

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
долина в воде, почве, плодовых
семечковых и косточковых и их соках
методом капиллярной газожидкостной
хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3129—13**

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств додина
в воде, почве, плодовых семечковых и
косточковых и их соках методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3129—13**

ББК 51.21+51.23

О60

О60 **Определение остаточных количеств додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1324—7

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, С. Е. Маслаков, В. Ф. Павлова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г. № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 12 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

ISBN 978—5—7508—1324—7

© Роспотребнадзор, 2014

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ

Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации

А. Ю. Попова

12 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств додина в воде,
почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках
методом капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3129—13**

Свидетельство об аттестации № 01.5.04.132/01.00043/2013.

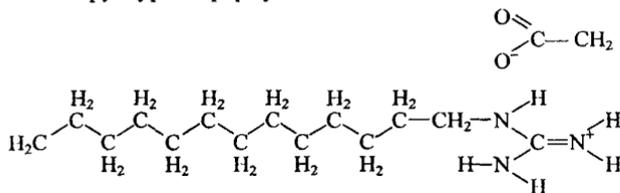
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации додина в диапазоне концентраций в воде – 0,0025—0,025 мг/дм³, почве, плодовых семечковых и косточковых культурах – 0,1—1,0 мг/кг и плодовых соках – 0,05—0,5 мг/дм³.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: додин.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-Додecilгуанидинацетат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₁₅H₃₃N₃O₂.

Молекулярная масса: 287,2.

Белый кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 136 °С.

Давление пара при 25 °С: $5,49 \times 10^{-3}$ мПа.

Коэффициент распределения н-октанол–вода: $K_{ow} \log P = 1,25$.

Растворимость (в г/дм³ при 20 °С): вода – 0,93, гептан – 0,018, ксилол – 0,004, , ацетон – 0,048, этанол – 57, хорошо растворим в минеральных кислотах, горячей воде.

Вещество стабильно при нормальных условиях, не гидролизуеться в водных растворах при рН 5—9. Стабилен в нейтральных, умеренно щелочных и кислых средах. Период распада в почве ДТ₅₀ – 4—15 дней.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD₅₀ для крыс 850 мг/кг, острая дермальная токсичность LD₅₀ для млекопитающих > 5 000 мг/кг, ингаляционная LD₅₀ для млекопитающих > 0,45 мг/кг. Раздражает слизистые. СК₅₀ для рыб 0,57 мг/л (96 ч). Умеренно токсичен для пчел (LD₅₀ > 100 мкг/особь).

Область применения препарата. Применяется для борьбы с паршой яблони и груши (1,3—2,6 кг/га, опрыскивание в период вегетации).

Гигиенические нормативы для долина в России: ПДК в воде 0,005 мг/л. МДУ в плодовых семечковых 0,6 мг/кг, в плодовых косточковых – не установлен.

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 внутрिलाбораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, %
Вода	0,0025—0,025	8	9	11	22
Почва	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые семечковые	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые косточковые	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые соки	0,05—0,5	9	11	12	24

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

Таблица 2

Полнота извлечения додина, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для $n = 20$, $P = 0,95$

Анализируемый объект, мг/кг	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, \pm %
Вода	0,0025	0,0025—0,025	76,8	5,2	2,3
Почва	0,1	0,1—1,0	78,1	4,5	2,0
Плодовые семечковые	0,1	0,1—1,0	81,0	4,9	2,1
Плодовые косточковые	0,1	0,1—1,0	82,1	4,2	2,0
Плодовые соки	0,05	0,05—0,5	76,3	6,1	2,7

2. Метод измерений

Методика основана на определении додина методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора после его извлечения из образцов метанолом и очистке экстрактов перераспределением в системе двух несмешивающихся жидкостей и дериватизации ацетилацетоном.

Идентификация додина 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

Газовый хроматограф с термоионным детектором и кварцевой капиллярной колонкой длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя полярной неподвижной фазы 0,25 мкм

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 10, 50, 100 и 1 000 см ³	ГОСТ 23932—90
Микрошприц объемом 10 мм ³	ТУ 2-833-106
Пипетки градуированные объемом 1, 2, 5 и 10 см ³	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные со шлифом объемом 5,0 см ³	ГОСТ 23932—90
Цилиндры мерные на 50 и 100 см ³	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Азот газообразный, вч	ТУ 301-07-25—89
Ацетилацетон, чда	ГОСТ 10259—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Додин, аналитический стандарт 99,0 %	
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калия гидроксид, чда	ГОСТ 24363—80
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Раствор 0,5 н гидроксида калия в воде	
Раствор 0,05 н гидроксида калия в растворе (метанол : вода = 90 : 10)	
Раствор 1 %-й соляной кислоты в метаноле	
Раствор 25 %-го хлористого натрия в воде	
Соляная кислота, хч	ГОСТ 3118—77
Спирт этиловый ректификат (этанол)	ГОСТ 17299—78

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Воронки делительные, вместимостью 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Воронки делительные емкостью 100 и 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Дефлегматоры	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные конические вместимостью 100 см ³	ГОСТ 25336—82

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью
10, 100 см³ и 250 мл

ГОСТ 9737—93

Ротационный вакуумный испаритель с мем-
бранным насосом, обеспечивающем вакуум до
10 мбар

Ультразвуковая ванна с рабочей частотой
35 кГц

Фильтры бумажные, медленной фильтрации ТУ 6.091678—86

Примечание. Допускается применение оборудования 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 газовый 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), установленные ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07.

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

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 мПа (150 кгс/см²), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением» ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом капиллярной газожидкостной 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа кварцевую капиллярную колонку кондиционируют в токе азота при температуре термостата колонки 280 °С не менее 30 мин.

7.2. Подготовка растворителей и приготовление растворов

7.2.1. *Подготовка растворителей.* Растворители, используемые для анализа, специальной подготовки не требуют. Рекомендуется проверить чистоту применяемых растворителей. Для этого 100 см³ растворителя испаряют при помощи вакуумного ротационного испарителя при температуре 40 °С до объема 1 см³ и хроматографируют. При обнаружении примесей, которые могут мешать определению, растворители очищают общепринятыми методами.

7.2.2. *Раствор 0,5 н гидроксида калия.* В мерную колбу на 1 дм³ помещают 28 г гидроксида калия, растворяют в 100—200 см³ дистиллированной воды и доводят до метки водой.

7.2.3. *Раствор 0,05 н гидроксида калия в смеси метанол–вода 90 : 10.* В мерную колбу на 1 дм³ помещают 100 см³ раствора 0,5 н гидроксида калия и доводят до метки метанолом.

7.2.4. *Раствор 25 %-й хлористого натрия в воде.* 350 г хлористого натрия растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды.

7.2.5. *Раствор 1 %-й соляной кислоты в метаноле.* В мерную колбу на 1 дм³ помещают 30 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки метанолом.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. *Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см³:* точную навеску доина ($50 \pm 0,5$) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в метаноле и доводят объем до метки метанолом.

Градуировочные растворы с концентрациями долина 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления по объему.

7.3.2. *Раствор № 1 с концентрацией 10,0 мкг/см³*: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 2 см³ основного раствора и доводят до метки метанолом.

7.3.3. *Раствор № 2 с концентрацией 5 мкг/см³*: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 5,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки метанолом.

7.3.4. *Раствор № 3 с концентрацией 2 мкг/см³*: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 2 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки метанолом.

7.3.5. *Раствор № 4 с концентрацией 1 мкг/см³*: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки метанолом.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 3 месяцев, градуировочные растворы – в течение месяца.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация долина в растворе) по 1 см³ градуировочных растворов долина помещают в пробирку на 10 см³ и упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 см³ 0,05 н раствор гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3. В хроматограф вводят по 1 мм³ дериватизированных 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 долина в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочные коэффициенты (K_0 , K_I) в уравнении линейной регрессии концентрации раствора C :

$$C = K_I \times S + K_0, \text{ где}$$

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 хроматографи-

ческой 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 долина в градуировочном растворе;

C_k – результат контрольного измерения массовой концентрации долина в градуировочном растворе;

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

7.5. Подготовка приборов и средств измерения

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

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 микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб»; ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки»; ГОСТ 21714—76 «Груши свежие ранних сроков созревания, ТУ»; ГОСТ 21713—76 «Груши свежие поздних сортов созревания, ТУ»; ГОСТ 21921—76 «Вишня свежая, ТУ»; ГОСТ 21920—76 «Слива и алыча крупноплодная свежие, ТУ»; ГОСТ 21832—76 «Абрикосы свежие, ТУ».

Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Пробы фруктов хранят до анализа в герметичной п/э упаковке в морозильной камере при $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. Перед анализом фрукты, не размораживая, измельчают на терке или в гомогенизаторе.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция додина

9.1.1. Вода. Концентрирование

В круглодонную колбу на 1 000 см³ помещают 400 см³ анализируемой воды. Воду выпаривают на вакуумном ротационном испарителе до объема 8—10 см³ при температуре бани 40 °С.

9.1.2. Экстракция додина из почвы, плодовых семечковых и косточковых

Навеску почвы, фруктов (10—20 г) помещают в плоскодонную коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 60 см³ 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол—вода, 90 : 10), колбу помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин или встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт фильтруют в делительную воронку на 250 см³ через бумажный фильтр. Повторяют экстракцию 60 см³ 1 %-го раствора соляной кислоты в метаноле. Фильтр промывают 20 см³ метанола. Объединенный экстракт выпаривают до объема ~ 10 см³ на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С.

9.1.3. Экстракция додина из плодовых соков

В делительную воронку на 250 см³ помещают 40 см³ анализируемого сока и экстрагируют 4 раза по 30 см³ метилхлоридом, добавляя перед каждой экстракцией в плодовой сок по 5 см³ этилового спирта для предотвращения образования эмульсии и улучшения экстракции. Объединенный экстракт упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 см³ 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол—вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3.

9.2 Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстрактам, полученным по п.п. 9.1.1 и 9.1.2, добавляют 25 см³ 25 %-го раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку на 100 см³. Трижды экстрагируют метилхлоридом по 30 см³, каждый раз интенсивно встряхивая в течение 2—3 мин. В случае образования стойкой эмульсии добавляют в водный раствор 2—3 см³ этанола. Фракции метилхлорида объединяют, отгоняют на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 30—40 °С до объема 2—3 см³. Пипеткой переносят экстракт в пробирку на 10 см³. Колбу ополаскивают дву-

мя порциями по 3 см³ метилхлорида, который объединяют с экстрактом. Экстракт упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 см³ 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3.

9.3. Дериватизация долина

В пробирку с раствором для дериватизации (п.п. 7.4, 9.1.3, 9.2) добавляют 0,2 см³ ацетилацетона. Устанавливают дефлегматор и помещают на водяную баню с температурой 80 °С, нагревают в течение 4 ч, упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Остаток в пробирке растворяют в 2—4 см³ и анализируют на содержание долина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с термоионным детектором (ТИД). Капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя полярной неподвижной фазы 0,25 мкм. Температура колонки: программирование от 100 °С (0,5 мин) до 260 °С со скоростью 20 °С/мин. Температура испарителя 250 °С. Температура детектора 290 °С. Расход газов: газа-носителя (азот) – 0,6 мин – 1 см³/мин без деления потока, затем 12 см³/мин; водорода и воздуха к ТИД – 20 и 200 см³/мин соответственно; дополнительного газа (азот) к ТИД – 10 см³/мин. Объем вводимой пробы: 1—2 мм³.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание долина в пробе (X , мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика долина на хроматограмме испытуемого образца, мм² (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

V – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения долина, приведенная в табл. 2, %.

Содержание остаточных количеств додина в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор додина с концентрацией 1,0 мкг/см³, разбавляют метанолом.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

\bar{X} – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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 0,1 мг/кг, где * – 0,1 мг/кг – предел обнаружения додина в яблоках).*

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.

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

Величина добавки C_{δ} должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{n,X}$, ($\pm \Delta_{n,X'}$) – 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:

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

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_K рассчитывают по формуле:

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

X , X' , C_{δ} – 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:

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

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 предел 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), %.

**Определение остаточных количеств доина в воде, почве,
плодовых семечковых и косточковых и их соках методом
капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3129—13**

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

Подписано в печать 13.10.14

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 65

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