

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания
по методам контроля**

Сборник

**МУК 4.1.2593—10; 4.1.2595—10; 4.1.2673—10;
4.1.2674—10; 4.1.2680—2682—10; 4.1.2685—10;
4.1.2686—10; 4.1.2688—10; 4.1.2689—10; 4.1.2691—10**

ББК 51.21
М54

М54 Методические указания по методам контроля: Сборник.—
М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребна-
дзора, 2010.—179 с.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2010
© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

МУК 4.1.2593—10; 4.1.2595—10; 4.1.2673—10; 4.1.2674—10; 4.1.2680—2682—10;
4.1.2685—10; 4.1.2686—10; 4.1.2688—10; 4.1.2689—10; 4.1.2691—10

Содержание

Определение остаточных количеств Флуорохлоридона в почве, семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2593—10	4
Определение остаточных количеств имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2595—10	21
Определение остаточных количеств дитианона в ботве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2673—10	35
Определение остаточных количеств бифентрина в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2674—10	47
Определение остаточных количеств метазахлора в капусте методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2680—10	59
Определение остаточных количеств пиклорама в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2681—10	71
Определение остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2682—10	87
Измерение концентраций топрамезона в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2685—10	101
Определение остаточных количеств Бета-цифлутрина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2686—10	115
Определение остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2688—10	135
Определение остаточных количеств диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2689—10	149
Определение остаточных количеств ацетамиприда в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2691—10	163

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
диметоморфа в ягодах винограда и виноградном
соке методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

МУК 4.1.2689—10

БКБ 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны сотрудниками Всероссийского НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, И. К. Журкович, Н. В. Луговкина, Н. Г. Ковров).
2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10.06.2010 г. № 1).
3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 августа 2010 г.
4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.
5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

02 августа 2010 г.

Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

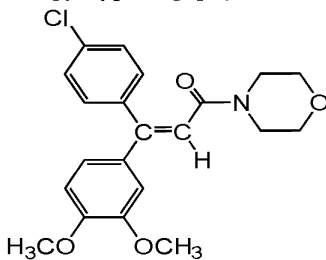
**Определение остаточных количеств диметоморфа
в ягодах винограда и виноградном соке методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2689—10**

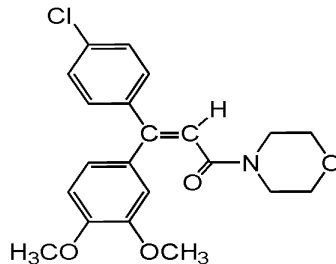
Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в ягодах и соке винограда массовой концентрации диметоморфа в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Действующее вещество: Диметоморф.

Структурная формула:



(E)-



(Z)-

Мол. масса: 387,9

Брутто формула: C₂₁H₂₂ClNO₄

(*E,Z*)-4-[3-(4-хлорофенил)-3-(3,4-диметоксифенил)акрилоил]морфолин (IUPAC)

(*E,Z*)-4-[3-(4-хлорофенил)-3-(3,4-диметоксифенил)-1-оксо-2-пропенил]морфолин (CAS)

Смесь изомеров представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 125,2—149,2 °С. (*E*)-изомер имеет температуру плавления 136,8—138,3 °С, давлением паров $9,7 \times 10^{-4}$ мПа (25 °С). (*Z*)-изомер имеет температуру плавления 166,3—168,5 °С, давлением паров $1,0 \times 10^{-3}$ мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе *n*-октанол-вода K_{ow} $I_{gP} = 2,63$ для (*E*)-изомера; 2,73 для (*Z*)-изомера (20 °С). Растворимость в воде 81,1 (рН 5), 49,2 (рН 7), 41,8 (рН 9) (мг/дм³, 20 °С).

Растворимость в органических растворителях (мг/дм³, 20 °С): *n*-гексан – 0,11; толуол – 49,5; дихлорметан – 461; метанол – 39; ацетон – 100; этилацетат – 48,3.

Гидролитически и термически стабилен в нормальных условиях. (*E*)- и (*Z*)-изомер переходят друг в друга на свету.

Краткая токсикологическая характеристика: LD₅₀ для крыс 3500—4300, мышей 3700—5000 мг/кг. Острая кожная активность для крыс LD₅₀ > 5000 мг/кг. Не раздражает кожу и глаз (кролики). Ингаляционная активность LC₅₀ > 4,2 мг/дм³. LD₅₀ для пчёл > 100 мкг/особь.

Область применения: локальный системный фунгицид, ингибитор образования клеточной стенки грибного оомицета, ингибитор роста и спороношения грибов.

Гигиенические нормативы: ВМДУ диметоморфа в винограде 0,5 мг/кг.

1. Метрологическая характеристика метода

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.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм ³)	Норматив точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Ягоды винограда	0,01—0,10	≤ 50	6	16,6	28
Виноградный сок	0,01—0,10	≤ 50	7	19,4	28

Таблица 2

Полнота извлечения диметоморфа, 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 %
Ягоды винограда	0,01	0,01—0,10	88,7	7,5	15
Виноградный сок	0,01	0,01—0,10	84,8	7,7	15,5

2. Метод измерения

Методика основана на определении диметоморфа методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов ацетонитрилом в присутствии ацетатного буфера, насыщенного сульфатом магния, и обеспечивающего разделение водной и органической фаз, и очистки ацетонитрильного экстракта силикагелем с помощью дисперсионной твердофазной экстракции при одновременном удалении воды безводным сульфатом магния.

Идентификация диметоморфа проводится по времени удерживания, количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерения

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 24104—2001

Весы технические ВЛКТ-500 ГОСТ 24104—80

Колбы мерные на 10, 25, 50, 100 см³ ГОСТ 23932—90

Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1000 мм³ и от 1 до 5 см³

Пипетки градуированные ГОСТ 29227—91

Цилиндры мерные на 50 и 100 см³ ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы и материалы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ»

или хч ТУ 6-09-3534—87

Вода бидистиллированная, деионизированная ГОСТ 6709—79

Диметоморф с содержанием основного компонента 99,7 % (Shell Research Limited)

Кислота ортофосфорная, хч ГОСТ 6552—80

Кислота уксусная, ледяная ГОСТ 61—69

Магний серноокислый безводный, хч ГОСТ 4523—67

Натрий уксуснокислый, ч ГОСТ 199—68

Силикагель, Merck 1.09385.1000

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М Н₃Р₀4 в соотношении 50 : 50

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC VEN

C18 (100 x 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)

Аппарат для встряхивания

Воронки лабораторные В-75-110 ГОСТ 25 336—82

Бидистиллятор

Концентрирующие патроны Диапак С16
(БиоХимМак)

Пробирки с притёртыми пробками
на 10, 20 см³

ГОСТ 25336—82

Фильтры бумажные «красная лента»

ТУ 6.091678—86

Центрифуга ОПн-8УХЛ4.2

ТУ 5.375-4261—76

Шприц медицинский с разъемом Льюера,

ГОСТ 22090

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха 20 ± 5 °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Acquity VEN C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы ($0,1$ — $0,2$ см³/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *0,005 М раствор ортофосфорной кислоты*: $0,5 \pm 0,01$ г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм³, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. *Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см³*: точную навеску диметоморфа ($50 \pm 0,5$ мг), переносят в мерную колбу на 100 см³, растворяют в ацетонитриле и доводят объем ацетонитрилом до метки).

Градуировочные растворы с концентрациями 0,01, 0,02, 0,05 и 0,1 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления по объёму, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50).

7.3.2. *Раствор № 1 с концентрацией 0,1 мкг/см³*: в мерную колбу на 100 см³ пипеткой вносят 1 см³ основного раствора и доводят до метки раствором подвижной фазы (5 мкг/см³). Затем 10 см³ полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу на 100 см³ и вновь доводят до метки раствором подвижной фазы (0,5 мкг/см³). После этого в мерную колбу на 100 см³ вносят 20 см³ полученного после второго разбавления раствора и доводят до метки раствором подвижной фазы (0,1 мкг/см³).

7.3.3. *Раствор № 2 с концентрацией 0,05 мкг/см³*: в мерную колбу на 100 см³ вносят пипеткой 50 см³ раствора № 1 и доводят до метки раствором подвижной фазы.

7.3.4. *Раствор № 3 с концентрацией 0,02 мкг/см³*: в мерную колбу на 100 см³ вносят пипеткой 40 см³ раствора № 2 и доводят до метки раствором подвижной фазы.

7.3.5. *Раствор № 4 с концентрацией 0,01 мкг/см³*: в мерную колбу на 100 см³ вносят пипеткой 20 см³ раствора № 2 и доводят до метки раствором подвижной фазы.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке используют ацетонитрильные растворы вещества. Например, раствор внесения с концентрацией диметоморфа 0,1 мкг/см³ готовят из основного раствора с концентрацией 0,5 мг/см³ методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом аналогично п. 7.3.2.

7.4. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация диметоморфа в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм³ градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации диметоморфа в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора. Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не хуже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_k|}{C} \cdot 100 \leq \lambda_{\text{контр.}}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации диметоморфа в градуировочном растворе,

C_x – результат контрольного измерения массовой концентрации диметоморфа в градуировочном растворе,

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб винограда производят в соответствии с ГОСТ 25896—83 «Виноград свежий столовый. Технические условия». Пробы ягод винограда хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 6 месяцев. Пробы виноградного сока хранят в холодильнике при температуре $0\text{—}4\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение недели.

9 Проведение определения

9.1. Определение диметоморфа в виноградном соке

Перед проведением анализа пробу отфильтрованного через бумажный фильтр виноградного сока объёмом $10 \pm 0,05\text{ см}^3$ пропускают через концентрирующий патрон Диапак С16. Фильтрат отбрасывают. Диметоморф элюируют 10 см^3 смеси ацетонитрила и воды в соотношении 4 : 1. Элюат собирают, переносят в тefлоновую центрифужную пробирку и дальнейшую обработку проводят по п. 9.2.

10.2 Определение диметоморфа в ягодах винограда

Гомогенизированные пробы ягод винограда массой $10 \pm 0,1\text{ г}$ помещают в тefлоновую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3 , прибавляют 2 см^3 воды, 8 см^3 ацетонитрила, $0,1\text{ см}^3$ ледяной уксусной кислоты, 4 г безводного сульфата магния и 1 г уксуснокислого натрия. Пробирку плотно закрывают пробкой, встряхивают на аппарате в течение 15 минут и центрифугируют при скорости 8000 об/мин в течение 10 минут. Измеряют объем супернатанта и количественно переносят его в другую тefлоновую центрифужную пробирку. Прибавляют силикагель и безводный сульфат магния из расчета 50 мг силикагеля и 150 мг сульфата магния на 1 см^3 супернатанта. Пробирку плотно закрывают пробкой, встряхивают на аппарате в течение 15 минут и центрифугируют при скорости 8000 об/мин в течение 10 минут. Количественно отбирают с помощью шприца верхний ацетонитрильный слой, переносят его в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и доводят объем до метки $0,005\text{ М}$ фосфорной кислотой. 10 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф.

10.3. Условия хроматографирования

Ультразффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 x 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки $30 \pm 1^\circ\text{C}$. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50. Скорость потока элюента: $0,2 \text{ см}^3/\text{мин}$. Рабочая длина волны УФ-детектора 245 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3 .

Время удерживания *E*-диметоморфа $3,2 \pm 0,1 \text{ мин}$.

Время удерживания *Z*-диметоморфа $4,5 \pm 0,1 \text{ мин}$.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций $0,01\text{—}0,1 \text{ мкг}/\text{см}^3$.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке (*X*, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(S_1^x + S_2^x) \cdot K \cdot V}{P} \cdot f, \text{ где}$$

$(S_1^x + S_2^x)$ – сумма площадей пиков изомеров диметоморфа в анализируемой пробе, мм^2 (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения градуировочной зависимости ($\text{мкг}/\text{см}^3 : \text{мм}^2$);

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

P – навеска анализируемого образца, г, для виноградного сока – объем в см^3 ;

f – коэффициент извлечения диметоморфа = $100/\text{полноту определения}$ (приведенную в табл. 2, например, для ягод винограда $100/88,7 = 1,13$).

Содержание остаточных количеств диметоморфа в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2-х параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор диметоморфа $0,1 \text{ мкг}/\text{см}^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Оценка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. 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 0,01 мг/кг*, где *–0,01 мг/кг – предел обнаружения диметоморфа в винграде).

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 внутри-лабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки C_0 должна удовлетворять условию:

$$C_0 = \Delta_{л, X} + \Delta_{л, X'},$$

где $\pm \Delta_{л, X}$ ($\pm \Delta_{л, X'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой, соответственно), мг/кг, при этом:

$$\Delta_{л} = \pm 0,84\Delta$$

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:

$$K_k = X' - X - C_0,$$

где X' , X , C_0 – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л, X'}^2 + \Delta_{л, X}^2}, \quad (1)$$

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.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

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

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

X1, X2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;
R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций), %.

15. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург).