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

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 ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3188—14

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.180/01.00043/2014.

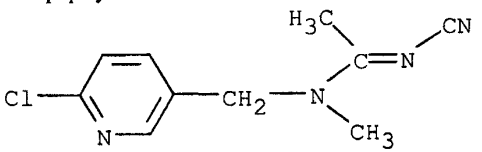
Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: ацетамиприд.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (E)-N^1-[(6-хлор-3-пиридил)метил]-N^2-циано-N^1-метилацетамидин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{10}H_{11}ClN_4$.

Молекулярная масса: 222,7.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления: 98,9 °С.

Давление пара: < 1 × 10^{-3} мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода: K_{ow} log P = 0,80 (25 °С).

Растворимость в воде (мг/$дм^3$, 25 °С): 4 250.

Растворимость в органических растворителях: растворим в ацетоне, метаноле, этаноле, дихлорметане, хлороформе, ацетонитриле и тетрагидрофуране.

Стабилен в буферных при pH 4, 5, 7. Медленно разлагается при pH 9 и 45 °С. Устойчив к воздействию света.

Слабое основание, pK_a 0,7.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая оральная токсичность LD_{50} 2 148 мг/кг (крысы). При подкожном введении LD_{50} 4 166 мг/кг (кролики). Ингаляционная токсичность LC_{50} более 3,0 мг на 1 $дм^3$ воздуха (крысы, период наблюдения 4 ч). Практически не раздражает кожу и слизистую глаз у кроликов.

Область применения. Системный инсектицид – агонист никотиновых ацетилхолиновых рецепторов, влияющий на синапсы центральной нервной системы насекомых.

Механизм действия: трансламинарная активность контактного и желудочного действия.

Используется для подавления развития тли *Hemiptera, Thysanoptera* и *Lipidoptera* посредством обработки почвы и листьев растений во фруктовых садах при нормах расхода 100—700 г/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 (мг/дм^3)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, σ_{R_3}, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm\,\delta$, %
Ботва	0,05—0,5	7	9	12	23
Корнеплоды	0,05—0,5	7	9	12	23

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

Таблица 2

Полнота извлечения ацетамиприда, 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)	Полната извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Ботва	0,05	0,05—0,5	85,7	2,30	3,23
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	86,1	3,19	4,47

2. Метод измерений

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

Идентификация ацетамиприда 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

Ультраэффективный 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 пределом допустимой погрешности 0,1 г	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 10, 100 $см^3$	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

Ацетамиприд – аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,9 %	
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
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Смесь № 1: гексан–этилацетат в соотношении 1 : 1 по объему	
Смесь № 2: гексан–этилацетат в соотношении 1 : 9 по объему	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 20 : 80	
Этилацетат, хч	ГОСТ 22300—76

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 25 см^3	ГОСТ 9737—93
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, 0,6 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см^3	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	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 аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 см^3/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон заполненный гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля 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 20 : 80 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 ацетамиприда (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 ацетамиприда 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

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 ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы 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 ацетамиприда 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 концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимо-

сти среднего значения площади пика от концентрации ацетамиприда 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 ацетамиприда в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации ацетамиприда в градуировочном растворе;

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

7.6. Проверка хроматографического поведения ацетамиприда на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 градуировочного раствора ацетамиприда 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 5 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют ацетамиприд смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют по п. 9.3.

Фракции, содержащие ацетамиприд, объединяют и вновь анализируют.

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

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб свеклы 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), а также в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения аналитические пробы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой −18 °С и хранят до анализа в герметичной полиэтиленовой упаковке.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция ацетамиприда из ботвы и корнеплодов сахарной свеклы

Навеску измельченной пробы (10 ± 0,1) г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, последовательно добавляют 10 см^3 ацетонитрила, 4 г безводного натрия сернокислого и 1 г натрия хлористого. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают аликвоту 1 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

Сухой остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в 1 см^3 смеси № 1, вносят в предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см^3 смеси № 1 и также вносят на патрон. Патрон промывают 5 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Ацетамиприд элюируют 8 см^3 смеси № 2, элюат собирают, упаривают досуха на ротацион-

ном вакуумном испарителе, остаток растворяют в 1 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 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 20 : 80. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора: 245 нм. Объем вводимой пробы: 10 мм^3. Абсолютное время удерживания ацетамиприда: (5,2 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание ацетамиприда 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 ацетамиприда на хроматограмме испытуемого образца, 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 ацетамиприда, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ацетамиприда 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:

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

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;

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 меньше нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание вещества в пробе менее нижней границы определения*» (например: менее 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел обнаружения ацетамиприда в корнеплодах сахарной свеклы).

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:

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

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 $K_к$ 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., Комарова А. С., Черменская Т. Д.).