Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3510—17

Издание официальное

Москва • 2018

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3510—17

ББК 51.23
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—15 с.

ISBN 978–5–7508–1669–9

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская, А. А. Далинова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 ноября 2017 г. № 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 29 декабря 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1669–9

© Роспотребнадзор, 2018

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
29 декабря 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3510—17

Свидетельство об аттестации методики измерений № 01.5.04.237/01.00043/2016.

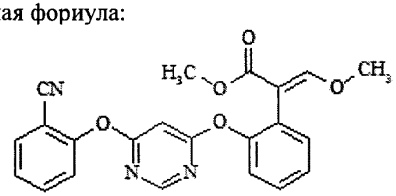
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Азоксистробин

Метил (E)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Структурная фориула:



Молекулярная масса: 403,4.

Брутто формула: $C_{22}H_{17}N_3O_5$.

Бесцветное кристаллическое вещество без цвета и запаха.

Температура плавления: 116 °С. Давление паров: $1,1 \times 10^{-7}$ МПа (20 °С). Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} logP = 2,5 (20 °С).

Растворимость в воде (20 °С): – 6 мг/дм^3. Растворимость (г/дм^3, 20 °С): в гексане – 0,057, в толуоле – 55, ацетонитриле – 340, метаноле – 20, октаноле – 20, ацетоне – 86. Гидролитически стабилен при комнатной температуре при pH 3—10. Фотолиз азоксистробина протекает с образованием Z-изомера.

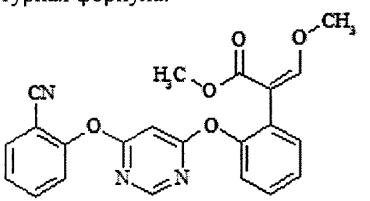
Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность для крыс $ЛД_{50}$ > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность $ЛД_{50}$ > 2 000 мг/кг, ингаляционная токсичность $ЛК_{50}$ > 0,7 мг/м^3. Малотоксичен для пчел и шмелей.

Область применения. Фунгицид системного и контактного действия, имеет длительный защитный эффект, высокоэффективен против возбудителей ложной и мучнистой настоящей росы, пятнистости листьев зерновых, ржавчины и корневых гнилей на рисе, томате, картофеле и др.

Z-азоксистробин

Метил (Z)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Структурная фориула:



Молекулярная масса: 403,4.

Брутто формула: $C_{22}H_{17}N_3O_5$.

Кристаллическое вещество желтого цвета, физико-химические свойства близки к свойствам азоксистробина.

Гигиенические нормативы для азоксистробина в России: МДУ в овощах со съедобными клубнями и корнями (кроме картофеля) – 1,0 мг/кг.

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

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности*) (границы относительной погрешности ($P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, % ($P = 0,95$)
Азоксистробин						
Ботва	0,05—0,5	25	11	15	31	42
Корнеплоды	0,05—0,5	25	11	15	31	42
Z-азоксистробин						
Ботва	0,05—0,5	25	11	15	31	42
Корнеплоды	0,05—0,5	25	11	15	31	42

*) соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения азоксистробина и Z-азоксистробина, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для $n = 20$, $P = 0,95$

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Азоксистробин					
Ботва	0,05	0,05—0,5	88,5	4,73	2,07
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	85,6	3,68	1,61
Z-азоксистробин					
Ботва	0,05	0,05—0,5	88,4	5,77	2,53
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	84,3	4,24	1,86

2. Метод измерений

Метод основан на определении азоксистробина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после извлечения из образцов ацетонитрилом в присутствии цитратного буфера, насыщенного сульфатом магния, и обеспечивающего разделение водной и органической фаз; очистке ацетонитрильного экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции и на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация азоксистробина 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 УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 150 г, предел допустимой погрешности 5 мг	ГОСТ 53228—08
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 81/210 г, предел допустимой погрешности 0,1/0,3 мг	ГОСТ 53228—08
Дозаторы пипеточные переменного объема от 10 до 100 мм^3 и от 100 до 1 000 мм^3	ГОСТ 23932—90
Колбы мерные на 100, 500 и 1 000 см^3	ГОСТ 23932—90
Цилиндры мерные на 50 и 100 см^3	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Z-азоксистробин, с содержанием основного вещества 97,3 %	
Азоксистробин, с содержанием основного вещества 99,3 %	
Ацетон, осч	ТУ 2633-048-7811997
Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12

Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Гексан, чда	ТУ 2631-001-54260861—13
Динатрия цитрат сесквигидрат, 99 %	
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Магний сернокислый безводный, 99 %	
Натрий сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия цитрат двуводный, 99 %	
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, с постоянной активностью 0,6 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005М ортофосфорной кислоты в соотношении 45 : 55	
Смесь первичных и вторичных аминов, № 5982-5753	
Элюент № 1: гексан–ацетон в соотношении 4 : 1 по объему	
Элюент № 2: гексан–ацетон в соотношении 2 : 1 по объему	

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	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Воздушный испаритель	
Пробирки полипропиленые центрифужные с крышками объемом 50 и 15 $см^3$	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	ТУ 4389-007-44330709—11
Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин	

Примечание. Допускается использование вспомогательных устройств и материалов 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 ГН 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—15.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утв. Приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

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 промывают 2,5 $см^3$ элюента № 2, затем 3 $см^3$ элюента № 1.

7.3. Приготовление растворов

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

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор азоксистробина с концентрацией 0,5 мг/см³: точную навеску азоксистробина (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.4.2. Основной раствор Z-азоксистробина с концентрацией 0,5 мг/см³: точную навеску *Z*-азоксистробина (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.4.3. Приготовление градуировочных растворов. Градуировочные растворы с концентрациями азоксистробина и *Z*-азоксистробина 0,05 + 0,05; 0,1 + 0,1; 0,2 + 0,2; 0,5 + 0,5 мкг/$см^3$ соответственно, готовят методом последовательного разбавления по объему, используя подвижную фазу.

7.4.3.1. Раствор № 1 с концентрацией 0,5 + 0,5 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,1 $см^3$ основного раствора азоксистробина и 0,1 $см^3$ основного раствора Z-азоксистробина и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.3.2. Раствор № 2 с концентрацией 0,2 + 0,2 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 4,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.3.3. Раствор № 3 с концентрацией 0,1 + 0,1 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 2,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.3.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,05 + 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до подвижной фазой.

Основные растворы азоксистробина и Z-азоксистробина можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения азоксистробина и Z-азоксистробина используют ацетонитрильные растворы веществ, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация азоксистробина и его метаболита 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 зависимости среднего значения площади пика от концентрации азоксистробина и его метаболита 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 азоксистробина в градуировочном растворе;

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

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

7.6. Проверка хроматографического поведения азоксистробина и его метаболита на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора азоксистробина и его метаболита с концентрацией 0,5 + 0,5 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 ацетона, добавляют 9 см^3 гексана и переносят на подготовленный патрон. Промывают патрон 3 см^3 элюента № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют азоксистробин и его метаболит 10 см^3 элюента № 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 азоксистробин и его метаболит объединяют и вновь анализируют. Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

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» (№ 2051-79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ Р 52647—06 «Свекла сахарная. Технические условия». 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. Определение азоксистробина и его метаболита в ботве и корнеплодах свеклы

Навеску измельченной матрицы 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, последовательно добавляют 10 см^3 ацетонитрила, 4 г безводного сульфата магния, 1 г хлористого натрия, 1 г цитрата натрия двуводного и 0,5 г динатрия цитрата сесквигидрата. 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 5 см^3, переносят в центрифужную пробирку вместимостью

15 см^3, содержащую 150 мг смеси первичных и вторичных аминов и 900 мг безводного сульфата магния. 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 1 см^3, упаривают досуха в токе воздуха при температуре не более 40 °С. Сухой остаток чистят на патроне для твердофазной экстракции Диапак С (п. 9.2).

9.2. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.1), растворяют в 1 см^3 ацетона, добавляют 9 см^3 гексана и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 3 см^3 элюента № 1. Азоксистробин и его метаболит элюируют 5 см^3 элюента № 2. Элюат переносят в круглодонную колбу емкостью 25 см^3 и упаривают досуха при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют по п. 9.3.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными 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 45 : 55. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 245 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

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

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

S_x – площадь пика азоксистробина или его метаболита на хроматограмме испытуемого образца (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.

Содержание остаточных количеств азоксистробина и его метаболита в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор азоксистробина с концентрацией 0,05 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости ($r = 2{,}8\sigma_r$).

При невыполнении условия 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 азоксистробина в корнеплодах 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:

$$\Delta_л = \pm\, 0{,}84\ \Delta$$

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:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \qquad (1)$$

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, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 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), %.

Определение остаточных количеств азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3510—17

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 24.12.18

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 100 экз. Заказ 79

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
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел.: 8 (495) 633-86-59

gost.e-ecolog.ru