**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

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**

мера-уника-бюа

**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
Тираж 150 экз. Заказ 29

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 диметоморфа в салате методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.3186—14

---

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.163/01.00043/2014.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации диметоморфа в салате в диапазоне концентраций 0,1—1,0 мг/кг.

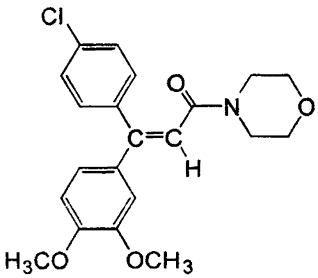
Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: диметоморф.

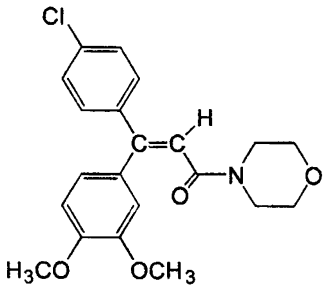
Название действующего вещества по ИЮПАК: (*E,Z*)-4-[3-(4-хлорофенил)-3-(3,4-диметоксифенил)акрилоил]морфолин.

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

Структурная формула:




(E)-




(Z)-

Эмпирическая формула: $C_{21}H_{22}ClNO_4$.

Молекулярная масса: 387,9.

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

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода $K_{ow}$ lgP = 2,63 для (Е)-изомера; 2,73 для (Z)-изомера (20 °С). Растворимость в воде 81,1 (pH 5), 49,2 (pH 7), 41,8 (pH 9) (мг/дм$^3$, 20 °С).

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

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

*Краткая токсикологическая характеристика.* $LD_{50}$ для крыс – 3 500—4 300, мышей – 3 700—5 000 мг/кг. Острая кожная активность для крыс $LD_{50}$ > 5 000 мг/кг. Не ирритант для кожи и глаз (кролики). Ингаляционная активность $LC_{50}$ > 4,2 мг/дм$^3$. $LD_{50}$ для пчёл > 100 мкг/особь.

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

## 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 (мг/дм$^3$) | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{R_л}$, % | Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$, % | Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Салат | 0,1—1,0 | 7 | 9 | 12 | 23 |

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

Таблица 2

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

| Анализируемый объект | Предел обнаружения, мг/кг (мг/дм$^3$) | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм$^3$) | Полнота извлечения, % | Стандартное отклонение, S | Доверительный интервал среднего результата, ± % |
|---|---|---|---|---|---|
| Салат | 0,1 | 0,1—1,0 | 93,6 | 3,69 | 5,17 |

## 2. Метод измерений

Методика основана на определении диметоморфа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора (УФ) после его извлечения из образцов ацетонитрилом и последующей очистки методом твердофазной экстракции (ТФЭ).

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 измерений*

| | |
|---|---|
| Жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки | |
| 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, 100 и 250 $см^3$ | ГОСТ 23932—90 |
| Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$ | |
| Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$ | ГОСТ 23932—90 |

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

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Диметоморф – аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,0 % | |
| 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 | ТУ 6-09-3375—78 |
| Кислота ортофосфорная, хч | ГОСТ 6552—80 |
| Магний серно-кислый семиводный, хч | ГОСТ 4523—77 |
| Натрий серно-кислый безводный, хч | ГОСТ 4166—76 |
| Натрий хлористый, чда | ГОСТ 4233—77 |
| Смесь № 1: гексан–ацетон в соотношении 9 : 1 по объему | |
| Смесь № 2: гексан–ацетон в соотношении 4 : 1 по объему | |
| Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 35 : 65 | |

**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 × 2,1) мм, 1,7 мкм | |
| Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 25, 100 см$^3$ | ГОСТ 9737—93 |
| Патроны для ТФЭ на основе силикагеля с привитыми аминогруппами | ТУ 4215-002-05451931—94 |
| Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см$^3$ | |
| Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар | |
| Стаканы химические вместимостью 150 см$^3$ | ГОСТ 25336—82 |
| Фильтры бумажные быстрой фильтрации | ТУ 6.091678—86 |
| Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин | |
| Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в мин) | ТУ 4389-007-44330709—11 |

**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 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 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

### *7.2. Кондиционирование патрона для ТФЭ*

Патроны для ТФЭ на основе силикагеля с привитыми аминогруппами (0,4 г) промывают 2 $см^3$ смеси № 2, затем 3 $см^3$ смеси № 1.

### *7.3. Приготовление растворов*

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

*7.3.2. Для приготовления подвижной фазы* смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 35 : 65 по объёму, используя мерные цилиндры.

### *7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов*

*7.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см$^3$.* Точную навеску диметоморфа (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

*7.4.2. Приготовление градуировочных растворов*

Градуировочные растворы с концентрациями диметоморфа 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см$^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 35 : 65).

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

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

*7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией 0,2 мкг/см$^3$.* В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 2 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

*7.4.2.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,1 мкг/см$^3$.* В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 1 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

*7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией 0,05 мкг/см$^3$.* В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 0,5 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты определения диметоморфа в салате используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

### *7.5. Построение градуировочного графика*

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация диметоморфа в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм$^3$ градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых кон-

центраций). 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 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:

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

$C$ – аттестованное значение массовой концентрации диметоморфа в градуировочном растворе;

$C_K$ – результат контрольного измерения массовой концентрации диметоморфа в градуировочном растворе;

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

### *7.6. Проверка хроматографического поведения диметоморфа на патроне для ТФЭ*

В круглодонную колбу емкостью 10 см$^3$ отбирают 1 см$^3$ стандартного раствора диметоморфа с концентрацией 1 мкг/см$^3$. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см$^3$ смеси № 1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см$^3$ смеси № 1 и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 3 см$^3$ смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют диметоморф смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см$^3$, упаривают досуха, растворяют в 1 см$^3$ подвижной фазы (ацетонитрил–0,005 М ортофосфорная кислота, 35 : 65) и анализируют по п. 9.3.

Фракции, содержащие диметоморф, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

**Примечание.** Проверку хроматографического поведения диметоморфа следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

## 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» (от 21.08.79 № 2051—79). Для длительного хранения пробы салата помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С в герметичной полиэтиленовой упаковке.

## 9. Проведение определения

### *9.1. Экстракция диметоморфа из салата*

Навеску измельченного салата 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см$^3$, последовательно добавляют 10 см$^3$ ацетонитрила, 8 г семиводного магния серно-кислого и 1 г хлористого натрия. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 5 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают аликвоту 5 см$^3$, переносят в круглодонную колбу вместимостью 25 см$^3$. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке по п. 9.2.

### *9.2. Очистка на патроне для ТФЭ*

Сухой остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в 1 см$^3$ смеси № 1, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см$^3$ смеси № 1 и также наносят на патрон. Патрон промывают 3 см$^3$ смеси № 1, элюат отбрасывают. Диметоморф элюируют 5 см$^3$ смеси № 2, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в 10 см$^3$ подвижной фазы и 10 мм$^3$ вводят в хроматограф.

### *9.3. Условия хроматографирования*

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм. Температура колонки: (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 35 : 65. Скорость потока элюента: 0,2 см$^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора: 245 нм. Объем вводимой пробы: 10 мм$^3$.

Время удерживания *E*-диметоморфа (11,1 ± 0,1) мин, *Z*-диметоморфа (13,2 ± 0,1) мин.

## 10. Обработка результатов анализа

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

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

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

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

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

$P$ – навеска анализируемого образца, г;

$f$ – полнота извлечения диметоморфа, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор диметоморфа с концентрацией 1,0 мкг/см$^3$, 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:

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

$X_1$, $X_2$ – 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.

## 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;

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

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

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

В случае если содержание компонента меньше 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 определения диметоморфа в салате).

## 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 $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

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

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

$X'$, $X$, $C_д$ – 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:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля ($K$).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приво-

дящие 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 ($R$):

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

$X_1$, $X_2$ – 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., Черменская Т. Д., Комарова А. С.).