4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2162—4.1.2176—07

Издание официальное

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 221с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 14

Тираж 100 экз.

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

Содержание

1. Определение остаточных количеств 2,4-Д в масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2162-07.....4
2. Определение остаточных количеств галоксифопа-р-метила и галоксифопа-р в воде, галоксифопа-р в почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, корнеплодах сахарной, кормовой и столовой свеклы, семенах и масле льна, рапса, сои, подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2163-07.....17
3. Определение остаточных количеств дифеноконазола в картофеле, моркови и томатах методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2164-07.....42
4. Определение остаточных количеств зета-циперметрина в семенах рапса, масле рапса (горчицы) методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2165-07.....56
5. Определение остаточных количеств ипродиона в огурцах и томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2166-07.....69
6. Определение остаточных количеств каптана и фолпета в воде, почве, каптана в яблоках, фолпета в клубнях картофеля и винограде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2167-07.....83
7. Определение остаточных количеств клопиралида в капусте, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2168-07.....99
8. Определение остаточных количеств метамитрона в ботве и корнеплодах столовой и кормовой свеклы методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2169-07.....113
9. Определение остаточных количеств прометрина в семенах кориандра методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2170-07.....125
10. Определение остаточных количеств римсульфурона в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2171-07.....138
11. Определение остаточных количеств тау-флувалината в зерне и соломе зерновых культур, в ягодах и соке винограда, зеленой массе пастбищных трав, семенах и масле рапса, сои методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2172-07.....147
12. Определение остаточных количеств тиаметоксама в луке, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2173-07.....163
13. Определение остаточных количеств фамоксадона в плодах томатов, ягодах винограда, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2174-07.....178
14. Определение остаточных количеств цимоксанила в томатах, винограде, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2175-07.....198
15. Измерение концентраций 2,4 D этилгексилового эфира в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2176-07.....212

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

Г.Г.Онищенко

«21» февраля 2007 г.

Дата введения: с 1 мая 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ РИМСУЛЬФУРОНА В КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методические указания

МУК 4.1.2174 –07

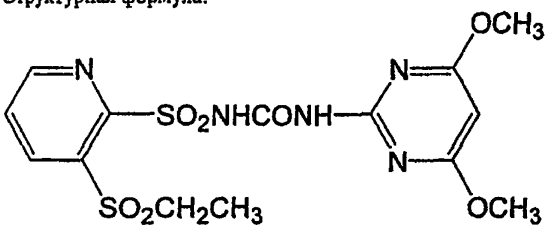
1. Вводная часть

Торговое наименование:.Римус

Фирма регистрант: ООО НПП «Агрусхим».

Действующее вещество: римсульфурон.

Структурная формула:



1-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил) -3-(этилсульфонил-2-пиридинсульфонил)мочевина (IUPAC).

Мол. масса: 431,4

Брутто формула: $C_{14}H_{17}N_5O_7S_2$

Химически чистый римсульфурон представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 172–173°С, давлением паров 1.5×10^{-3} мРа (25°С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=0.288 (pH 5), -1.47 (pH 7).

Растворимость в воде: при 25°С <10 мг/л; 7.3 г/л (буферный раствор, pH7). Хорошо растворим в ацетонитриле, дихлорметане и хлороформе.

Гидролиз (25°С), DT_{50}: 4.6 дня (pH 5), 7.2 дня (pH 7), 0.3 дня (pH 9).

Группа токсичности по ВОЗ - U; LD_{50} для крыс >5000 мг/кг.

Область применения: послевсходовый системный гербицид, эффективный в борьбе со злаковыми однолетними и многолетними сорняками. Используется для защиты кукурузы, картофеля и томатов.

Гигиенические нормативы для римсульфурона в России:

МДУ для римсульфурона в картофеле – 0.01 мг/кг.

2. Методика определения римсульфурона в клубнях картофеля методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Область применения и принцип метода

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств римсульфурона в клубнях картофеля в диапазоне концентраций 0.005 -0.05 мг/кг.
Методика основана на определении римсульфурона методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологические характеристики

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

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
клубни	0.005-0.01	100	14.0	39.2	19.7
клубни	0.01-0.1	50	6.4	17.9	12.8

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n=20) приведены в таблице 2.

Таблица 2

Полнота извлечения римсульфурона, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для n = 20, P = 0.95

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Клубни	0.005	0.005-0.05	81.7	10.1	9.2

2.1.3. Избирательность метода

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.
Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Дихлорметан, х.ч., ТУ 6-09-3716-80.
Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.
Калий фосфорнокислый 2-замещенный, 3-водный, чда, ГОСТ 2493-75; 0.1М водный раствор.
Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.
Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161–77.
Кислота ортофосфорная, хч, ГОСТ 6552-80; 2М и 0.005М водные растворы.
Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.
Римсульфурон, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9% (Sigma-Aldrich).
Натрий двуутлекислый, ГОСТ 83–79.
Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.
Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.
н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,005М ортофосфорная кислота (35:65, по объему).
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).
Стекловата.
Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.
Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (40:60, по объему).
Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10:90, по объему).
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.
Колонка Symmetry C-18 (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA).
Предколонка Waters Symmetry C-18.
Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-2001 или аналогичные.
Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.
Бидистиллятор.
pH-метр универсальный ЭВ-74, ГОСТ 22261-76.
Насос водоструйный, МРТУ 42 861-64.
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Воронки лабораторные В-75-110, ГОСТ 25 336-82.
Воронки делительные ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1774-74.
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 22292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

2.4. Отбор и хранение проб

Отбор проб картофеля производят по ГОСТ 7194-81 «Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества». Пробы клубней картофеля до анализа хранят в холодильнике при 4^0C не более 2 недель или в морозильной камере при -18^0C не более 6 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. В случае необходимости органические растворители очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташем (на 1 $дм^3$ ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объёмом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1-2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 2М раствора ортофосфорной кислоты 200 г 98% (или 225 г 87%) кристаллической H_3PO_4 помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой.
Для приготовления 0.005М раствора ортофосфорной кислоты 2.5 $см^3$ 2М раствора H_3PO_4 вносят в мерную колбу на 1 $дм^3$ и доводят до метки деионизированной бидистиллированной водой.
Для приготовления 1М раствора K_2HPO_4 228 г кристаллического калия фосфорнокислого двузамещенного трехводного помещают в мерную колбу на 1 $дм^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.
Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 $дм^3$ смешивают 500 $см^3$ ацетона с 500 $см^3$ дистиллированной воды.
Для приготовления подвижной фазы в колбе емкостью 1 $дм^3$ смешивают 350 $см^3$ ацетонитрила с 650 $см^3$ 0.005М раствора ортофосфорной кислоты.
Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 400 $см^3$ н-гексана и 600 $см^3$ этилацетата.
Для приготовления элюента №2 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 100 $см^3$ н-гексана и 900 $см^3$ этилацетата.
Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску римсульфурона (100 мг), переносят в мерную колбу на 100 см^3, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 1 мг/см^3). Градуировочные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 и 2.0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы смесь ацетонитрил – 0.005М ортофосфорная кислота (35:65, по объему).
Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.
При изучении полноты открывания римсульфурона в клубнях картофеля используют ацетонитрильные растворы вещества. Раствор внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 мкг/см^3 готовят из стандартного раствора с концентрацией 1 мг/см^3 методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация римсульфурона в растворе) в хроматограф вводят по 50 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации римсульфурона в градуировочном растворе (мкг/см^3).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см^3 смеси гексан – этилацетат (40:60, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 25 см^3 элюента №2 и 25 см^3 элюента №1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения римсульфурона на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 2 см^3 стандартного раствора римсульфурона с концентрацией 1.0 мкг/ см^3. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°С), остаток растворяют в 5 см^3 элюента №1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см^3 элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см^3 элюента №1, затем 100 см^3 элюента №2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание римсульфурона (п. 2.6.3.).
Фракции, содержащие римсульфурон, объединяют, выпаривают досуха, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3.). Рассчитывают содержание римсульфурона в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.
Примечание: параметры удерживания римсульфурона и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

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

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение римсульфурона в клубнях картофеля

Навеску нарезанных клубней картофеля массой 40 г помещают в коническую колбу емкостью 250 $см^3$ и экстрагируют римсульфурон 50 $см^3$ смеси ацетон–вода (50:50, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Экстракцию проводят еще 2 раза с 50 $см^3$ водно-ацетоновой смеси. Ацетон удаляют на роторном испарителе при температуре не выше 40°С, объём водного раствора доводят до 100 $см^3$ дистиллированной водой, помещают в делительную воронку объёмом 250 $см^3$ и промывают трижды гексаном порциями по 30 $см^3$, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 минут и отбрасывая после расслоения верхний органический слой. К водному экстракту добавляют 10 $см^3$ 1М раствора K_2HPO_4 и промывают дважды хлористым метиленом порциями по 30 $см^3$, встряхивая делительную воронку в течение 2–3 минут. Нижний органический слой отбрасывают.*
Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 5 и римсульфурон экстрагируют этилацетатом трижды по 50 $см^3$, встряхивая воронку каждый раз по 2–3 мин.* Верхний водный слой отбрасывают. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 $см^3$ этилацетата. Полученный раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.2.
* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном и хлористым метиленом – небольшое количество (до 10 $см^3$) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 $см^3$).

2.6.2. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.п. 2.6.1 экстрактов клубней картофеля, количественно переносят двумя порциями по 5 $см^3$ смеси гексан – этилацетат (40:60, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 50 $см^3$ элюента №1, которые отбрасывают. Римсульфурон элюируют 70 $см^3$ элюента №2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 $см^3$. Раствор выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 $мм^3$ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками. Рабочая длина волны 231 нм.
Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки. Колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Подвижная фаза: ацетонитрил – 0.005М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 35:65. Скорость потока 1 $см^3$/мин. Дозируемый объем 50 $мм^3$. Линейный диапазон детектирования 0,1 - 2.0 мкг/$см^3$.
Время удерживания римсульфурона 11.0±0.2 мин.

3. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание римсульфурона в образце клубней картофеля (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

где S_1- площадь пика римсульфурона в стандартном растворе, мм;
S_2- площадь пика римсульфурона в анализируемой пробе, мм;
V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, $см^3$;
P - навеска анализируемого образца, г;
C - концентрация стандартного раствора римсульфурона, $мкг/см^3$.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор римсульфурона 2 $мкг/см^3$, разбавляют неподвижной фазой для ВЭЖХ.

4. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух паралдлельных определений, расхождение между которыми не превышает придела 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 ($r = 2.8\sigma_r$).
При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta)\ мг/кг \text{ при вероятности } P=0.95,$$

где $\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;
Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

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 0.005 мг/кг*, где *-0.005 мг/кг – предел обнаружения).

6. 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».
6.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.
6.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа

проводится с применением метода добавок.
Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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:

$$\Delta_л = \pm 0.84\,\Delta,$$

где Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.
Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д,$$

где X', X, $C_д$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.
Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (К).
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, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.
6.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:
Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

где X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;
R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций), %.

7. Требования техники безопасности.

При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005-88).
При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

8. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п.6.

9. Разработчики

Цибульская И.А., Долженко В.И., Юзихин О.С. (ВНИИ защиты растений).