Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3515—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 ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3515—17

ББК 51.23
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—14 с.

ISBN 978–5–7508–1674–3

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская) и ООО «Инновационный центр защиты растений» (Е. Ю. Алексеев).

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 978–5–7508–1674–3

© 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 ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3515—17

Свидетельство об аттестации методики измерений № 88-16207-036-RA.RU.310657-2017.

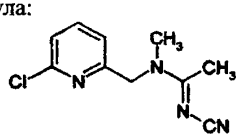
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке в диапазоне концентраций 0,025—0,25 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Ацетамиприд

(E)-N1-[(6-хлор-3-пиридил)метил]-N2-циано-N1-метилацетамидин (IUPAC).

Структурная формула:



Молекулярная масса: 222,7.

Брутто формула: $C_{10}H_{11}ClN_4$.

Химически чистое вещество представляет собой бесцветные кристаллы.

Температура плавления: 98,9 °С. Давление пара: $< 1 \times 10^{-3}$ MPa (25 °С).

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

Растворимость в воде 4 250 мг/дм^3 при 25 °С. Растворимость в органических растворителях: хорошо 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 пероральная токсичность LD_{50} 146–217 мг/кг (крысы). При подкожном введении LD_{50} для крыс > 2 000 мг/кг. Ингаляционная токсичность LC_{50} > 0,29 мг на 1 $дм^3$ воздуха (крысы). Практически не раздражает кожу и слизистую глаз у кроликов.

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

Используется для подавления развития тлей, трипсов и чешуекрылых посредством обработки почвы и листьев растений на широком спектре овощных и плодовых культур при нормах расхода 75—700 г/га.

Гигиенические нормативы для ацетамиприда в России: МДУ (мг/кг) – зерно хлебных злаков, картофель – 0,5; рапс (зерно, масло) – 0,1; огурцы, томаты – 0,3; плодовые семечковые – 0,8*; сахарная свекла – 0,1; ВМДУ плодовые семечковые – 0,8*.

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, % ($P = 0,95$)
Зерно гороха	0,025—0,25	25	10	12,5	28	36
Капуста	0,025—0,25	25	10	12,5	28	36
Морковь	0,025—0,25	25	10	12,5	28	36
Лук-репка	0,025—0,25	25	10	12,5	28	36

*) соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) 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 определения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Зерно гороха	0,025	0,025—0,25	85,2	7,70	3,37
Капуста	0,025	0,025—0,25	87,0	5,85	2,56
Морковь	0,025	0,025—0,25	81,5	3,04	1,33
Лук	0,025	0,025—0,25	82,6	4,78	2,09

2. Метод измерений

Метод основан на определении ацетамиприда 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 при одновременном удалении воды безводным сульфатом магния и на патронах 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

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

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
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Ацетамиприд с содержанием основного вещества 99,9 %	
Динатрия цитрат сесквигидрат, 99 %	
Магний сернокислый безводный, 99 %	
Натрия цитрат двуводный, 99 %	
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, объем 1 мл	ТУ 4215-002-0545-931—94
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005М ортофосфорной кислоты в соотношении 20 : 80	
Смесь первичных и вторичных аминов, № 5982-5753.	
Элюент № 1: гексан–этилацетат в соотношении 1 : 1 по объему	
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	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	

Воздушный испаритель	
Мельница зерновая А11В	
Пробирки полипропиленовые 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—90.

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 $см^3$ этилацетата, затем 3 $см^3$ элюента № 1.

7.3. Приготовление растворов

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

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. *Основной раствор ацетамиприда с концентрацией 0,5 мг/см³*: 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 0,02, 0,05, 0,1, 0,2 и 0,5 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя ацетонитрил).

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

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

7.4.2.5. *Раствор № 4 с концентрацией 0,05 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.6. *Раствор № 5 с концентрацией 0,02 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора № 3 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор ацетамиприда можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения ацетамиприда 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 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 зависимости среднего значения площади пика от концентрации ацетамиприда в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = K \cdot S, \text{ где}$$

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 стандартного раствора ацетамиприда с концентрацией 0,5 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 элюента № 1 и переносят на подготовленный патрон. Промывают патрон 3 см^3 элюента № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют ацетамиприд 10 см^3 этилацетата 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.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79). Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 6201—68 «Горох шлифованный. Технические условия». Пробы гороха хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Пробы капусты отбирают в соответствии с ГОСТ 1724—85 «Капуста белокочанная свежая, заготовляемая и поставляемая. Технические условия (с Изменениями № 1—4)»; моркови – в соответствии с ГОСТ 1721—85 «Морковь столовая свежая, заготовляемая и поставляемая. Технические условия»; лука – в соответствии с ГОСТ 1723—86 «Лук репчатый свежий заготовляемый и поставляемый. Технические условия». Пробы капусты, моркови и лука хранят до анализа в герметичной таре в морозильной камере при температуре не выше –18 °С.

9. Проведение определения

9.1. Определение ацетамиприда в зерне гороха, в капусте, моркови, луке

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. В случае зерна гороха, добавляют 10 мл воды. 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 $см^3$ и упаривают растворитель в токе воздуха при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток чистят на патроне для твердофазной экстракции по п. 9.2.

9.2. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.1), растворяют в 1 $см^3$ элюента № 1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 5 $см^3$ элюента № 1. Ацетамиприд элюируют 8 $см^3$ этилацетата. Элюат упаривают досуха в токе воздуха 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, (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 $мм^3$.

10. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

f – полнота извлечения ацетамиприда, приведенная в табл. 2, %;

S_x – площадь пика ацетамиприда на хроматограмме испытуемого образца, (AU);

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

V – объем экстракта первичный, $см^3$, равен 10 $см^3$;

P – навеска анализируемого образца, г.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ацетамиприда с концентрацией 0,5 $мкг/см^3$, 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 0,025 мг/кг*, где * 0,025 мг/кг – предел определения ацетамиприда в капусте).

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:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (2)$$

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):

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

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

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

Определение остаточных количеств ацетамиприда в зерне гороха, капусте, моркови и луке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3515—17

Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 25.12.18

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 100 экз. Заказ 83

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