

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

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

Тираж 100 экз.

Печ. л. 14

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 галоксифола-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 ипродиола 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 римсульфурана 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 Д этилгексилевого 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

«11 апреля 2007 г.»
Дата введения: с 1 мая 2007 г.

Г.Г.Онищенко

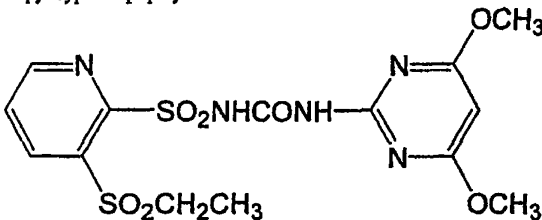
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ РИМСУЛЬФУРОНА В КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методические указания
МУК 4.1.2174 -07

1. Вводная часть

Торговое наименование: Римус
Фирма регистрант: ООО НПП «Агрусхим».
Действующее вещество: римсульфурон.
Структурная формула:



1-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)-3-(этилсульфонил-2-пиридинсульфонил)мочевина (IUPAC).
Мол. масса: 431,4

Брутто формула: C₁₄H₁₇N₃O₇S₂

Химически чистый римсульфурон представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 172–173°C, давлением паров 1.5×10⁻³ мПа (25°C).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=0.288 (pH 5), -1.47 (pH 7).

Растворимость в воде: при 25°C <10 мг/л; 7.3 г/л (буферный раствор, pH 7). Хорошо растворим в ацетонитриле, дихлорметане и хлороформе.

Гидролиз (25°C), DT₅₀: 4.6 дня (pH 5), 7.2 дня (pH 7), 0.3 дня (pH 9).

Группа токсичности по ВОЗ - U; LD₅₀ для крыс >5000 мг/кг.

Область применения: послевсходовый системный гербицид, эффективный в борьбе со злаковыми однолетними и многолетними сорняками. Используется для защиты кукурузы, картофеля и томатов.

Гигиенические нормативы для римсульфурона в России:

МДУ для римсульфурона в картофеле – 0.01 мг/кг.

2. Методика определения римсульфуона в клубнях картофеля методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Область применения и принцип метода

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств римсульфуона в клубнях картофеля в диапазоне концентраций 0.005 -0.05 мг/кг. Методика основана на определении римсульфуона методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

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 таблице 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Метрологические параметры

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ , %	Предел повторяемости, r , %	Предел воспроизводимости, R , %
клубни	0.005-0.01	100	14.0	39.2	19.7
клубни	0.01-0.1	50	6.4	17.9	12.8

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

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S , %	Доверительный интервал среднего результата, \pm , %
Клубни	0.005	0.005-0.05	81.7	10.1	9.2

2.1.3. Избирательность метода

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.

Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.

Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.

Вода бидистиллированная, деионизованная, ГОСТ 6709-79.

Дихлорметан, х.ч., ТУ 6-09-3716-80.

Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.

Калий фосфорнокислый 2-замещенный, 3-водный, чда, ГОСТ 2493-75; 0.1М водный раствор.

Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.

Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161-77.

Кислота ортофосфорная, хч, ГОСТ 6552-80; 2М и 0.005М водные растворы.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.

Римсульфурон, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9% (Sigma-Aldrich).

Натрий двууглекислый, ГОСТ 83-79.

Натрий сернистый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.

Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.

н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,005М ортофосфорная кислота (35:65, по объему).

Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).

Стекловата.

Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.

Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (40:60, по объему).

Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10:90, по объему).

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.

Колонка Symmetry C-18 (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA).

Предколонка Waters Symmetry C-18.

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-2001 или аналогичные.

Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.

Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.

Бидистиллятор.

pH-метр универсальный ЭВ-74, ГОСТ 22261-76.

Насос водоструйный, МРТУ 42 861-64.

Колбы плоскодонные на шлифах КШ1500 29/32 ТС, ГОСТ 10384-72.

Колбы круглодонные на шлифах КШ150 29-32 ТС, ГОСТ 10384-72.

Воронки лабораторные В-75-110, ГОСТ 25 336-82.

Воронки делительные ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.

Цилиндры мерные на 100, 250 и 1000 см³, ГОСТ 1774-74.

Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1000 см³, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 1, 2, 5, 10 см³, ГОСТ 22292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

2.4. Отбор и хранение проб

Отбор проб картофеля производят по ГОСТ 7194-81 «Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества». Пробы клубней картофеля до анализа хранят в холодильнике при 4⁰С не более 2 недель или в морозильной камере при -18⁰С не более 6 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. В случае необходимости органические растворители очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташем (на 1 дм³ ацетона 10 г KMnO₄ и 2 г K₂CO₃). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объемом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1-2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 2М раствора ортофосфорной кислоты 200 г 98% (или 225 г 87%) кристаллической H₃PO₄ помещают в мерную колбу объемом 1 дм³, растворяют в 600 см³ дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Для приготовления 0,005М раствора ортофосфорной кислоты 2,5 см³ 2М раствора H₃PO₄ вносят в мерную колбу на 1 дм³ и доводят до метки деионизированной бидистиллированной водой.

Для приготовления 1М раствора K₂HPO₄ 228 г кристаллического калия фосфорнокислого двузамещенного трехводного помещают в мерную колбу на 1 дм³, растворяют при перемешивании в 600 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.

Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 дм³ смешивают 500 см³ ацетона с 500 см³ дистиллированной воды.

Для приготовления подвижной фазы в колбе емкостью 1 дм³ смешивают 350 см³ ацетонитрила с 650 см³ 0,005М раствора ортофосфорной кислоты.

Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 см³ смешивают 400 см³ н-гексана и 600 см³ этилацетата.

Для приготовления элюента №2 в колбе на 1000 см³ смешивают 100 см³ н-гексана и 900 см³ этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

161

Берут точную навеску римсульфурана (100 мг), переносят в мерную колбу на 100 см³, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 1 мг/см³). Градуировочные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 и 2.0 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы смесь ацетонитрил – 0.005М ортофосфорная кислота (35:65, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°C в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полиоты открывания римсульфурана в клубнях картофеля используют ацетонитрильные растворы вещества. Раствор внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 мкг/см³ готовят из стандартного раствора с концентрацией 1 мг/см³ методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация римсульфурана в растворе) в хроматограф вводят по 50 мм³ градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации римсульфурана в градуировочном растворе (мкг/см³).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см³ смеси гексан – этилацетат (40:60, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 25 см³ элюента №2 и 25 см³ элюента №1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения римсульфурана на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см³ отбирают 2 см³ стандартного раствора римсульфурана с концентрацией 1.0 мкг/см³. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°C), остаток растворяют в 5 см³ элюента №1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см³ элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см³ элюента №1, затем 100 см³ элюента №2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см³ каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание римсульфурана (п. 2.6.3.).

Фракции, содержащие римсульфуран, объединяют, выпаривают досуха, остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3.). Рассчитывают содержание римсульфурана в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

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

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

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

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение римсульфурана в клубнях картофеля

Навеску нарезанных клубней картофеля массой 40 г помещают в коническую колбу емкостью 250 см³ и экстрагируют римсульфуран 50 см³ смеси ацетон–вода (50:50, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Экстракцию проводят еще 2 раза с 50 см³ водно-ацетоновой смеси. Ацетон удаляют на ротонном испарителе при температуре не выше 40°C, объём водного раствора доводят до 100 см³ дистиллированной водой, помещают в делительную воронку объёмом 250 см³ и промывают трижды гексаном порциями по 30 см³, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 минут и отбрасывая после расслоения верхний органический слой. К водному экстракту добавляют 10 см³ 1М раствора K₂HPO₄ и промывают дважды хлористым метилом порциями по 30 см³, встряхивая делительную воронку в течение 2–3 минут. Нижний органический слой отбрасывают.*

Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 5 и римсульфуран экстрагируют этилацетатом трижды по 50 см³, встряхивая воронку каждый раз по 2–3 мин.* Верхний водный слой отбрасывают. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 см³ этилацетата. Полученный раствор выпаривают досуха на ротонном испарителе при температуре не выше 40°C. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.2.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном и хлористым метилом – небольшое количество (до 10 см³) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 см³).

2.6.2. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.п. 2.6.1 экстрактов клубней картофеля, количественно переносят двумя порциями по 5 см³ смеси гексан – этилацетат (40:60, по объёму) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 50 см³ элюента №1, которые отбрасывают. Римсульфуран элюируют 70 см³ элюента №2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 см³. Раствор выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°C. Сухой остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мм³ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками. Рабочая длина волны 231 нм.

Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки. Колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Подвижная фаза: ацетонитрил – 0.005М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 35:65. Скорость потока 1 см³/мин. Дозируемый объем 50 мм³. Линейный диапазон детектирования 0.1 - 2.0 мкг/см³.

Время удерживания римсульфурана 11.0±0.2 мин.

3. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание римсульфурана в образце клубней картофеля (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

143

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

где S_1 - площадь пика римсульфурана в стандартном растворе, мм;
 S_2 - площадь пика римсульфурана в анализируемой пробе, мм;
 V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;
 P - навеска анализируемого образца, г;
 C - концентрация стандартного раствора римсульфурана, мкг/см³.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор римсульфурана 2 мкг/см³, разбавляют неподвижной фазой для ВЭЖХ.

4. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

где 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, устранивают их и вновь выполняют анализ.

5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

где \bar{X} – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;
 Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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 0.005 мг/кг*, где *-0.005 мг/кг – предел обнаружения).

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 внутрिलाбораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа

Р/4/4

проводится с применением метода добавок.
Величина добавки C_D должна удовлетворять условию:

$$C_D = \Delta_{л,Х} + \Delta_{л,Х}',$$

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

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

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

Результат контроля процедуры K_K рассчитывают по формуле:

$$K_K = X' - X - C_D,$$

где X' , X , C_D – 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 K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,Х}^2 + \Delta_{л,Х}'^2}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_K) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \leq K, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.

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):

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

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

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

7. Требования техники безопасности.

При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные

для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005-88).

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.

245

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

8. Требования к квалификации оператора

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

9. Разработчики

Цибульская И.А., Долженко В.И., Юзихин О.С. (ВНИИ защиты растений).