Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств бифентрина в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительных маслах методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2299—07

Издание официальное

Москва • 2009

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 бифентрина в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительных маслах методом газожидкостной хроматографии

Методические указания

МУК 4.1.2299–07

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств бифентрина в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительных маслах методом газожидкостной хроматографии. Методические указания. – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 14 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К.А. Тимирязева, Учебным консультационным центром "Агроэкология пестицидов и агрохимикатов" Минсельхоза России (профессор, канд. с-х. наук В.А. Калинин., ст.н. сотр., канд. с-х. наук Т.С. Калинина, науч. сотр. О.И. Рыбакова, инженер О.А. Третьякова).

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

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

4. Введены в действие с 25 декабря 2007 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 **Печ. л. 1,0.**

Тираж 200 экз.

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

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

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

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
25 октября 2007 г.
Дата введения: 25 декабря 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Бифентрина в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительных маслах методом газожидкостной хроматографии.

Методические указания
МУК 4.1.2299-07

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Бифентрина в зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительных масла в диапазоне 0,01 – 0,1 мг/кг.

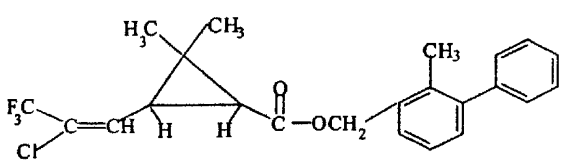
Фирма производитель: ФМС Европа НВ.

Торговое название: Семафор.

Название действующего вещества по ИСО: Бифентрин.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-метил-3-илметил (Z)-(1RS, 3RS)-3-(2-хлор-3,3,3-трифторпроп-1-енил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{23}H_{22}ClF_3O_2$.

Молекулярная масса: 422,9.

Изомерный состав: цис-изомер - 97 % (минимум), транс-изомер - 3 % (максимум).

Химически чистое соединение представляет собой белый кристаллический порошок.

Физическое состояние технического продукта – вязкая, затвердевающая маслянистая жидкость;

Давление насыщенного пара 0,024 мПа при 25°С.

Температура плавления: 51-66°С (технического продукта), 68-70°С (чистого химического вещества).

Плотность при 25°С: 1,210 г/см3.

Коэффициент перераспределения октанол/вода: K_{ow} logP> 6.

Плохо растворим в гептане, метаноле, воде, относительно хорошо растворим в н-гексане и хорошо в ацетоне, хлороформе, дихлорметане, диэтиловом эфире и толуоле.

Стабилен в водной среде при pH от 5,0 до 9,0. Он долго сохраняется на обработанных поверхностях в отсутствии света и относительно фотостабилен.

Период полураспада в почве от 2 до 4 месяцев (в зависимости от типа почвы).

Краткая токсикологическая характеристика. Бифентрин относится к опасным веществам по острой пероральной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы – 54,5 мг/кг), малоопасным по дермальной ($ЛД_{50}$ кролики – >2000 мг/кг) токсичности и умеренно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы > 4940 мг/м^3). Отрицательные побочные эффекты не обнаружены.

В России установлены следующие гигиенические нормативы

ДСД – 0,005 мг/кг/сут.

ВМДУ (мг/кг): кукуруза (зерно), подсолнечник (семена) – содержание вещества не допускается в данных продуктах (на уровне чувствительности метода контроля).

МДУ в растительных маслах не установлен.

Бифентрин – инсектицид и акарицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов, эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов жесткокрылых, прямокрылых, двукрылых и чешуекрылых (имаго и личинки), а также некоторых видов клещей.

Зарегистрирован в России и странах СНГ под торговым названием Семафор, ТПС, 200 г/л, для применения на подсолнечнике, кукурузе и сахарной свекле против проволочников с нормой расхода от 2–2,5 кг/га.

1. Метрологическая характеристика метода

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

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, % P=0,95	Стандартное Отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Зерно кукурузы	0,01-0,1	50	5	14	18
Семена подсолнечника	0,01-0,1	50	6	17	20
Растительные масла	0,01-0,1	50	6	17	20

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

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Зерно кукурузы	0,01	0,01 - 0,1	86,8	2,73	2,27
Семена подсолнечника	0,01	0,01 - 0,1	83,0	3,81	3,33
Растительные масла	0,01	0,01 - 0,1	79,8	4,11	3,85

2. Метод измерений

Метод основан на определении Бифентрина методом капиллярной газожидкостной хроматографии с электронозахватного детектора после экстракции веществ органическим растворителем, очистки экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями и дополнительной очистки на колонках с Флоризилом.

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

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические Σ 11140, фирма «OHAUS».

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

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

Микрошприц Гамильтон, вместимостью 10 $мм^3$;

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

Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с детектором по захвату электронов с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} г/$см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки.

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

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Бифентрина с содержанием 99,6% д.в. (фирма ФМСи);

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

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

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72;

Н-гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78;

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

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

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

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

Стандартный раствор Бифентрина в ацетоне с концентрацией 1,0 мг/см^3 (хранить в холодильнике, срок годности 120 суток).

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

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

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

Ванна ультразвуковая «UNITRA» UNIMA OLSZTYN UM-4.

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

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

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

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

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-1, метилсиликон, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирмы Хьюлетт Паккард.

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

Насос вакуумный диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laboport.

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

Центрифуга MPW-350e с набором полипропиленовых банок емкостью 200 мл.

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

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

5. Требования к квалификации операторов

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

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

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

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

7. Подготовка к выполнению измерений

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

На дно пластиковой хроматографической колонки (высота 10 см, диаметр 1,5 см) помещают пробочку из стекловаты и заполняют колонку Флоризилом на высоту 5 см. На слой Флоризила насыпают слой безводного сернокислого натрия толщиной 1,0 см. Колонку промывают последовательно 10 $см^3$ этилацетата (остаток растворителя в колонке отжимают) и 10 $см^3$ гексана, смывы отбрасывают. После промывки колонка готова к работе.

7.1.2. Проверка хроматографического поведения Бифентрина на колонках с Флоризилом

При отработке методики или поступлении новой партии Флоризила проводят изучение поведения Бифентрина на колонке. В стакан емко-

стью 50 см^3 помещают 1 см^3 стандартного раствора Бифентрина в ацетоне с концентрацией 0,1 мкг/см^3, добавляют 4 см^3 гексана, перемешивают содержимое и наносят на колонку. Промывают колонку 20 см^3 гексана, смыв отбрасывают. Наносят на колонку 25 см^3 смеси гексан: этилацетат – 9:1, отбирая последовательно по 5 см^3 элюента. Каждую фракцию собирают отдельно в концентраторы и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°С досуха.

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

7.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 100 мг Бифентрина в мерной колбе на 100 см3, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1, концентрация 1,0 мг/см3).

Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение 3 месяцев.

Методом последовательного разбавления из раствора № 1 готовят стандартные растворы Бифентрина в ацетоне с концентрацией 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см3 для построения калибровочного графика и количественной оценки проб, которые могут храниться в холодильнике не более 1 месяца.

7.3. Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Бифентрина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см^3.

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

По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ от концентрации Бифентрина в растворе в мкг/см^3 (рисунок 1).

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», №2051-79 от 21.08.79 г. а также в соответствии с ГОСТ 1129-93 «Масло подсолнечное. ТУ»; ГОСТ 8808-91 «Масло кукурузное. ТУ»; ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и отбора проб»; ГОСТ 13634-90 «Кукуруза».

9. Проведение определения

9.1. Семена подсолнечника и зерно кукурузы

9.1.1. Экстракция

Навеску измельченных семян 10 г помещают в полипропиленовую банку объемом 250 см^3, добавляют 40 см^3 ацетона и помещают в ультразвуковую ванну на 10 минут. По окончании экстракции экстракт центрифугируют 4 минуты при 4000 об/мин и супернатант сливают в колбу емкостью 250 см^3 через воронку с бумажным фильтром. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 30 см^3 ацетона, помещая смесь в ультразвуковую ванну соответственно на 5 минут. Экстракты объединяют.

Из объединенного экстракта отмеряют точно 50 см^3, переносят в концентратор и упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С до маслянистого остатка. В концентратор добавляют 30 см^3 гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят в делительную воронку. Обмывают концентратор еще 20 см^3 гексана и гексановые фракции объединяют в делительной воронке.

Приливают в воронку 50 см^3 ацетонитрила, встряхивают ее в течение одной минуты. После разделения слоёв нижний ацетонитрильный слой сливают в концентратор емкостью 250 см^3, а верхний гексановый слой возвращают в делительную воронку. Повторяют экстракцию еще 2 раза, используя для этого каждый раз по 30 см^3 ацетонитрила. Экстракты объединяют, а гексановую фракцию отбрасывают.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.

Объединённый экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С досуха.

Сухой остаток в концентраторе разводят в 5 см^3 ацетона, ополаскивают стенки концентратора, добавляют 100 см^3 воды и переносят водную фазу в делительную воронку.

Добавляют 30 см^3 гексана и интенсивно встряхивают смесь в течение 1-2 мин. После разделения слоёв нижний водный слой сливают в стакан, а верхний гексановый собирают в чистый концентратор емкостью 250 см^3, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Повторяют экстракцию еще два раза с тем же объемом гексана. Объединенный экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 30°С.

9.1.3. Очистка экстракта на колонке с Флоризилом.

Сухой остаток в концентраторе, полученный по разделу 9.1.2., растворяют в 5 см^3 гексана, омывая стенки концентратора, и наносят на заранее подготовленную, как указано в разделе 7.1.1., колонку с Флоризилом, элюат отбрасывают. Колонку промывают 20 см^3 гексана, элюат отбрасывают. Пропускают через колонку 15 см^3 смеси гексан:этилацетат в соотношении 9:1, элюат собирают в концентратор емкостью 100 см^3. Содержимое концентратора выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 30°С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 см^3 ацетона и 1 мм^3 вводят в хроматограф.

9.2. Масло кукурузы и подсолнечника

Навеску масла 10 г растворяют в 50 см^3 гексана и переносят в делительную воронку. Добавляют в делительную воронку 40 см^3 ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 2 минут. После полного разделения слоев нижний (ацетонитрильный) слой собирают в концентратор 250 см^3. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 40 см^3 ацетонитрила, встряхивая смесь каждый раз по 2 минут. Экстракты объединяют.

Далее проводят очистку экстракта, как указано в разделе 9.1.2. и 9.1.3.

9.3. Условия хроматографирования

Высокоэффективный газовый хроматограф «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} г/см^3 и приспособлениями для капиллярной колонки.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-1, Methyl Siloxane, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура детектора – 300^{0}С, испарителя – 270^{0}С, программированный нагрев колонки с 210^{0}С (выдержка 2 мин) по 10 град/мин до 270^{0}С (выдержка 2 мин).

Газ 1: тип регулятора расхода газа РРГ 11, режим нормальный, скорость 20 см/с, давление 99,78 кПа.

Газ 2 (гелий) – 15 мл/мин: расход 0,5 мл/мин, сброс 1:30.

Газ 3 (азот, поддув детектора) – 45 мл/мин.

Абсолютное время удерживания: 8 мин 10 сек $\pm$ 2%

Линейность детектирования сохраняется в пределах – 0,01 - 0,1 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю сумму площадей характерных пиков Бифентрина.

10. Обработка результатов анализа

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программа сбора и обработки хроматографической информации «Хроматэк Аналитик», версия 1.20.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Бифентрина рассчитывают по формуле:

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

где X - содержание Бифентрина в пробе, мг/кг;

Sст –площадь (высота) пика стандарта, мВ;

Sпр – площадь (высота) пика образца, мВ;

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

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

m - масса анализируемого образца, г;

P – содержание Бифентрина в аналитическом стандарте, %.

D – коэффициент пересчета на аликвоту (2).

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом $r = 2.8\ \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют **в виде:**

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

где $\bar{X}$ - среднее арифметическое **результатов определений, признанных приемлемыми,** мг/кг;

Δ - граница абсолютной **погрешности, мг/кг;**

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

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

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

«содержание вещества в пробе менее 0,01мг/кг»*

* - 0.01 мг/кг - предел обнаружения.

13. Контроль качества результатов измерений

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

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

где, $\pm \Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm \Delta_{л,\bar{X}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компо-

нента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/кг, при этом:

$\Delta_{л} = \pm 0{,}84\ \Delta$,

где Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \bar{X}' - \bar{X} - С_д,$$

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

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|К_к| \le К, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R)

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

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

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

gost.e-ecolog.ru