

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
пропиконазола в ягодах винограда и  
виноградном соке, зеленой массе, семенах и  
масле рапса методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2592—10**

ББК 51.23

О60

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

1. Разработаны Всероссийский НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, И. К. Журкович, Н. В. Луговкина, Н. Г. Ковров).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 03.12.2009 № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 26 марта 2010 г.

4. Введены в действие с 26 марта 2010 г.

5. Введены впервые.

**ББК 51.23**

© Роспотребнадзор, 2010

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

## УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

26 марта 2010 г.

Дата введения: 26 марта 2010 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств пропиконазола  
в ягодах винограда и виноградном соке,  
зеленой массе, семенах и масле рапса методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2592—10**

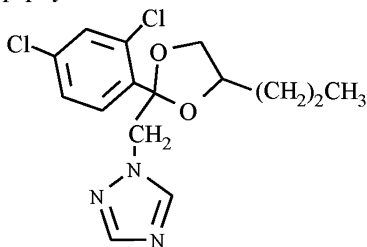
## 1. Вводная часть

*1.1. Краткая характеристика препарата*

Действующее вещество: пропиконазол (смесь диастереомеров).

Название действующего вещества по номенклатуре ИЮПАК: (±)-1-[2-(2,4-дихлорофенил)-4-пропил-1,3-диоксалан-2-улетил]-1H-1,2,4-триазол.

Структурная формула:



Эмпирическая формула:  $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$

Молекулярная масса: 342,2.

Химически чистое вещество: вязкая желтоватая жидкость без запаха.

Температура плавления:  $-23\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Давление пара при  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ : 0,027 мПа.  $K_{OW}\log P = 3,72$  (рН 6,6,  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Растворимость в воде ( $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) –  $100\text{ мг/дм}^3$ . В н-гексане – 47, в ацетонитриле –  $168\text{ г/дм}^3$ . Растворим в этаноле, ацетоне, толуоле, хлористом метиле (25  $^{\circ}\text{C}$ ), этилацетате (25  $^{\circ}\text{C}$ ) и н-октаноле. Стабилен до  $320\text{ }^{\circ}\text{C}$  без значительного гидролиза. Слабое основание,  $pK_a$  1,09.

### ***1.2. Краткая токсикологическая характеристика***

ЛД<sub>50</sub> для крыс 1517, мышей 1490 мг/кг (орально). При подкожном введении ЛД<sub>50</sub> дерм для крыс  $> 4\ 000$ , для кроликов  $> 6\ 000$  мг/кг.

ЛК<sub>50</sub> (96 ч): для карпа 6,8, ушастого окуня 6,4, радужной форели 4,3—5,3 мг/дм<sup>3</sup>. Не раздражает глаза и кожу кроликов.

### ***1.3. Область применения препарата***

Системный фунгицид широкого спектра действия

## **2. Методика определения пропиконазола в ягодах винограда и виноградном соке, зеленой массе, семенах и масле рапса методом ВЭЖХ**

### ***2.1. Основные положения***

#### ***2.1.1. Область применения и принцип метода***

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств пропиконазола в ягодах винограда и виноградном соке в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, зеленой массе, семенах и масле рапса в диапазоне концентраций 0,025—0,250 мг/кг.

Методика основана на определении пропиконазола методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов водно-ацетонитрильной смесью или ацетонитрилом с последующей очисткой жидкостной экстракцией и на концентрирующих патронах.

#### ***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 табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

**Метрологические параметры**

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$ , %	Стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$ , %	Предел повторяемости, $r$ , %	Предел воспроизводимости, $R$ , %
Ягоды винограда	0,01—0,05	50	5,6	15,7	24,3
	0,05—0,1	50	5,2	14,6	22,6
Сок винограда	0,01—0,05	50	5,5	15,4	23,9
	0,05—0,1	50	5,1	14,3	22,2
Зеленая масса рапса	0,025—0,1	50	5,3	14,8	22,9
	0,1—0,25	25	5,2	14,6	22,6
Семена рапса	0,025—0,1	50	4,2	11,8	12,9
	0,1—0,25	25	4,6	12,9	15,5
Масло рапса	0,025—0,1	50	3,6	10,1	12,1
	0,1—0,25	25	3,8	10,6	12,7

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

Таблица 2

**Полнота извлечения пропиконазола, 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—0,1	94,10	4,6	4,2
Сок винограда	0,01	0,01—0,1	91,90	4,8	4,4
Зеленая масса рапса	0,025	0,025—0,25	98,75	4,4	4,0
Семена рапса	0,025	0,025—0,25	91,25	5,2	4,7
Масло рапса	0,025	0,025—0,25	95,70	4,3	3,9

### 2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения пропиконазола достигается условиями подготовки проб и хроматографического анализа.

### 2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-200нм», сорт 5 или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Пропиконазол смесь стереоизомеров, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,6 % (HPLC)	
Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор	ГОСТ 6552—80
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-44493179—98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: 1 – смесь ацетонитрила и 0,005 М $\text{H}_3\text{PO}_4$ в соотношении 55 : 45; 2 – смесь ацетонитрила и 0,005 М $\text{H}_3\text{PO}_4$ в соотношении 45 : 55.	
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 mm), Merck	
Концентрирующие патроны Диапак С16 (0,4 г), БиоХимМак	

### 2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки или «Breeze» фирмы «Waters» или аналогичный Аналитические колонки ACQUITY UPLC VEN C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters) (колонка 1) и Spherisorb Phenyl (4,6 × 150) мм, 3 мкм (Waters) (колонка 2)	
Баня ультразвуковая «Серьга» или аналогичная	ТУ 3.836.008
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147

Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Насос водоструйный,	ГОСТ 10696—75
Центрифуга ОПн-8УХЛ4.2	ТУ 5.375-4261—76
Бидистиллятор	
Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090
РН-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Колбы плоскдонные на шлифах КШ500 <sup>29/32</sup> ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 <sup>29/32</sup> ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 22292—74
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 мм <sup>3</sup> и от 1 до 5 см <sup>3</sup>	

#### **2.4. Отбор и хранение проб**

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

Отбор проб семян и масла рапса производится в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Отобранные пробы семян рапса хранят в холодильнике при  $4^{\circ}\text{C}$  не более 10-ти дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят в морозильной камере при  $-18^{\circ}\text{C}$ . Перед анализом образцы семян измельчают.

#### **2.5. Подготовка к определению**

##### *2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей*

Органические растворители при необходимости перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2 %-м раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 дм<sup>3</sup> ацетона 10 г КМnO<sub>4</sub> и 2 г K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

#### *2.5.2. Кондиционирование колонки*

Перед началом анализа аналитические колонки кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 см<sup>3</sup>/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1 ч.

#### *2.5.3. Приготовление растворов*

Для приготовления 0,005 М раствора ортофосфорной кислоты 0,5 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

#### *Приготовление стандартного и градуировочных растворов*

Точную навеску пропиконазола (50 мг) помещают в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup>, растворяют в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup>.) Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 0,75 и 1,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике в силинизированном или тefлоновом флаконе при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы используют в течение рабочего дня.

При изучении полноты извлечения пропиконазола используют ацетонитрильные растворы вещества.

#### *2.5.4. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация пропиконазола в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм<sup>3</sup> 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 пропиконазола в градуировочном растворе.

#### *2.5.5. Подготовка приборов и средств измерения*

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



### *2.5.6. Подготовка концентрирующих патронов для очистки экстракта*

2.5.6.1. Кондиционирование патронов, заполненных гексадецилсиликагелем – Диапак С16 (0,4 г), предназначенных для очистки экстрактов ягод и сока винограда, а также зеленой массы и семян рапса осуществляют, пропуская через них последовательно по 1 см<sup>3</sup> метанола и воды. Патроны для очистки проб масла рапса кондиционируют пропуская 2 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Элюаты отбрасывают.

2.5.6.2. Кондиционирование патронов для повторной очистки экстрактов ягод и сока винограда, зеленой массы, семян и масла рапса, заполненных Силикагелем 60 (0,5 г), осуществляют пропуская 2,5 см<sup>3</sup> гексана.

## **2.6. Проведение определения**

### *2.6.1. Определение пропиконазола в ягодах и соке винограда*

Гомогенизированную пробу ягод винограда массой 50 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды и 40 см<sup>3</sup> ацетона. Пропиконазол экстрагируют на ультразвуковой бане в течение 10 мин. Суспензию фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера с фильтром «красная лента», промывая массу на фильтре 10 см<sup>3</sup> ацетона. Экстракцию повторяют и объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток (50—60 см<sup>3</sup>) фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» и пропускают через концентрирующий патрон Диапак С16, откондиционированный по п. 2.5.6.1. Фильтрат отбрасывают. Пропиконазол элюируют 5 см<sup>3</sup> ацетона в чистую круглодонную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С).

Пробу виноградного сока объемом 50 см<sup>3</sup> фильтруют через воронку Бюхнера с фильтром «красная лента», фильтрат пропускают через концентрирующий патрон Диапак С16, откондиционированный по п. 2.5.6.1. Патрон промывают 5 см<sup>3</sup> воды. Фильтрат и промывку отбрасывают. Пропиконазол элюируют 5 см<sup>3</sup> ацетона в круглодонную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С).

Сухой остаток проб ягод или сока винограда растворяют в 2,5 см<sup>3</sup> гексана и полученный раствор количественно вносят в подготовленный концентрирующий патрон, заполненный силикагелем 60. Патрон промывают 5 см<sup>3</sup> гексана. Фильтрат и промывку отбрасывают. Пропиконазол элюируют 5 см<sup>3</sup> смеси гексан–ацетон (80 : 20). Элюат упаривают

досуха на ротационном испарителе (40 °С), сухой остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> образца вводят в жидкостный хроматограф.

*2.6.2. Определение пропиконазола в зеленой массе, семенах и масле рапса*

Навеску размолотых на лабораторной мельнице семян или измельченной зеленой массы (20 г) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 75 см<sup>3</sup> ацетонитрила, содержащего 20 % воды (по объему). Пропиконазол экстрагируют на ультразвуковой бане в течение 15 мин. Суспензию фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера с фильтром «красная лента». Экстракцию повторяют. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе (40 °С) до полного удаления ацетонитрила.

Водный остаток экстракта семян рапса фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» и пропускают через концентрирующий патрон Диапак С16, откондиционированный по п. 2.5.6.1. Фильтрат отбрасывают. Пропиконазол элюируют 5 см<sup>3</sup> ацетона в круглодонную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Дальнейшую очистку проб проводят по п. 2.6.3.

Водный остаток экстракта зеленой массы доводят до 100 см<sup>3</sup> водой, фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» и экстрагируют 25 см<sup>3</sup> гексана. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный гексановый экстракт промывают два раза водой по 20 см<sup>3</sup>. Промывки отбрасывают, а гексановый раствор сушат безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Дальнейшую очистку проб проводят по п. 2.6.3.

К 10 г масла рапса прибавляют 50 см<sup>3</sup> гексана и экстрагируют в делительной воронке вместимостью 100 см<sup>3</sup> ацетонитрилом трижды по 10 см<sup>3</sup>. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе до объема 1 см<sup>3</sup> и пропускают через два соединенных последовательно концентрирующих патрона Диапак С16 (0,4 г), подготовленных соответственно по п. 2.5.6.1. Промывают 2 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Фильтрат и промывку отбрасывают. Пропиконазол элюируют 3 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Дальнейшую очистку проб проводят по пункту 2.6.3.

*2.6.3. Очистка на концентрирующем патроне,  
заполненном Силикагелем 60 (0,5 г)*

Сухой остаток, полученный по п. 2.6.2, растворяют в 2,5 см<sup>3</sup> гексана и количественно вносят в подготовленный по п. 2.5.6.2 концентрирующий патрон, заполненный силикагелем 60. Патрон промывают 5 см<sup>3</sup> гексана и для проб масла дополнительно 5 см<sup>3</sup> хлористого метилена. Фильтрат и промывки отбрасывают. Пропиконазол элюируют 5 см<sup>3</sup> смеси гексан–ацетон (80 : 20). Полученный раствор упаривают на ротационном испарителе (40 °С), сухие остатки семян и зеленой массы растворяют в 2 см<sup>3</sup>, а масла – в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> образца вводят в жидкостный хроматограф.

*2.6.4. Условия хроматографирования*

Ультразффективный жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Для анализа проб ягод и сока винограда, зеленой массы и семян рапса используют колонку 1.

Температура колонки (30 ± 1) °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 55 : 45.

Скорость потока элюента: 0,2 см<sup>3</sup>/мин.

Рабочая длина волны 220 нм.

Объем вводимой пробы 10 мм<sup>3</sup>.

Время удерживания пропиконазола (5,15 ± 0,05) мин (изомер 1) и (5,30 ± 0,05) мин (изомер 2).

Пробы, полученные из масла рапса, анализируют на колонке 2.

Температура колонки (30 ± 1) °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 45 : 55.

Скорость потока элюента: 0,8 см<sup>3</sup>/мин.

Рабочая длина волны 220 нм.

Объем вводимой пробы 10 мм<sup>3</sup>.

Время удерживания совокупного пика пропиконазола (5,1 ± 0,1) мин.

### **3. Обработка результатов анализа**

Содержание пропиконазола в образцах ягод винограда и виноградном соке, зеленой массе, семенах и масле рапса ( $X$ , мг/кг) вычисляют по формуле:

$$\bar{O} = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P}, \text{ где}$$

$S_1$  – площадь пика пропиконазола в стандартном растворе, (мВ · с);  
 $S_2$  – площадь пика пропиконазола в анализируемой пробе, (мВ · с);  
 $V$  – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см<sup>3</sup>;

$P$  – навеска анализируемого образца, г;

$C$  – концентрация стандартного раствора пропиконазола, мкг/см<sup>3</sup>.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор пропиконазола 1 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной 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):

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

$X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мг/кг;

$r$  – значение предела повторяемости ( $r = 2,8 \sigma_r$ ).

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

#### 5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(X \pm \Delta)$  мг/кг при вероятности  $P = 0,95$ , где

$X$  – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

$\delta$  – 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).

## 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 внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки  $C_{\delta}$  должна удовлетворять условию:

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

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

$$\Delta_{л} = \pm 0,84 \cdot \Delta, \text{ где}$$

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X' - X - C_{\delta}, \text{ где}$$

$X'$ ,  $X$ ,  $C_{\delta}$  – 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:

$$\hat{E} = \sqrt{\Delta_{\hat{e}, \delta}^2 + \Delta_{\hat{e}, \delta}^2}$$

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 ( $R$ ):

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

$X_1, X_2$  – 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.

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 высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 6.