Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Ципродинила в винограде и виноградном соке методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2301—07

Издание официальное

Москва • 2009

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Ципродинила в винограде и виноградном соке методом газожидкостной хроматографии

Методические указания

МУК 4.1.2301—07

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

25 октября 2007 г.
Дата введения: 25 декабря 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Ципродинила в винограде и вино градном соке методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2301-07

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Ципродинила в ягодах и соке винограда в диапазоне 0,02 - 0,2 мг/кг.

1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

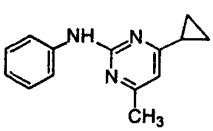
Фирма-производитель: Сингента

Торговое название: Хорус.

Название действующего вещества по ИСО: Ципродинил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 4-циклопропил-6-метил-N-фенилпиримидин-2-амин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{15}N_3$

Молекулярная масса: 225,3.

Химически чистый Ципродинил представляет собой бежевый порошок со слабым запахом.

Давление паров: $5,1\times10^{-1}$ мПа (кристаллическая модификация А); $4,7\times10^{-1}$ мПа (кристаллическая модификация В), оба при 25°С.

Температура плавления 75,9°С.

Коэффициент распределения н-октанол - вода: K_{ow} log P = 3,9 (pH 5,0) и 4,0 (pH 7,0-9,0) при 25°С.

Растворимость в воде составляет 20 (pH 5,0), 13 (pH 7,0), 15 (pH 9,0) мг/дм^3 при 25° С.

Растворимость в органических растворителях: этанол – 160; ацетон - 610; толуол – 440; гексан – 26; октанол - 140 г/ дм^3 при 25° С.

Ципродинил устойчив к гидролизу (период полуразложения в водной среде больше 1 года при pH 4-9). Фотолитически разрушается в воде с $ДТ_{50}$ 0,4-13,5 дней.

Ципродинил является средне стойким соединением в растениях и почве с периодом полуразложения в почве 20-60 дней. В растениях метаболизируется посредством гидроксилирования 6-метильной группы, а также пиримидинового и фенильного ядра.

Краткая гигиеническая характеристика:

Ципродинил относится к малоопасным соединениям по острой ($ЛД_{50}$ для крыс более 2000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 2000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 часа) более 1200 мг/м^3) токсичности.

Не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки глаз.

В России установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД – 0,02 мг/кг/сут.; МДУ в плодах семечковых и косточковых культур – 0,4 мг/кг.

Область применения:

Ципродинил - системный фунгицид, хорошо проникающий в растение через листья и передвигающийся преимущественно по ксилеме. Эффективно подавляет рост мицелия различных патогенов таких, как мучнистая роса, плодовая гниль и парша плодовых культур, в том числе их расы, устойчивые к фунгицидам из групп триазолов, имидазолов и др. В рекомендуемых дозах не оказывает отрицательного действия на растения.

Препарат Хорус, ВДГ, 750 г/кг, зарегистрирован в России в качестве фунгицида для применения в садах плодовых семечковых и кос-

точковых культур с нормой расхода 0,2 – 0,35 кг/га при 2-х кратном применении в течение сезона с интервалом между обработками 7-10 дней и сроком ожидания 15 дней до уборки. Проходит Государственные регистрационные испытания на виноградниках с нормой расхода до 0,7 кг/га при 3-х кратном применении.

Определение остаточных количеств Ципродинила в винограде и виноградном соке методом газожидкостной хроматографии

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 не превышает значений, приведенных в Таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1.

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, % P=0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Виноград	0,1-0,2	25	5,0	14	18
	0,02-0,1	50	4,0	11	14
Виноградный сок	0,1-0,2	25	4,0	11	14
	0,02-0,1	50	3,0	8	10

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в Таблице 2.

Таблица 2.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
1	2	3	4	5	6
Виноград	0,02	0,02 – 0,2	85,1	3,20	2,87
Виноградный сок	0,05	0,05 – 0,5	88,7	2,30	1,10

2. Метод измерений

Метод основан на определении Ципродинила методом газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора после экстракции веществ органическим растворителем, очистки экстрактов путем перевода соединений в ионизированную форму, последующего перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями и дополнительной очистки на колонках с Флоризилом.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора капиллярной колонки и условий программирования температуры.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические Σ 11140, фирма «OHAUS».

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г V600, «ACCULAB».

Колбы мерные вместимостью 10, 50, 100 и 1000 см^3, ГОСТ 1770-74;

Микрошприц Гамильтон, вместимостью 10 мм^3;

Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3, ГОСТ 20292-74.

Хроматограф газовый «Кристалл 5000.1» с термоионным детектором (ТИД) с пределом детектирования по фосфору в Паратион-метиле 3×10^{-14} г/см^3 и приспособлениями для капиллярной колонки.

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 и 250 $см^3$, ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Ципродинила с содержанием 99,9% д.в. (фирма Сингента);

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-06-1092-83;

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72;

Н-гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78;

Гелий, очищенный марки "А", ТУ-51-940-80.

Метилен хлористый, х.ч., ГОСТ 19433-88.

Натрий сернокислый, безводный, х.ч. ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-77.

Флоризил для колоночной хроматографии с размером частиц 60-80 меш, фирма «Мерк».

Стандартный раствор Ципродинила в ацетоне - 1 мг/$см^3$ (хранить в холодильнике, срок годности 120 суток).

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания проб TYP LT1 фирмы «SKLO UNION».

Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат. №3120-0250, NALGENE.

Воронки химические для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75;

Воронки делительные на 250 $см^3$, ГОСТ 10054-75;

Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480;

Концентраторы круглодонные на 100 и 250 $см^3$, НШ 29 КГУ – 100 (250) ГОСТ 10394-72.

Колонка хроматографическая, капиллярная кварцевая CP SIL 8CD DF=0,25UM (5% дифенил и 95% диметилполисилоксан, аналог HP-5),

длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирма VARIAN.

Стаканы химические емкостью 50, 100 и 250 $см^3$, ГОСТ 25336-82 Е.

Насос вакуумный диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laboport.

Фильтры бумажные "красная лента", ТУ 6-09-2678-77.

Допускается применение хроматографических колонок и другого 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, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе.

К подготовке проб допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%;

выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1.1. Подготовка хроматографической колонки, заполненной Флоризилом, для очистки проб

На дно пластиковой хроматографической колонки (высота 10 см, диаметр 1,5 см) помещают пробочку из стекловаты и заполняют колонку Флоризилом на высоту 5 см. На слой Флоризила насыпают слой безводного сернокислого натрия толщиной 1,0 см. Колонку промывают последовательно 15 см^3 ацетона (остаток растворителя в колонке отжимают) и 15 см^3 гексана. Смывы отбрасывают и оставляют колонку на сутки до полного высыхания.

7.1.2. Проверка хроматографического поведения Ципродинила на колонках с Флоризилом

При отработке методики или поступлении новой партии Флоризила проводят изучение поведения Ципродинила на колонке. В стакан емкостью 50 см^3 помещают 1 см^3 стандартного раствора Ципродинила в гексане с концентрацией 1 мкг/см^3, добавляют 4 см^3 гексана, перемешивают содержимое и наносят на колонку. Пропускают через колонку 25 см^3 смеси гексан:ацетон – 9:1, отбирая последовательно по 5 см^3 элюента. Каждую фракцию собирают отдельно в концентраторы и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°С досуха.

Сухой остаток в концентраторах растворяют в 1 см^3 ацетона и вводят в хроматограф 1 мм^3. По результатам обнаружения Ципродинила в каждой фракции определяют объем смеси гексан:ацетон - 9:1, необходимый для полного вымывания Ципродинила.

7.2. Приготовление рабочих растворов

7.2.1 Приготовление 2% раствора безводного сульфата натрия

Навеску 2 г безводного сульфата натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют 600-700 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли и доводят водой до метки.

7.3. Приготовление стандартных растворов

Навеску 50 мг Ципродинила (аналитического стандарта) вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор №1, концентрация 1 мг/см^3). Раствор хранится в холодильнике около 120 суток.

Методом последовательного разбавления исходного раствора №1 ацетоном готовят рабочие растворы Ципродинила с концентрацией 0,10; 0,25; 0,50; 1,00 мкг/см^3 для построения калибровочного графика и для внесения в образцы, которые могут храниться в холодильнике не более 30 суток.

7.4. Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Ципродинила в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 мкг/см^3.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ от концентрации Ципродинила в растворе в мкг/см^3.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.79 г., а также с ГОСТ 25896-83 ТУ – «Виноград свежий» и ГОСТ 25892-83 ТУ – «Виноградный сок».

Пробы соков хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре +4°С не более 10 суток. Пробы винограда хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0-4 $^{\circ}$С не более суток. Для длительного хранения пробы винограда замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре -18 $^{\circ}$С до 2-х лет.:

9. Выполнение определения

9.1. Виноград, ягоды

9.1.1. Экстракция Ципродинила из анализируемой пробы

Навеску 10 г измельченной пробы помещают в полипропиленовые банки (флаконы) объемом 250 см^3, приливают 40 см^3 ацетонитрила и встряхивают в течение 30 мин. По окончании встряхивания экстракт фильтруют в делительную воронку емкостью 250 см^3 через стеклянную воронку с бумажным фильтром «красная лента». Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя каждый раз по 40 см^3 ацетонитрила и, встряхивая смесь в течение 15 мин. Экстракты отфильтровывают в ту же делительную воронку.

К объединенному экстракту в делительную воронку приливают 25 см^3 гексана и встряхивают в течение минуты. После разделения слоев нижний слой сливают в стакан емкостью 200 см^3, а гексан отбрасывают. Экстракт возвращают в делительную воронку и промывают его еще раз 25 см^3 гексана.

Промытый экстракт сливают в концентратор емкостью 250 см^3 и упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре 40°С.

9.1.2. Переэкстракция хлористый метилен

Водный остаток в концентраторе разбавляют 50 см^3 2% раствора безводного сульфата натрия, перемешивают содержимое концентратора и переносят в делительную воронку емкостью 250 см^3. Обмывают концентратор еще раз 50 см^3 безводного сульфата натрия и сливают в ту же делительную воронку. Приливают в делительную воронку 50 см^3 хлористого метилена и встряхивают воронку в течение 2 минут. После разделения слоев нижний слой сливают в концентратор через воронку с безводным сульфатом натрия.

Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 см^3 хлористого метилена. Экстракты объединят и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40°С.

Далее проводят очистку пробы на колонках с Флоризилом.

9.1.3. Очистка пробы на колонках с Флоризилом

Сухой остаток в концентраторе разводят в 5 $см^3$ гексана и наносят на колонку с Флоризилом, подготовленную, как указано в разделе 7.1.1. Промывают колонку 5 $см^3$ смеси гексан: ацетон – 9:1, смыв отбрасывают. Пропускают через колонку 20 $см^3$ смеси гексан: ацетон – 9:1, собирая элюат в концентратор емкостью 100 $см^3$. Содержимое концентратора выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40°С. Сухой остаток в концентраторе разводят в 2 $см^3$ ацетона и вводят в хроматограф 1 $мм^3$ пробы.

9.2. Сок винограда

9.2.1. Экстракция Ципродинила из анализируемой пробы

Пробу сока 10 г помещают в делительную воронку емкостью 250 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают содержимое воронки, приливают 50 $см^3$ ацетонитрила и встряхивают содержимое воронки в течение двух минут. После разделения фаз нижний слой сливают в стакан емкостью 100 $см^3$, а ацетонитрил – в концентратор емкостью 250 $см^3$. Водно-солевую фазу из стакана возвращают в делительную воронку и повторяют переэкстракцию Ципродинила в ацетонитрил еще 2 раза, используя каждый раз по 50 $см^3$ ацетонитрила и, встряхивая смесь в течение двух минут.

Экстракты объединяют и упаривают на ротационном вакуумном испарителе до остатка объемом 1-2 мл при температуре 40°С.

9.2.2. Переэкстракция хлористый метилен и очистка экстракта

Остаток в концентраторе разбавляют 50 $см^3$ 2% раствора безводного сульфата натрия, перемешивают содержимое концентратора и переносят в делительную воронку емкостью 250 $см^3$. Обмывают концентратор еще раз 50 $см^3$ 2% раствора безводного сульфата натрия и сливают в ту же делительную воронку.

Приливают в делительную воронку 40 $см^3$ хлористого метилена и проводят переэкстракцию Ципродинила, как указано в разделе **9.1.2.**, и очистку пробы на колонке с Флоризилом, как указано в разделе **9.1.3**.

После очистки сухой остаток в концентраторе растворяют в 2 $см^3$ ацетона и вводят в хроматограф 1 $мм^3$ пробы.

9.3. Условия хроматографирования

Хроматограф "Кристалл 5000.1" с термоионным детектором с пределом детектирования по фосфору в Паратион-метиле 3×10^{-14} г/см^3 или другой с аналогичными характеристиками.

Капиллярная кварцевая колонка CP SIL 8CD DF=0,25UM (5% дифенил и 95% диметилполисилоксан, аналог HP-5), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура термостата колонки программированная: начальная температура - 190°С, выдержка 1 минута, нагрев колонки по 20°С в минуту до 260°С; время анализа -10 мин.

Температура испарителя – 230°С, детектора – 300°С.

Регулятор расхода гелия – РРГ-11;

Газ 1 – гелий (газ-носитель), давление на входе – 120 кПа, линейная скорость – 27,902 см/сек, давление на выходе – 101,3 кПа; поток через колонку – 0,881 см^3/мин; мертвое время – 1,79 мин.

Газ 2 – гелий (сброс пробы), расход –8,8 см^3/мин; деление потока - 1:10.

Газ 4 – азот (поддув в детектор), расход во время анализа – 30 см^3/мин.

Газ 5 – водород, расход во время анализа – 11,5 см^3/мин;

Газ 6 – воздух, расход – 200 см^3/мин.

Продувка детектора и испарителя азотом после анализа – по 50 см^3/мин в течение 3 минут при температуре колонки 250°С. Расход газов: Г1 – 50; Г2 – 40; Г4 – 40 см^3/мин.

Абсолютное время удерживания Ципродинила - 6 мин 10 сек - 6 мин 12 сек.

Минимально детектируемое количество Ципродинила в анализируемом объеме – 0,1 нг

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,1 – 1,0 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Ципродинила 1,0 мкг/см^3 соответственно, разбавляют.

10. Обработка результатов анализа

Для определения содержания Ципродинила в пробах методом ГЖХ используют следующую формулу:

$$X = \frac{Sпр \cdot A \cdot V}{100 \cdot Sст \cdot m} \times P$$

где **X** - содержание Ципродинила в пробе, мг/кг;

Sст - площадь пика стандарта, мВ;

Sпр - площадь пика образца, мВ;

A - концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m - масса анализируемого образца, г;

P - содержание Ципродинила в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r \qquad (1)$$

где X_1, X_2- результаты параллельных определений, мг/кг;

r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом

$r = 2.8\ \sigma_r$.

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;

Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$\Delta = \delta * \bar{X}/100$,

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание вещества в пробе менее 0,02 мг/кг»**

** - 0.02 мг/кг - предел обнаружения.*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

$$\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta,$$

где Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$\Delta = \delta * \bar{X}/100$,

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д,$$

где $\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг;

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \leq K, \qquad (2)$$

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)

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

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

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

ББК 51.21

О 60

О 60 **Определение** остаточных количеств Ципродинила в винограде и виноградном соке методом газожидкостной хроматографии. Методические указания. – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 16 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России – (профессор, кандидат с.-х. наук В.А. Калинин, ст. н. сотр., канд. с.-х. наук Т.С. Калинина).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения (протокол от 21.06.2007 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 25 октября 2007 г.

4. Введены в действие с 25 декабря 2007 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0.

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009