
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32193—
2013
(ISO 14182:1999)

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков фосфорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

(ISO 14182:1999, Animal feeding stuffs — Determination of residues
of organophosphorus pesticides — Gas chromatographic method, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии» (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2065-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32193—2013 (ISO 14182:1999) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 14182:1999 «Корма для животных. Определение остатков фосфорорганических пестицидов. Метод газовой хроматографии» (ISO 14182:1999 «Animal feeding stuffs — Determination of residues of organophosphorus pesticides — Gas chromatographic method», MOD).

Международный стандарт разработан Подкомитетом ISO/TC 10 «Корма для животных» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечание и приложение выделены полужирным курсивом.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема «литр» на «кубический дециметр», «миллилитр» на «кубический сантиметр», «микролитр» на «кубический миллиметр» для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (пункт 4.14.1).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты, используемые в примененном международном стандарте, заменены на межгосударственные стандарты, гармонизированные с международными.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1999 — Все права сохраняются
© Стандартиформ, оформление, 2016, 2020



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

| | |
|--|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Сущность метода | 2 |
| 4 Реактивы и материалы | 2 |
| 5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы | 4 |
| 6 Отбор проб | 5 |
| 7 Подготовка проб | 6 |
| 8 Проведение испытания | 6 |
| 9 Обработка результатов | 7 |
| 10 Подтверждение <i>результата</i> | 8 |
| 11 Прецизионность | 8 |
| 12 Протокол испытаний | 8 |
| Приложение А (справочное) Примеры условий работы газового хроматографа для определения содержания фосфорорганических пестицидов | 9 |
| Приложение Б (справочное) Результаты межлабораторных испытаний | 10 |
| Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта | 16 |
| Библиография | 18 |

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков фосфорорганических пестицидов
методом газовой хроматографии

Feeds, compound feeds.

Determination of organophosphorus pesticides residues by gas chromatographic method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма и комбикорма и устанавливает метод определения остатков фосфорорганических пестицидов с помощью газовой хроматографии.

Метод применим для определения следующих фосфорорганических пестицидов:

- азинфос-этил;
- азинфос-метил;
- бромофос;
- карбофенотион;
- хлорпирифос;
- хлорпирифосметил;
- диазином;
- диметоат;
- этион;
- фонофос;
- малатион;
- метидатион;
- паратион;
- паратион-метил;
- пиримифос-этил;
- пиримифос-метил.

Нижний предел определения для фосфорорганических пестицидов составляет 0,01 мкг/г.

Примечание — Данный метод может быть применим также к другим фосфорорганическим пестицидам, таким как метаакрифос и фенитротрион, однако он не был апробирован для этих пестицидов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования¹⁾

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31218 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб²⁾

ГОСТ ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения³⁾

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений⁴⁾

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции фосфорорганических пестицидов из анализируемой пробы ацетоном, разбавлении полученного экстракта водой и насыщенным раствором хлористого натрия, *экстрагировании* дихлорметаном, концентрировании, очистке на хроматографической колонке с 10%-ным дезактивированным водой силикагелем и их количественном определении газовой хроматографией с фосфор-селективным или масс-селективным детектором.

4 Реактивы и материалы

4.1 Вода *дистиллированная по ГОСТ 6709*.

4.2 Гексан.

4.3 Ацетон *по ГОСТ 2603, ч. д. а.*

4.4 Дихлорметан.

4.5 Этилацетат.

4.6 Силикагель с массовой долей воды 10 %

Силикагель-60 с размером частиц от 63 до 200 мкм активируют при температуре 130 °С в течение ночи и охлаждают в эксикаторе. После охлаждения до комнатной температуры силикагель переносят в воздухопроницаемую стеклянную емкость и доливают дистиллированную воду в таком количестве, чтобы довести массовую долю воды до 10 %. Энергично встряхивают емкость механически или вручную в течение 30 с, затем силикагель отстаивают в течение 30 мин, встряхивая время от времени.

Срок хранения приготовленного силикагеля — не более 6 ч.

4.7 Растворитель элюирующий, *раствор* дихлорметана в гексане, 50 % по объему.

Смешивают в равных объемах дихлорметан и гексан.

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

²⁾ Действует ГОСТ ISO 6498—2014.

³⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

⁴⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

4.8 Инертный газ, например азот по ГОСТ 9293, ос. ч.

4.9 Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, безводный.

4.10 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

4.11 Государственные стандартные образцы пестицидов:

- азинфос-этил [S-(3,4-дигидро-4-оксобензо[d][1,2,3]триазин-3-илметил)O, O-диэтил фосфородитиоат];
- азинфос-метил [S-(3,4-дигидро-4-оксобензо[d][1,2,3]триазин-3-илметил)O, O-диметил фосфородитиоат];
- бромфос [O-4-бromo-2,5-дихлорфенил O, O-диметил фосфородитиоат];
- карбофенотион [S-4-хлорофенилтиометил O, O-диэтил фосфородитиоат];
- хлорпирифос [O, O-диэтил O-3,5,6-трихлоро-2-пиридил фосфородитиоат];
- хлорпирифос-метил [O, O-диметил O-3,5,6-трихлоро-2-пиридил фосфородитиоат];
- диазион [O, O-диэтил O-2-изопропил-6-метилпиримидин-4-ил фосфородитиоат];
- диметоат [O, O-диметил S метилкарбоилметил фосфородитиоат];
- этион [O, O, O', O'-тетраэтил S, S'-метилен ди(фосфородитиоат)];
- фонофос [O-этил S-фенил этилфосфородитиоат];
- малатион [диэтил (диметокситиофосфорилтио)сукцинат];
- метидатион [S-2,3-дигидро-5-метокси-2-оксо-1,3,4-тиадиазол-3-илметил O, O-диметил-фосфородитиоат];
- паратион [O, O-диэтил O-4-нитрофенил фосфоротиоат];
- паратион-метил [O, O-диэтил O-паранитрофенилтиоат];
- пиримифос-этил [O-2-диэтиламино-6-метилпиримидин-4-ил O, O-диэтил фосфоротиоат];
- пиримифос-метил [O-2-диэтиламино-6-метилпиримидин-4-ил O, O-диметил фосфоротиоат].

Примечание — Общепринятые названия и химические названия (в квадратных скобках) приведены в соответствии с международной химической номенклатурой IUPAC и согласованы с [1].

4.12 Внутренний стандарт: трибутилфосфат.

4.13 Стандартные растворы фосфорорганических пестицидов

4.13.1 Основные растворы массовой концентрации 1000 мкг/см³

На весах (см. 5.10) взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,1$ мг такое количество исходного стандартного образца фосфорорганического пестицида (см. 4.11) или внутреннего стандарта (см. 4.12), которое дает в растворе массовую концентрацию 1000 мкг/см³. Перед взвешиванием необходимо проверить чистоту стандартного материала. Взвешенную массу количественно переносят в мерную колбу, разбавляют этилацетатом (см. 4.5) и доводят объем раствора до заданной величины этилацетатом. Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С — не более 6 мес.

4.13.2 Промежуточные растворы массовой концентрации 10 мкг/см³

Отмеряют пипеткой (см. 5.13) по 1 см³ каждого основного раствора (см. 4.13.1) в отдельные мерные колбы (см. 5.11) вместимостью 100 см³, разбавляют и доводят объем раствора до метки этилацетатом.

Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С — не более 1 мес.

Примечание — Стандарты фосфорорганических пестицидов при их правильном хранении стабильны. Исследования показали, что все беспримесные проверенные стандарты фосфорорганических пестицидов являются стабильными в течение 15 лет при хранении при температуре минус 18 °С, и основные растворы стандартов пестицида в толуоле 1 мг/см³ являются стабильными по крайней мере 3 года при хранении при температуре минус 18 °С.

Рекомендуется следующий способ более длительного хранения. Часть подготовленных стандартных растворов фосфорорганических пестицидов переносят в пузырьки из темного (коричневого) стекла с завинчивающимися крышками из политетрафторэтилена. Пузырьки взвешивают и хранят при температуре минус 20 °С. При необходимости пузырьки извлекают из морозильника, доводят до комнатной температуры и взвешивают. Если суммарная потеря массы (за счет испарения) составляет 10 % и более от замороженной чистой массы, пузырек утилизируют вместе с содержимым. Взвешивают и замораживают основные и промежуточные стандартные растворы, которые будут применяться более чем через 1 мес (как правило, в емкостях вместимостью 25 см³). В противном случае подготовленные стандартные растворы (обычно в емкостях вместимостью 2 см³) хранят при температуре 4 °С и уничтожают после хранения в течение 1 мес.

4.13.3 Рабочие растворы массовой концентрации 0,5 мкг/см³

Отмеряют пипеткой 5 см³ каждого промежуточного раствора (см. 4.13.2) в мерные колбы вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до *метки* этилацетатом (см. 4.5).

Срок хранения растворов в темном месте при температуре 4 °С — не более 1 мес (см. 4.13.2).

4.14 Контрольные (холостые) растворы

Холостые растворы представляют собой экстракты из аналогичных проб, не содержащих фосфорорганических пестицидов, что *проверяется* проведенными ранее испытаниями. Готовят холостые растворы так же, как и экстракты анализируемых проб.

Примечание — Следует использовать реактивы только признанной аналитической чистоты, аналогичной указанной, или более высокой квалификации, изготовленные по другой нормативной или технической документации, в том числе импортные, обеспечивающие анализ соответствующего пестицида, если нет других указаний.

Чистоту реактивов следует проверять в условиях, одинаковых с методом испытания. Хроматограмма не должна содержать следов каких-либо интерферирующих примесей.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Некоторые органические растворители могут являться канцерогенными веществами. Следует использовать их с осторожностью.

5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы

5.1 Воронки делительные *вместимостью* 500 и 1000 см³ с пробками и кранами из политетрафторэтилена (PTFE).

5.2 Колбы с тубусом 1(2)—500 по ГОСТ 25336.

5.3 Воронки Бюхнера 3 по ГОСТ 9147.

5.4 Пробирки градуированные *вместимостью* 10 см³ с пробками политетрафторэтилена (PTFE).

5.5 Трубки для хроматографии стеклянные длиной около 300 мм, с внутренним диаметром 8—10 мм, с грубой фриттовой пластиной с пористостью класса Р 100 (размер пор 40—100 мкм) [2] или с пробкой из стекловаты.

5.6 Испаритель вакуумный роторный с круглодонными колбами К-1(2)—100(500)—19/26(29/32, 34/36)-ТХС по ГОСТ 25336 и водяной баней с температурой (40 ± 2) °С.

5.7 Шейкер механический или блендер высокоскоростной.

5.8 Система газовой хроматографии

5.8.1 Система должна включать:

- инжекционную систему без деления потоков или через колонку;
- колонку;
- фосфор-селективный детектор или масс-селективный детектор;
- электрометр;
- mV-рекордер или интегратор;
- компьютер со специальным программным обеспечением для регистрации и обработки полученных данных.

5.8.2 Требования к системе газовой хроматографии

Все инжекционные порты, термостатированная колонка и детектор должны иметь собственные независимые нагреватели с *погрешностью* регулировки температуры не более ± 0,1 °С.

Параметры хроматографической системы должны быть регулируемы и должны быть оптимизированы под характеристики используемого измерительного прибора.

Инжекционный порт и датчик температуры должны быть рассчитаны на 220 °С — 240 °С и 180 °С — 380 °С соответственно согласно инструкции изготовителя.

Для разделения фосфорорганических примесей в капиллярной колонке рекомендуется программа, задающая температурный режим печи.

5.8.3 Инжекционная система

Может использоваться автосемплер или любое другое подходящее инжекционное устройство. Для ручных инъекций используют микрошприц с распылителем *вместимостью* 1—5 мм³, с длиной иглы, соответствующей режиму инъекции (без деления потоков или через колонку).

Перед впрыскиванием раствора в газовый хроматограф *необходимо* промыть шприц не менее 10 раз чистым растворителем, а затем еще пять раз — *вводимым* раствором. После ввода шприц прополоскать пять раз чистым растворителем.

5.8.4 Колонка

Рекомендуется использовать капиллярные колонки с фазами от неполярной до средней полярности, например SE-30, SE-54, OV-17 или эквивалентные.

Стандартные стеклянные колонки длиной 2—4 м, с внутренним диаметром 2—4 мм, заполненные 10 % DC-200 на Chromosorb WHP с размером частиц от 0,15 до 0,18 мм, или смесью 2 % QF1 и 1,5 % DC-200 на Chromosorb WHP с размером частиц от 0,125 до 1,15 мм, или любыми другими постоянными фазами и основой из инертного материала, рекомендованного для анализа остаточных фосфорорганических примесей.

Температурная программа колонки должна быть подобрана так, чтобы разделить смесь фосфорорганических пестицидов, перечисленных в пункте 1, на отдельные пестициды (см. приложение А).

После монтажа новой колонки ее выдерживают 48 ч при температуре, незначительно превышающей максимальную рабочую температуру, одновременно с продувкой газом-носителем.

5.8.5 Детектор

Используют фосфор-селективный детектор [пламенно-фотометрический датчик (FPD) или азотно-фосфорный детектор (NPD) в режиме Р] или масс-селективный детектор (MSD) с минимальным пределом обнаружения 50 пг фосфорсодержащих примесей.

5.8.6 Газ-носитель и подпитывающий газ

Используют чистый азот, чистый гелий или чистый водород.

Газ-носитель высушивают, пропуская его через 0,5 мкм молекулярное сито (ловушку), установленное на линии газа-носителя и предварительно активированное при температуре 350 °С в течение 4—8 ч.

Каждый раз при подсоединении к системе очередного газового баллона необходимо повторно активировать молекулярные сита.

5.8.7 Вспомогательные газы

Используют водород и воздух.

5.8.8 Проверка линейности системы

Линейность системы проверяют введением от 0,1 до 2 нг паратиона.

Готовят рабочие растворы с содержанием паратиона в пределах от 0,05 до 1,0 мкг/см³. Впрыскивают их по 2 мм³.

Строят график зависимости площади или высоты пика от массы, нг, введенного паратиона. График должен иметь вид прямой линии, идущей через начало координат. Если это условие нарушается, то устанавливают диапазон массовых концентраций, в пределах которых отклик детектора является линейным.

5.9 Мельница.

5.10 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью $\pm 0,0001$ г.

5.11 Колбы мерные 1(2)—100(250, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

5.12 Колбы конические Кн-2—1000—42-ТХС по ГОСТ 25336.

5.13 Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—1—1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

5.14 Сито с размером стороны квадратной ячейки 1 мм.

5.15 Насос электрический, или водоструйный, или Комовского.

5.16 Цилиндры 1(1, 2, 2а, 3, 4)—100(500) по ГОСТ 1770.

5.17 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание

1 Перед употреблением всю стеклянную посуду следует тщательно вымыть с моющим средством, свободным от интерферирующих веществ, ополоснуть чистой водой, затем ацетоном и просушить.

2 Не рекомендуется пользоваться посудой из пластмасс, не следует наносить смазку на пробки и вентили, поскольку примеси из них могут переходить в растворители.

3 Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов, по качеству не ниже указанных.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

Лабораторная проба должна быть представительной, не поврежденной и не загрязненной во время транспортирования и хранения.

7 Подготовка проб

Пробу для *испытания* готовят в соответствии с ГОСТ 31218.

Сухие или с небольшой влажностью лабораторные пробы (*зерно*, крупы, продукты *переработки* зерна, семена масличных культур и *продукты их переработки*, комбикорма, сено и т. д.) тщательно перемешивают и часть пробы измельчают на лабораторной мельнице (см. 5.9) до прохода через сито с отверстиями 1,0 мм (см. 5.14). Снова тщательно перемешивают.

Лабораторные пробы с высокой влажностью (*трава*, силос и т. д.) режут на мелкие кусочки и тщательно перемешивают до получения однородных проб.

8 Проведение испытания

8.1 Общие положения

Действия, перечисленные ниже, выполняют как на *анализируемой пробе*, подготовленной в соответствии с разделом 7, так и на холостой пробе (см. 4.14), *имеющей состав, аналогичный* составу анализируемой пробы. Холостой экстракт используют в качестве основы при подготовке градуировочного раствора.

8.2 Подготовка пробы для испытания

На весах (см. 5.10) *взвешивают* пробу, подготовленную в соответствии с разделом 7:

- $(50 \pm 0,1)$ г — для сухих или проб с низкой влажностью;

- $(100 \pm 0,1)$ г — для проб с высокой влажностью,

и помещают в коническую колбу *емкостью* 1000 см³ (см. 5.12).

8.3 Экстракция

Анализируемую пробу помещают в коническую колбу и добавляют столько воды (см. 4.1), чтобы общий объем составил приблизительно 100 см³. *Проба* должна хорошо пропитаться водой в течение приблизительно 5 мин. Затем в ту же колбу добавляют 200 см³ ацетона (см. 4.3), плотно закрывают и встряхивают непрерывно в течение 2 ч на механическом шейкере или гомогенизируют в течение 2 мин в высокоскоростном blenderе.

Суспензию фильтруют насосом через воронку Бюхнера (см. 5.3) с фильтровальной бумагой средней пористости (см. 5.17) в колбу с *тубусом емкостью* 500 см³ (см. 5.2). Коническую колбу или чашку blenderа и остаток на фильтровальной бумаге промывают двумя порциями ацетона по 25 см³, собирая *смывы* в ту же колбу с *тубусом* (см. 5.2).

Фильтрат переносят в делительную воронку (см. 5.1) *емкостью* 1000 см³. Колбу с *тубусом* (см. 5.2) промывают 100 см³ дихлорметаном (см. 4.4) и сливают *его* в делительную воронку, *добавляют* 250 см³ воды (см. 4.1) и приблизительно 50 см³ насыщенного раствора (см. 4.10) хлористого натрия. Закрывают и *встряхивают* 2 мин.

После разделения фаз сливают нижнюю фазу (дихлорметан) во вторую делительную воронку *емкостью* 500 см³ (см. 5.1). Повторяют процедуру дважды с 50 см³ дихлорметана (см. 4.4) и объединяют экстракты во второй делительной воронке.

Экстракт в дихлорметане промывают двумя порциями воды по 100 см³, водную *фракцию отбирают*.

Промытый экстракт фильтруют через фильтровальную бумагу с 20 г *сернистого* натрия (см. 4.9) в колбу для вакуумного испарителя (см. 5.6) *емкостью* 500 см³. Ополаскивают делительную воронку и промывают *сернистый* натрий двумя порциями дихлорметана по 10 см³ и добавляют их в ту же колбу.

Экстракт выпаривают в вакууме при температуре не более 40 °С до объема приблизительно 2 см³. Раствор *количественно переносят* в градуированную пробирку (см. 5.4) *емкостью* 10 см³, используя 1—2 см³ гексана (см. 4.2), и выпаривают в азоте приблизительно до 1 см³.

Не допускают полное выпаривание экстракта, *так как это может привести* к потере фосфорорганических пестицидов *вследствие* летучести растворителя или к неполному растворению осадка.

8.4 Очистка экстракта на колонке

8.4.1 Подготовка колонки

Помещают 5 г 10%-ного дезактивированного водой силикагеля (см. 4.6) в стеклянную трубку для хроматографии (см. 5.5). На поверхность силикагеля помещают 5 г безводного *сернистого* натрия (см. 4.9). Подготовленную колонку промывают 20 см³ гексана (см. 4.2).

Примечание — Вместо колонки с силикагелем можно использовать молотый кремнезем или Florisil картридж (например, Millipore SEP PAK) после проверки эффективности и отсутствия загрязнений.

8.4.2 Очистка

Концентрированный экстракт (см. 8.3) количественно переносят на поверхность подготовленной колонки (см. 8.4.1) с помощью 1—2 см³ гексана (см. 4.2).

Фосфорорганические пестициды элюируют с помощью 50 см³ элюирующего растворителя (см. 4.7) и элюат собирают в колбу вакуумного испарителя вместимостью 100 см³.

Элюат выпаривают по 8.3, но с использованием этилацетата (см. 4.5) вместо гексана, а затем доводят объем раствора до 10 см³ этилацетатом для хроматографии.

Если используется внутренний стандарт, то перед окончательным разбавлением до 10 см³ этилацетатом добавляют 0,5 см³ промежуточного раствора трибутилфосфата (см. 4.13.2).

Готовят холостой раствор (см. 4.14), используемый для приготовления контрольного градуировочного раствора (см. 8.5).

8.5 Газовая хроматография

Систему газового хроматографа (см. 5.8) готовят в соответствии с рекомендациями по эксплуатации.

Примеры условий работы газового хроматографа приведены в приложении А.

Вводят 1—2 мм³ рабочего раствора (см. 4.13.3), а затем такой же объем экстракта анализируемой пробы (см. 8.4.2). При необходимости экстракт разбавляют гексаном.

Индивидуальные пики фосфорорганического пестицида идентифицируют по времени удерживания.

Содержание фосфорорганических пестицидов в экстракте определяют, сравнивая размер полученных пиков с пиками для известного количества соответствующего пестицида в рабочем растворе.

Если результат равен или превышает предельно допустимое количество фосфорорганических пестицидов, то используют контрольный градуировочный раствор, который получают добавлением к холостому экстракту соответствующих объемов промежуточных стандартных растворов пестицидов (см. 4.13.2), выявленных в растворе пробы. Количество добавки должно быть таким, чтобы размер пиков этого контрольного раствора находился в пределах 25 % размера пиков в экстракте анализируемой пробы. Объем доводят до 10 см³ этилацетатом (см. 4.5). В газовый хроматограф впрыскивают объем, равный введенному объему экстракта анализируемой пробы.

Определяют содержание фосфорорганического пестицида, сравнивая размер пика экстракта анализируемой пробы с размером соответствующего пика контрольного раствора.

9 Обработка результатов

9.1 Вычисления

Содержание каждого фосфорорганического пестицида в анализируемой пробе, w , мкг/г, вычисляют с помощью уравнения

$$w = \frac{A \cdot m_s \cdot V}{A_s \cdot m \cdot V_1}, \quad (1)$$

где A — площадь (или высота) пика пестицида в растворе анализируемой пробы;

m_s — масса пестицида в объеме, введенном в газовый хроматограф, нг;

V — конечный объем анализируемого раствора с учетом всех необходимых разбавлений, см³;

A_s — площадь (или высота) соответствующего пика фосфорорганического пестицида в стандартном или в соответствующем контрольном стандартном растворе;

m — масса анализируемой пробы, г;

V_1 — объем экстракта анализируемой пробы, введенный в газовый хроматограф, мм³.

9.2 Проверка метода

Метод проверяют экспериментами восстановления, проведенными на контрольных холостых пробах с добавкой на уровне 0,1 мкг/г.

К части объема холостого раствора добавляют известное количество раствора фосфорорганического пестицида. Дают отстояться в течение 30 мин, затем анализируют полученный раствор вместе с первоначальным холостым раствором без добавленных пестицидов.

Для каждого фосфорорганического пестицида коэффициент восстановления X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{w_{\text{пр+доб}} - w_{\text{пр}}}{w_{\text{доб}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $w_{\text{пр+доб}}$ — содержание фосфорорганического пестицида в холостом растворе с добавкой, мкг/г;
 $w_{\text{пр}}$ — содержание фосфорорганического пестицида в холостом растворе без добавки, мкг/г;
 $w_{\text{доб}}$ — содержание фосфорорганического пестицида в добавке, мкг/г;
 100 — коэффициент пересчета в проценты.

Значение коэффициента восстановления для каждого фосфорорганического пестицида должно быть от 70 % до 110 %.

Примечание — Если найденное содержание фосфорорганического пестицида в анализируемой пробе превышает предельно допустимое, результат должен быть подтвержден одновременным восстановлением аналогичной пробы.

10 Подтверждение результата

Если результат испытаний равен или превышает предельно допустимое содержание фосфорорганического пестицида, то его необходимо подтвердить либо хроматографией со второй колонкой со значительно отличающейся полярностью, либо, если имеется соответствующий измерительный прибор, методом газовой хроматографии — масс-спектрометрии.

11 Прецизионность

Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2.

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний прецизионности метода приведены в приложении Б. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам массовых концентраций и пробам, отличающимся от приведенных в приложении Б.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости (r), указанный в таблицах Б.1—Б.15 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости (R), указанный в таблицах Б.1—Б.15 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний необходимо указать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, если известен;
- используемый метод определения со ссылкой на настоящий стандарт;
- все детали испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как несущественные, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный результат испытания или среднееарифметическое значение результатов двух определений, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

**Примеры условий работы газового хроматографа
для определения содержания фосфорорганических пестицидов**

А.1 Пример 1

| | |
|-------------------|--|
| Колонка: | кварцевая капиллярная OV-1, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм; |
| Температура печи: | 60 °С в течение 2 мин, 20 °С/мин до 130 °С; 6 °С/мин до 240 °С, 240 °С в течение 5 мин; |
| Инжектор: | без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на предварительно прогретую колонку; |
| Детектор: | NPD в режиме P, 280 °С или MSD. |

А.2 Пример 2

| | |
|-------------------|--|
| Колонка: | кварцевая капиллярная SE-54, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм; |
| Температура печи: | 60 °С в течение 0,5 мин, 30 °С/мин до 130 °С; 8 °С/мин до 240 °С, 240 °С в течение 2 мин; |
| Инжектор: | без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на колонку с температурой окружающей среды; |
| Детектор: | NPD в режиме P, 280 °С или MSD. |

А.3 Пример 3

| | |
|-------------------|--|
| Колонка: | кварцевая капиллярная OV-17, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм; |
| Температура печи: | 60 °С в течение 0,5 мин, 30 °С/мин до 160 °С; 6 °С/мин до 280 °С, 280 °С в течение 4 мин; |
| Инжектор: | без деления потока, 250 °С или на колонку с температурой окружающей среды; |
| Детектор: | NPD в режиме P, 280 °С или MSD. |

Приложение Б
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний, организованных румынской организацией по стандартизации (ASRO) в 1996 году, и осуществлялась в соответствии с [3]¹⁾. В этих испытаниях участвовали 12 лабораторий. Были исследованы образцы следующего состава: 50 % кукурузы, 20 % ячменя, 20 % соевой муки, 3 % рыбной муки, 3 % жира, 1 % премикса, 1,5 % дикальция фосфата, 1,2 % карбоната кальция и 0,3 % соли, с содержанием фосфорорганических пестицидов от 0,05 мкг/г до 0,1 мкг/г.

Примечание — Полученные данные показывают, что число (7) лабораторий сохраняется после устранения выбросов и не полностью отвечает требованиям протоколов IUPAC-AOAC-ISO (необходимы по крайней мере результаты восьми лабораторий, после устранения выбросов). Тем не менее полученные показатели точности считаются приемлемыми для использования в практике, хотя вероятность уровня повторяемости и воспроизводимости пределов будет меньше 95 %. Эти результаты были приняты из-за нестабильности образцов, которая создает большие проблемы в организации международных межлабораторных испытаний.

Таблица Б.1 — Статистические результаты для азинфос-этила

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,043 | 0,081 | 0,42 | 0,79 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0039 | 0,0053 | 0,034 | 0,061 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 9,0 | 6,5 | 8,2 | 7,6 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,011 | 0,015 | 0,10 | 0,17 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0054 | 0,013 | 0,058 | 0,102 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,6 | 14,0 | 13,9 | 12,39 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,015 | 0,032 | 0,16 | 0,29 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г азинфос-этила; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г азинфос-этила; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г азинфос-этила; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г азинфос-этила. | | | | |

Таблица Б.2 — Статистические результаты для азинфос-метила

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,042 | 0,085 | 0,43 | 0,82 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0038 | 0,0052 | 0,037 | 0,052 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 9,0 | 6,1 | 8,6 | 6,3 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,011 | 0,015 | 0,104 | 0,15 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0052 | 0,0118 | 0,049 | 0,107 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,4 | 13,9 | 11,3 | 13,0 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,015 | 0,033 | 0,137 | 0,30 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г азинфос-метила; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г азинфос-метила; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г азинфос-метила; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г азинфос-метила. | | | | |

¹⁾ Международный стандарт, использованный для проверки прецизионности, в настоящее время отменен.

Таблица Б.3 — Статистические результаты для бромфоса

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|--------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,045 | 0,082 | 0,44 | 0,84 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0039 | 0,0057 | 0,028 | 0,055 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,6 | 7,0 | 6,3 | 6,6 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,016 | 0,0078 | 0,15 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0056 | 0,0103 | 0,052 | 0,097 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,5 | 12,5 | 11,8 | 11,5 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,016 | 0,029 | 0,146 | 0,27 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г бромфоса; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г бромфоса; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г бромфоса; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г бромфоса. | | | | |

Таблица Б.4 — Статистические результаты для карбофентиона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,077 | 0,43 | 0,85 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0039 | 0,0054 | 0,036 | 0,055 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,9 | 7,0 | 8,5 | 6,4 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,015 | 0,10 | 0,15 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0062 | 0,0112 | 0,054 | 0,092 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 14,5 | 14,6 | 12,5 | 10,9 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,017 | 0,031 | 0,15 | 0,26 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г карбофентиона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г карбофентиона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г карбофентиона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г карбофентиона. | | | | |

Таблица Б.5 — Статистические результаты для хлорпирифоса

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,089 | 0,46 | 0,86 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0039 | 0,0053 | 0,036 | 0,051 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,9 | 6,0 | 7,8 | 5,9 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,015 | 0,10 | 0,14 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0059 | 0,0097 | 0,044 | 0,102 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,7 | 10,9 | 9,6 | 11,8 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,017 | 0,027 | 0,123 | 0,28 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г хлорпирифоса; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г хлорпирифоса; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г хлорпирифоса; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г хлорпирифоса. | | | | |

Таблица Б.6 — Статистические результаты для хлорпирифос-метила

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,090 | 0,47 | 0,91 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0038 | 0,0058 | 0,027 | 0,06 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,7 | 6,4 | 5,7 | 6,6 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,016 | 0,076 | 0,168 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0055 | 0,0127 | 0,047 | 0,112 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,6 | 14,1 | 10,0 | 12,3 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,015 | 0,036 | 0,13 | 0,314 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г хлорпирифос-метила; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г хлорпирифос-метила; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г хлорпирифос-метила; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г хлорпирифос-метила. | | | | |

Таблица Б.7 — Статистические результаты для диазинона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,091 | 0,46 | 0,88 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0037 | 0,0057 | 0,030 | 0,061 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,4 | 6,2 | 6,5 | 6,9 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,010 | 0,016 | 0,084 | 0,17 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0067 | 0,0107 | 0,043 | 0,125 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 15,2 | 11,7 | 9,3 | 14,2 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,019 | 0,030 | 0,12 | 0,35 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г диазинона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г диазинона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г диазинона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г диазинона. | | | | |

Таблица Б.8 — Статистические результаты для диметоата

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,085 | 0,44 | 0,96 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0042 | 0,0068 | 0,038 | 0,067 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 9,6 | 8,0 | 8,6 | 7,0 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,012 | 0,019 | 0,106 | 0,19 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0069 | 0,0127 | 0,051 | 0,147 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 15,6 | 15,0 | 11,7 | 13,7 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,019 | 0,036 | 0,143 | 0,41 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г диметоата; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г диметоата; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г диметоата; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г диметоата. | | | | |

Таблица Б.9 — Статистические результаты для этиона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,088 | 0,446 | 0,876 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0043 | 0,0056 | 0,038 | 0,055 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 9,8 | 6,4 | 8,5 | 6,2 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,012 | 0,016 | 0,106 | 0,154 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0059 | 0,0098 | 0,057 | 0,086 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 13,5 | 11,1 | 12,7 | 9,9 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,017 | 0,027 | 0,16 | 0,24 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г этиона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г этиона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г этиона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г этиона. | | | | |

Таблица Б.10 — Статистические результаты для фенотоса

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,046 | 0,087 | 0,46 | 0,85 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0036 | 0,0058 | 0,028 | 0,056 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 7,8 | 6,7 | 6,1 | 6,6 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,010 | 0,016 | 0,08 | 0,16 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0053 | 0,0012 | 0,05 | 0,09 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 11,5 | 11,0 | 10,9 | 10,6 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,015 | 0,034 | 0,14 | 0,25 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г фенотоса; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г фенотоса; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г фенотоса; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г фенотоса. | | | | |

Таблица Б.11 — Статистические результаты для малатиона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,046 | 0,090 | 0,47 | 0,93 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0046 | 0,0075 | 0,035 | 0,064 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 10,0 | 8,3 | 7,5 | 6,9 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,0129 | 0,021 | 0,098 | 0,179 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0072 | 0,0136 | 0,088 | 0,132 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 15,8 | 15,0 | 12,3 | 14,2 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,020 | 0,038 | 0,162 | 0,37 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г малатиона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г малатиона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г малатиона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г малатиона. | | | | |

Таблица Б.12 — Статистические результаты для метидатиона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,045 | 0,085 | 0,44 | 0,88 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0039 | 0,006 | 0,042 | 0,058 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,7 | 7,0 | 9,5 | 6,6 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,017 | 0,012 | 0,16 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0058 | 0,011 | 0,048 | 0,118 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,9 | 12,9 | 10,9 | 13,4 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,016 | 0,031 | 0,13 | 0,33 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г метидатиона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г метидатиона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г метидатиона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г метидатиона. | | | | |

Таблица Б.13 — Статистические результаты для паратиона

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,089 | 0,47 | 0,86 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0036 | 0,0051 | 0,037 | 0,049 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,2 | 5,7 | 7,8 | 5,7 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,010 | 0,014 | 0,010 | 0,137 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0056 | 0,011 | 0,048 | 0,102 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,8 | 12,4 | 10,3 | 11,9 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,016 | 0,031 | 0,13 | 0,286 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г паратиона; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г паратиона; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г паратиона; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г паратиона. | | | | |

Таблица Б.14 — Статистические результаты для паратион-метила

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|--------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,044 | 0,091 | 0,47 | 0,89 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мкг/г | 0,0038 | 0,0057 | 0,03 | 0,051 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,6 | 6,3 | 6,4 | 5,8 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_p$), мкг/г | 0,011 | 0,016 | 0,084 | 0,143 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0051 | 0,012 | 0,048 | 0,099 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 11,6 | 13,2 | 10,3 | 11,1 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,014 | 0,034 | 0,134 | 0,277 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г паратион-метила; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г паратион-метила; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г паратион-метила; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г паратион-метила. | | | | |

Таблица Б.15 — Статистические результаты для пиримифоса

| Наименование показателя | Значение параметра для образцов ^{а)} | | | |
|---|---|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Количество лабораторий после удаления выбросов | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Количество принятых результатов | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Среднее значение содержания фосфорорганических пестицидов, мкг/г | 0,0435 | 0,085 | 0,44 | 0,86 |
| Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мкг/г | 0,0036 | 0,006 | 0,029 | 0,053 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 8,2 | 7,1 | 6,6 | 6,1 |
| Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г | 0,010 | 0,017 | 0,081 | 0,148 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R , мкг/г | 0,0053 | 0,012 | 0,046 | 0,111 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 12,2 | 14,1 | 10,5 | 12,9 |
| Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г | 0,015 | 0,029 | 0,123 | 0,31 |
| ^{а)} 1 — образец с добавлением 0,05 мкг/г пиримифоса; 2 — образец с добавлением 0,1 мкг/г пиримифоса; 3 — образец с добавлением 0,5 мкг/г пиримифоса; 4 — образец с добавлением 1,0 мкг/г пиримифоса. | | | | |

Приложение ДА
(справочное)

**Сопоставление структуры настоящего стандарта
со структурой примененного в нем международного стандарта**

Таблица ДА.1

| Структура настоящего стандарта | | Структура международного стандарта | |
|--------------------------------|-------|------------------------------------|-------|
| подраздел | пункт | подраздел | пункт |
| <i>Раздел 5</i> | | <i>Раздел 5</i> | |
| 5.1 | — | 5.1 | — |
| 5.2 | — | 5.2 | — |
| 5.3 | — | 5.3 | — |
| 5.4 | — | 5.4 | — |
| 5.5 | — | 5.5 | — |
| 5.6 | — | 5.6 | — |
| 5.7 | — | 5.7 | — |
| 5.8 | — | 5.8 | — |
| 5.9 | — | — | — |
| 5.10 | — | — | — |
| 5.11 | — | — | — |
| 5.12 | — | — | — |
| 5.13 | — | — | — |
| 5.14 | — | — | — |
| 5.15 | — | — | — |
| 5.16 | — | — | — |
| 5.17 | — | — | — |
| <i>Раздел 6</i> | | <i>Раздел 6</i> | |
| <i>Раздел 7</i> | | <i>Раздел 7</i> | |
| <i>Раздел 8</i> | | <i>Раздел 8</i> | |
| 8.1 | — | 8.1 | — |
| 8.2 | — | 8.2 | — |
| 8.3 | — | 8.3 | — |
| 8.4 | 8.4.1 | 8.4 | 8.4.1 |
| | 8.4.2 | | 8.4.2 |
| 8.5 | — | 8.5 | — |
| <i>Раздел 9</i> | | <i>Раздел 9</i> | |
| 9.1 | — | 9.1 | — |
| 9.2 | — | 9.2 | — |

Окончание таблицы ДА.1

| Структура настоящего стандарта | | Структура международного стандарта | |
|---|-----------|------------------------------------|----------|
| подраздел | пункт | подраздел | пункт |
| <i>Раздел 10</i> | | <i>Раздел 10</i> | |
| <i>Раздел 11</i> | | <i>Раздел 11</i> | |
| 11.1 | — | 11.1 | — |
| 11.2 | — | 11.2 | — |
| 11.3 | — | 11.3 | — |
| <i>Раздел 12</i> | | <i>Раздел 12</i> | |
| <i>Приложение</i> | <i>А</i> | <i>Приложение</i> | <i>А</i> |
| | <i>Б</i> | | <i>В</i> |
| | <i>ДА</i> | | — |
| <i>Библиография</i> | | <i>Библиография</i> | |
| <p>Примечания</p> <p>1 Сравнение структур стандартов приведено начиная с раздела 5, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.</p> <p>2 Раздел 5 настоящего стандарта дополнен подразделами с указанием используемого оборудования.</p> <p>3 В соответствии с ГОСТ 1.5—2001 и ГОСТ 1.3—2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА «Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта».</p> | | | |

Библиография

- [1] ISO 1750:1981 Pesticides and other agrochemicals — Common names (Пестициды и другие агрохимикаты. Общие наименования)
- [2] ISO 4793:1980 Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation [Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классификация и обозначение]
- [3] ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Прецизионность методов. Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода испытания в межлабораторных испытаниях)

УДК 636.085.3:006.354

МКС 65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, метод, фосфорсодержащие пестициды, азинфос-этил, азинфосметил, бромофос, карбофенотион, хлорпирифос, хлорпирифосметил, диазинон, диметоат, этион, фонофос, малатион, метидатион, паратион, паратион-метил, пиримифос-этил, пиримифос-метил, экстракция, очистка, хроматографическая колонка, газовая хроматография

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 12.05.2020. Подписано в печать 25.06.2020. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,40.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru