне Диапак-С16.

Из стандартного раствора Фамоксадона в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/ см^3, отбирают 1 см^3, помещают в круглодонную колбу объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетонитрила и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 см^3 воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Исходный концентратор обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:4 и смесь вносят на патрон. Элюат выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Исходный концентратор вновь обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:2 и смесь вносят на патрон. Элюат выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и хроматографируют.

Тот же концентратор обмывают двумя порциями по 10 см^3 смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:1 и вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Фамоксадон, и объединяют их.

7.4.3. Подготовка колонки с Флоризилом для очистки экстракта.

7.4.3.1. Подготовка Флоризила.

Для получения стандартизованного сорбента Флоризил выдерживают в сушильном шкафу при температуре +120°С в течение 4 часов, а затем при постоянном перемешивании в стеклянной колбе с притертой пробкой к 95 г Флоризила (60-100 меш, Merck) добавляют постепенно 5 г очищенной воды.

7.4.3.2. Подготовка колонки с Флоризилом.

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г стандартизованного Флоризила. Сверху на Флоризил насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Перед использованием колонку промывают 10 см^3 смеси гексан-этилацетат в соотношении 3:1, избыток растворителя с колонки удаляют путем продавливания воздуха. Затем колонку дополнительно промывают 10 см^3 гексана. Перед внесением образца колонку увлажняют 5 см^3 гексана.

7.4.3.3. Проверка хроматографического поведения Фамоксадона на колонке.

В круглодонную колбу объемом 50 см^3 вносят 1 см^3 стандартного раствора Фамоксадона с концентрацией 1 мкг/см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 этилацетата, затем добавляют в колбу 5 см^3 гексана и полученную смесь вносят на колонку. Колонку промывают 15 см^3 смеси гексан-этилацетат 10:1 и элюат отбрасывают. Фамоксадон элюируют с колонки последовательно 6-ю порциями объемом 5 см^3 смеси гексана с этилацетатом в соотношении 3:1, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С

Сухой остаток после упаривания каждой фракции растворяют в 1 см^3 ацетонитрила и 20 мм^3 пробы вводят в хроматограф. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание: Хроматографическое поведение Фамоксадона на колонке обязательно проверяют при отработке методики, и каждый раз при использовании новой партии Флоризила.

7.5. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии.

Хроматографическую колонку Symmetry Shield RP18 с предколонкой Symmetry C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 25°С и скорости потока подвижной фазы 1 см^3/мин 3-4 часа.

8. ОТБОР ПРОБ И ХРАНЕНИЕ.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" (№ 2051-79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ 1725-85 «Томаты свежие. ТУ», ГОСТ 25896-83 «Виноград свежий столовый. ТУ», ГОСТ 22391-89 «Подсолнечник. Требования при заготовках и поставках», ГОСТ 1129-93 «Масло подсолнечника. ТУ», ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правило приемки и методы отбора проб».

Пробы томатов, винограда и зеленой массы подсолнечника хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0-4 ^{0}С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре -18^{0}С.

Пробы семян подсолнечника подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов не более 6 месяцев. Влажные семена замораживают и хранят в морозильной камере при -18^{0}С до 1 года.

Пробы масла подсолнечника хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре 0- 4°С в течение 10 суток.

9. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЙ.

9.1.Ягоды винограда.

9.1.1. Экстракция.

Образец измельченных ягод винограда массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 см^3, прибавляют 30 см^3 ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 минут. Затем колбу выдерживают 5 минут на механическом встряхивателе при комнатной температуре, экстракт фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия. Экстракцию повторяют еще 2 раза в тех же условиях, используя по 30 см^3 ацетонитрила. Экстракты объединяют в плоскодонной колбе объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 10 минут, переносят в делительную воронку объемом 250 см^3 и отбрасывают нижний водный слой.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

К ацетонитрильному экстракту в делительной воронке прибавляют 30 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой помещают в химический стакан объемом 150 см^3, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще двумя порциями гексана объемом по 30 см^3. Гексан отбрасывают.

Ацетонитрильный экстракт (нижний слой) собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия. Осушитель затем обмывают 10 см^3 ацетонитрила, смыв объединяют с основным экстрактом в концентраторе и ацетонитрильный экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Далее проводят очистку на концентрирующих патронах.

9.1.3. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С 16.

Сухой остаток , полученный по п.9.1.2., растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 9 см^3 воды и наносят на патрон Диапак С 16. Элюат отбрасывают.

Концентратор обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрил : вода в соотношении 1 : 4, смесь наносят на патрон и элюат отбрасывают.

Обмывают концентратор 20 см^3 смеси ацетонитрил : вода в соотношении 1 : 1, смесь наносят на патрон и элюат собирают в чистый концентратор. Жидкость выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.1.4. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С.

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона, помещают на 10 секунд в ультразвуковую ванну и обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 см^3 гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор наносят на патрон Диапак С. Элюат собирают в чистый концентратор. Концентратор еще раз тщательно обмывают двумя порциями смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 по 10 и 5 см^3 и элюат также вносят на патрон. Элюаты собирают, объединяют и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30° С.

Сухой остаток растворяют в 4 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

После хроматографирования каждой пробы следует промывать хроматографическую колонку в ВЭЖХ-системе не менее 10 минут.

9.2. Плоды томата.

9.2.1. Экстракция.

Образец измельченных плодов томата массой 20 г помещают в коническую колбу объемом 250 см^3, прибавляют 30 см^3 ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 минут. Затем колбу выдерживают 5 минут на механическом встряхивателе при комнатной температуре, фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия. Далее экстракцию проводят как описано в п. 9.1.1 (Ягоды винограда).

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

Очистку экстракта перераспределением проводят как описано в п 9.1.2.

9.2.3. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин и Диапак С 16.

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетона, помещают на 10 секунд в ультразвуковую ванну и обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 см^3 гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на патрон Диапак Амин. Концентратор тщательно обмывают двумя порциями смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 по 10 и 5 см^3 и также вносят на патрон. Элюаты собирают, объединяют, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30° С.

Сухой остаток , полученный по п.9.1.2., растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 9 см^3 воды и наносят на патрон Диапак С 16. Элюат отбрасывают.

Концентратор обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрил : вода в соотношении 1 : 4, смесь наносят на патрон и элюат отбрасывают.

Концентратор еще раз обмывают 10 см^3 смеси ацетонитрил : вода в соотношении 1 : 2, смесь наносят на патрон и элюат отбрасывают.

Обмывают концентратор 20 см^3 смеси ацетонитрил : вода в соотношении 1 : 1, смесь наносят на патрон и элюат собирают в чистый концентратор. Жидкость выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

Сухой остаток растворяют в 4 см^3 ацетонитрила и аликвоту 20 мм^3 вводят в хроматограф.

После хроматографирования каждой пробы следует промывать хроматографическую колонку в ВЭЖХ-системе не менее 10 минут.

9.3. Семена подсолнечника.

9.3.1. Экстракция.

Образец измельченных семян подсолнечника массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 см^3, прибавляют 75 см^3 смеси ацетонитрила с ацетоном в соотношении 9:1 и помещают в ультразвуковую ванну на 10 минут. Затем колбу выдерживают 5 минут на механическом встряхивателе при комнатной температуре и фильтруют в концентратор объемом 250 см^3. Экстракцию повторяют еще два раза в тех же условиях, используя по 75 см^3 смеси растворителей. Экстракты объединяют в концентраторе и упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.3.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

К маслянистому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.3.1., прибавляют 20 см^3 гексана, обмывают стенки колбы и переносят смыв в сухую делительную воронку объемом 250 см^3. Концентратор обмывают еще двумя порциями гексана объемом по 20 и 10 см^3 и объединяют все смывы в делительной воронке.

Фамоксадон экстрагируют из гексанового раствора тремя порциями ацетонитрила объемом по 20 см^3. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

Маслянистый остаток растворяют в 50 см^3 гексана, переносят в сухую делительную воронку объемом 250 см^3 и экстрагируют Фамоксадон тремя порциями ацетонитрила объемом по 20 см^3, встряхивая делительную воронку по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия толщиной 1 см. Гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.3.3. Очистка экстракта на колонках с Флоризилом.

Сухой остаток , полученный по п.9.3.2., растворяют в 0,5 $см^3$ этилацетата, обмывая стенки концентратора, затем в концентратор прибавляют 5 мл гексана, тщательно перемешивают и полученную смесь вносят на колонку. Колонку промывают 15 $см^3$ смеси гексан-этилацетат в соотношении 10:1 и элюат отбрасывают. Фамоксат элюируют с колонки 20 $см^3$ смеси гексан-этилацетат в соотношении 3:1, собирают в концентратор и выпаривают досуха при температуре не выше 30°С.

9.3.4. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С и Диапак С 16.

Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, добавляют 9 $см^3$ воды и очищают на патроне Диапак С 16, как указано в п.9.1.3. После очистки элюат выпаривают досуха, , растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, добавляют 9 $см^3$ воды и еще раз очищают на патроне Диапак С. После очистки элюат выпаривают досуха, растворяют в 5 $см^3$ ацетонитрила и хроматографируют.

9.4. Масло подсолнечника.

9.4.1. Экстракция.

Образец масла подсолнечника массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ гексана и 5 г безводного сульфата натрия и помещают на 15 минут на механический встряхиватель. Затем гексаново-масляный раствор декантируют в делительную воронку объемом 250 $см^3$, осушитель оставляют в колбе и отбрасывают. Из гексана Фамоксадон экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 30 $см^3$, встряхивая делительную воронку по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор объемом 250 $см^3$ через слой безводного сульфата натрия толщиной 1 см. Экстракты объединяют в концентраторе и упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.4.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

Маслянистый остаток, полученный по п. 9.4.1., растворяют в 50 $см^3$ гексана, переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$. Из гексановой фазы Фамоксадон экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 20 $см^3$, встряхивая делительную воронку по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор объемом 250 $см^3$ через слой безводного сульфата натрия толщиной 1 см. Гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.4.3. Очистка экстракта на колонках с Флоризилом и на концентрирующих патронах Диапак С и Диапак С 16

Маслянистый остаток , полученный по п.9.4.2., растворяют в 0,5 $см^3$ этилацетата, добавляют 5 $см^3$ гексана и очищают на колонках с Флоризилом, как указано в п.9.3.3. После очистки

элюат выпаривают досуха, растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 9 см^3 воды и очищают на патроне Диапак С 16, как указано в п.9.1.3. После очистки элюат выпаривают досуха, растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 9 см^3 воды и еще раз очищают на патроне Диапак С 16 как указано в п.7.5.2.2. После очистки элюат выпаривают досуха, растворяют в 5 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

9.5. Зеленая масса подсолнечника.

9.5.1.Экстракция.

Образец измельченной зеленой массы подсолнечника массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 см^3, прибавляют 50 см^3 ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 минут. Затем колбу выдерживают 5 минут на механическом встряхивателе при комнатной температуре и фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия. Экстракцию повторяют еще два раза в тех же условиях, используя по 50 см^3 ацетонитрила. Экстракты объединяют в плоскодонной колбе объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 10 минут. Затем экстракт переносят в делительную воронку объемом 250 см^3 и отбрасывают нижний водный слой.

9.5.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

К ацетонитрильному экстракту в делительной воронке прибавляют 50 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой помещают в химический стакан объемом 150 см^3, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом 50 см^3. Гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт (нижний слой) собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия. Осушитель затем обмывают 10 см^3 ацетонитрила, смыв объединяют с основным экстрактом и ацетонитрильный экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

К сухому остатку в концентраторе прибавляют 40 см^3 хлористого метилена, обмывают стенки концентратора и переносят смыв в делительную воронку объемом 500 см^3. Затем концентратор обмывают еще двумя порциями хлористого метилена объемом по 30 см^3 и все смывы объединяют в делительной воронке.

Туда же прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 0,1% раствора перманганата калия и встряхивают воронку 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой хлористого метилена помещают в химический стакан объемом 150 см^3, верхний водный слой отбрасывают.

Хлористый метилен из химического стакана переносят в чистую делительную воронку, прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 0,1% раствора перманганата калия и повто-

ряют процедуру промывки. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой хлористого метилена собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия. Верхний водный слой отбрасывают. Осушитель обмывают 10 см^3 хлористого метилена, объединяют смыв с основным экстрактом и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С.

9.5.3. Очистка экстракта на колонках с Флоризилом и на концентрирующих патронах Диапак С 16.

Сухой остаток, полученный по п.9.5.2., растворяют в 0,5 см^3 этилацетата, добавляют 5 см^3 гексана и очищают на колонках с Флоризилом, как указано в п.9.3.3. После очистки элюат выпаривают досуха , растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 9 см^3 воды и очищают на патроне Диапак С16, как указано в п.9.1.3. После очистки элюат выпаривают досуха, растворяют в 5 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

После хроматографирования каждой пробы следует промывать колонку не менее 12 минут.

9.6. Условия хроматографирования.

Хроматограф "Waters" или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 4,6 мм х 25 см, зернением 5 мкм.

Предколонка стальная Symmetry C18, 3,9 мм х 2 см, зернением 5 мкм

Температура колонки: 25°С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – 3,1 мМ ортофосфорная кислота в соотношении 65:35

Длина волны 245 нм

Время удерживания Фамоксадона 10,6- 11,07 мин.

Чувствительность 0,003 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мм^3.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2-20 нг

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ.

Содержание Фамоксадона рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{Sпр \cdot A \cdot V}{100 \cdot Sст \cdot m} \times P$$

где X - содержание Фамоксадона в пробе, мг/кг или мг/дм^3;

Sст - высота (площадь) пика стандарта, мм;

Sпр - высота (площадь) пика образца, мм;

А - концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m - масса анализируемого образца, г (см^3);

Р - содержание Фамоксадона в аналитическом стандарте, %.

11. ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

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

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

где X_1, X_2- результаты параллельных определений, мг/кг;

r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом $r = 2.8\ \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предел повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности P= 0.95,

где $\bar{X}$- среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

В случае если содержание компонента меньше нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание вещества в пробе менее 0,05мг/кг»**

** 0,05 мг/кг - предел обнаружения.*

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 методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

где, $\pm \Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm \Delta_{л,\bar{X}'}$) – 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;

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

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$К_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д$,

где $\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг;

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$|К_к| \le К$, (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 по 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)

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

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

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

14. РАЗРАБОТЧИКИ.

Калинин В.А., профессор, канд. с-х. наук, Довгилевич Е.В., ст.н.сотр., канд. биол.наук, Довгилевич А.В., ст.н.сотр., канд.хим.наук, Устименко Н.В., ст.н.сотр., канд. биол. наук.

Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К.А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., Д. 53/1. Телефон: (495) 976-37-68, факс: (495) 976- 43-26.



gost.e-ecolog.ru