

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
пестицидов в пищевых продуктах,
сельскохозяйственном сырье и
объектах окружающей среды**

Сборник методических указаний
МУК 4.1.3182—4.1.3189—14

Издание официальное

Москва • 2015

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств пестицидов
в пищевых продуктах, сельскохозяйственном
сырье и объектах окружающей среды**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.3182—4.1.3189—14**

ББК 51.23+51.21

О60

О60 **Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—112 с.

ISBN 978—5—7508—1313—1

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26.06.2014 № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 24 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 02.04.15

Формат 60x84/16

Усл. печ. л. 6,51
Заказ 29

Тираж 150 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

© Роспотребнадзор, 2015
© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

Содержание

Определение остаточных количеств бромоксинила в масле кукурузном методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3182—14	4
Определение остаточных количеств квинмерака в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3183—14	16
Определение остаточных количеств сульфосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3184—14	30
Определение остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3185—14	44
Определение остаточных количеств диметоморфа в салате методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3186—14	57
Определение остаточных количеств эпоксиконазола в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3187—14	70
Определение остаточных количеств ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3188—14	84
Определение остаточных количеств тиофанат-метила и карбендазима в зеленой массе, соломе и зерне хлебных злаков, ботве и корнеплодах сахарной свеклы, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3189—14	97

УТВЕРЖДАЮ

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

А. Ю. Попова

24 июля 2014 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств прохлораза
в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса
методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3185—14**

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.175/
01.00043/2014.

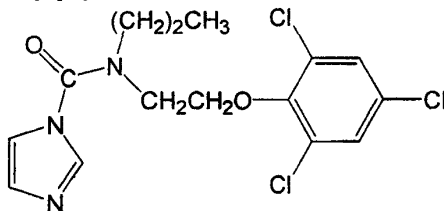
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах подсолнечника и рапса в диапазоне концентраций 0,025—0,250 мг/кг; в масле подсолнечника и рапса 0,05—0,50 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: прохлораз.

Название действующего вещества по ИЮПАК: N-пропил-N-[2-(2,4,6-трихлорфенокси)этил]-имидазол-1-карбоксамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$.

Молекулярная масса: 376,7.

Химически чистое вещество, бесцветный кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 46,5—49,3 °С.

Давление пара при 20 °С: 9×10^{-2} мПа, $K_{ow}, \log P = 4,12$.

Растворимость: в воде (25 °С) – 34,4 мг/л; ксилоле – 2,5; ацетоне – 3,5; гексане – $7,5 \times 10^{-3}$ кг/л (25 °С). Легко растворим в хлороформе, диэтиловом эфире, толуоле. Гидролитически стабилен в диапазоне pH от 5,0 до 7,22 при 22 °С (период наблюдения 30 дней). Разлагается под действием света в присутствии сильных кислот и оснований, а также при длительном нагревании при температуре 200 °С. Слабое основание (pK_a 3,8).

Краткая токсикологическая характеристика. Острая оральная токсичность LD_{50} для крыс 1 600—2 400 мг/кг, для мышей – 2 400 мг/кг. Дermalная токсичность LD_{50} превышает 2 100 мг/кг для крыс и 3 000 мг/кг – для кроликов. Ингаляционная токсичность LC_{50} для крыс превышает $2,16 \text{ мг/м}^3$ воздуха (период наблюдения 4 ч). Не оказывает раздражающего действия на кожу.

Область применения препарата. Фунгицид защитного и уничтожающего действия. Эффективен против возбудителей болезней *Pseudocercosprella*, *Pyrenophora*, *Rhynchosporium*, *Septoria*, *Alternaria*, *Botrytis* и др. в посевах зерновых, овощных, технических и плодовых культур при нормах расхода 400—600 г д.в./га.

1. Погрешность измерений

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 повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, σ_{Rn} , %	Показатель воспроизводимости, σ_R , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, %
Семена подсолнечника	0,025—0,25	9	11	12	24
Семена рапса	0,025—0,25	9	11	12	24
Зеленая масса	0,025—0,25	9	11	12	24
Масло подсолнечника	0,05—0,50	8	9	13	25
Масло рапса	0,05—0,50	8	9	13	25

* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения прохлораза, 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 %
Семена подсолнечника	0,025	0,025—0,25	85,6	4,8	4,4
Семена рапса	0,025	0,025—0,25	77,4	5,7	5,2
Зеленая масса рапса	0,025	0,025—0,25	94,75	4,5	4,1
Масло подсолнечника	0,05	0,05—0,5	84,5	4,9	4,45
Масло рапса	0,05	0,05—0,5	80,5	4,3	3,9

2. Метод измерений

Методика основана на определении прохлораза методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов смесью гексан–ацетон, очистки перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и последующей очистки твердофазной экстракцией на патронах.

Идентификация прохлораза 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 измерений

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	Номер в Госреестре средств измерений 42816-09
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—01
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и допустимой погрешностью 0,1 г	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 см ³	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 до 1 000 мм ³ и от 1 до 5 см ³	
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см ³	ГОСТ 22292—74
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 см ³	ГОСТ 1774—74

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98

Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор	ГОСТ 6552—80
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Прохлораз, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,0 %	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50	
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 мм), 0,5 г	
Элюент 1: гексан—ацетон 80 : 20 (по объему)	
Элюент 2: гексан—ацетон 70 : 30 (по объему)	

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100,0 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Ванна ультразвуковая	ТУ 3.836.008
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные вместимостью 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 100 см ³	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные на шлифе вместимостью 100, 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая	ТУ 1-01-0593—79
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные силикагелем 60, 0,4 г	
РН-метр универсальный	ГОСТ 22261—76
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см ³	

Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар

Фильтры бумажные быстрой фильтрации ТУ 6.091678—86

Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин

Шприц медицинский с разъемом Льюера ГОСТ 22090

Примечание. Допускается применение оборудования и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

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—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

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 кондиционируют в потоке подвижной фазы ($0,1—0,2 \text{ см}^3/\text{мин}$) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Подготовка приборов и средств измерения

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

7.3. Подготовка концентрирующих патронов для очистки экстракта

Кондиционирование патронов, заполненных силикагелем 60 ($0,5 \text{ г}$), осуществляют пропуская $2,5 \text{ см}^3$ гексана.

7.4. Приготовление растворов

7.4.1. *Раствор ортофосфорной кислоты $0,005 \text{ М}$.* В мерную колбу объемом 1 дм^3 помещают ($0,5 \pm 0,01$) г 98 %-й ортофосфорной кислоты, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.4.2. *Для приготовления подвижной фазы* смешивают ацетонитрил с $0,005 \text{ М}$ раствором ортофосфорной кислоты в соотношении $50 : 50$ по объёму, используя мерные цилиндры.

7.5. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.5.1. *Основной раствор с концентрацией $0,5 \text{ мг}/\text{см}^3$.* Точную навеску прохлораз ($50 \pm 0,5$) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.5.2. Приготовление градуировочных растворов.

Градуировочные растворы с концентрациями прохлораз $0,25$; $0,5$; $1,25$ и $2,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$ готовят методом последовательного разбавления по объёму, используя раствор подвижной фазы.

7.5.2.1. *Раствор № 1 с концентрацией $2,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$.* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят $0,5 \text{ см}^3$ основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.5.2.2. *Раствор № 2 с концентрацией 1,25 мкг/см³*. В мерную колбу вместимостью 10 см³ вносят 5,0 см³ раствора № 1 и доводят до метки подвижной фазой.

7.5.2.3. *Раствор № 3 с концентрацией 0,5 мкг/см³*. В мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 2,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.5.2.4. *Раствор № 4 с концентрацией 0,25 мкг/см³*. В мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты извлечения прохлораза используют ацетонитрильные растворы вещества.

7.6. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация прохлораза в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм³ градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации прохлораза 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 ниже 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 прохлораза в градуировочном растворе;

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации прохлораза 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 производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микролиньчеств пестицидов» (от 21.08.79 № 2051—79), а также отбор проб семян подсолнечника и рапса для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 0852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 6 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Определение прохлораза в зеленой массе, семенах подсолнечника и рапса

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают ($i0 \pm 0, i$) г измельченных семян подсолнечника (рапса) или зеленой массы, прибавляют 30 см³ смеси гексан–ацетон в соотношении 70 : 30 и экстрагируют в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр быстрой фильтрации. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку и отделяют нижний слой. Органический слой упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до полного удаления растворителя. Остаток растворяют в 10 см³ гексана и вносят в предварительно кондиционированный по п. 7.3 патрон. Патрон последовательно промывают 10 см³ гексана и 2,5 см³ элюента 1. Фильт-

рат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 6 см³ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 2 см³ гексана и вносят в такой же предварительно кондиционированный патрон. Промывают 5 см³ элюента 1. Фильтрат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 5 см³ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 1 см³ подвижной фазы и 10 мм³ образца вводят в жидкостный хроматограф.

9.2. Определение прохлораз в масле подсолнечника и рапса

Масло в количестве (5 ± 0,05) г растворяют в 25 см³ гексана и пропускают через патрон, кондиционированный по п. 7.3. Промывают последовательно 25 см³ гексана и 2,5 см³ элюента 1. Фильтрат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 6 см³ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Остаток растворяют в 2 см³ гексана и вносят в аналогичный, кондиционированный по п. 7.3 патрон. Фильтрат отбрасывают, а прохлораз элюируют 10 см³ элюата 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 1 см³ подвижной фазы и 10 мм³ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Ультразфлективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм. Температура колонки: (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50. Скорость потока элюента: 0,15 см³/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора: 230 нм. Объем вводимой пробы: 10 мм³. Абсолютное время удерживания прохлораз составляет (3,5 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

Содержание прохлораз в образцах зеленой массы, семенах и масле подсолнечника и рапса (X , мг/кг) вычисляют по формуле:

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

S_1 – площадь пика прохлораз в стандартном растворе (мВ · с);
 S_2 – площадь пика прохлораз в анализируемой пробе (мВ · с);
 V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;
 P – навеска анализируемого образца, г;
 C – концентрация стандартного раствора прохлораз, мкг/см³.
 Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор прохлораз 1 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;
 r – значение предела повторяемости ($r = 2,8\sigma$).

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

12. 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;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

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 0,025 мг/кг*, где * – 0,025 мг/кг – предел обнаружения прохлораз в семенах подсолнечника).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

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

Величина добавки C_{δ} должна удовлетворять условию:

$$C_{\delta} = \Delta_{\text{н.х}} + \Delta_{\text{н.х}'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{\text{н.х}}$ ($\pm \Delta_{\text{н.х}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг;

при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

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

Результат контроля процедуры $K_{\text{к}}$ рассчитывают по формуле:

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

X' , X , C_{δ} – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\text{н.х}'}^2 + \Delta_{\text{н.х}}^2}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

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

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 по их устранению.

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

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

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

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

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

Разработаны сотрудниками «Всероссийского НИИ защиты растений», С.-Петербург (Долженко В. И., Цибульская И. А., Комарова А. С.).