Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств дифеноконазола в огурцах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3456—17

Издание официальное

Москва • 2017

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 дифеноконазола в огурцах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3456—17

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств дифеноконазола в огурцах методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1600—2

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены» им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Н. Е. Федорова, О. Е. Егорченкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 декабря 2016 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 16 марта 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1600—2

© Роспотребнадзор, 2017

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств дифеноконазола в огурцах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3456—17

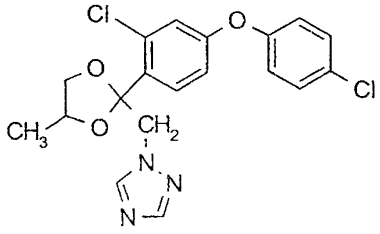
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентраций дифеноконазола в огурцах в диапазоне 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Дифеноконазол

Химический класс: триазолы.

Цис,транс-3-хлор-4-[4-метил-2-(1Н-1,2,4-триазол-1-ил-метил)-1,3-диоксолан-2-ил-]фенил 4-хлорфениловый эфир (IUPAC).



$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$

Молекулярная масса: 406,3.

Кристаллическое вещество белого или бледно-бежевого цвета. Температура плавления: 78,6 °С. Давление паров при 25 °С: $3,3 \times 10^{-5}$ МПа.

Коэффициент распределения н-октанол/вода: $K_{OW}\log P = 4,2$. Растворимость в органических растворителях при 25 °С (г/дм^3): ацетон – 610; этанол – 330; толуол – 490; н-октанол – 95; н-гексан – 3,4. Растворимость в воде при 25 °С (г/дм^3): 0,015.

Дифеноконазол стабилен на воздухе при температуре до 150 °С, а также в водных растворах.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 1 453 мг/кг, для мышей > 2 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2 010 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс > 3 300 мг/м^3.

Область применения. Дифеноконазол – системный фунгицид с длительным профилактическим и выраженным лечебным действием против широкого спектра грибных патогенов на яблоне, овощных культурах открытого и защищенного грунта, ряде других культур.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения 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 (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, %, $P = 0,95$	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное 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, %
Огурцы	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	нижний предел количественного определения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Огурцы	0,01	0,01—0,1	88,4	5,3	2,8

2. Метод измерений

Метод основан на определении дифеноконазола с использованием капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с масс-селективным (МСД) детектором после извлечения вещества из анализируемых образцов ацетонитрилом с использованием смеси солей для экстракции (смесь сульфата магния и хлорида натрия). Очистку экстрактов проводят методом дисперсионной твердофазной экстракции с применением смеси сорбентов на основе амина, октадецилсилана и графитизированной сажи.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. и с пределом допустимой погрешности ± 2,5 мм рт. ст.	
Весы аналитические, с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,0001 г	ГОСТ Р 53228—08
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 420 г и пределом допустимой погрешности ± 0,01 г	ГОСТ Р 53228—08
Газовый хроматограф, снабженный масс-селективным детектором, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	
Гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 %	

Колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Микрошприц вместимостью 10 $мм^3$	
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Термометр с диапазоном измерений от 0 до 55 °С и ценой деления 0,1 °С	ГОСТ 28498—90

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

3.2. Реактивы

Дифеноконазол, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,1 %	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-14-2167—84
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Гелий газообразный вч, в баллонах	ТУ 0271-001-45905715—02
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калий марганцовокислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Магний сернокислый (сульфат магния), безводный хч	ГОСТ 4523—77
Натрий хлористый (хлорид натрия), хч	ГОСТ 4233—77
Сорбент для твердофазной экстракции на основе силикагеля с привитыми пропиламинными группами: $(CH_2)_3NH_2$, площадь поверхности ~570 $м^2/г$, средний размер пор 67 А, средний размер частиц 60 мкм	
Сорбент для твердофазной экстракции на основе силикагеля с привитыми октадецильными группами $(CH_2)_{17}CH_3$ (С18), площадь поверхности ~547 $м^2/г$, средний размер пор 64 А, средний размер частиц 58 мкм	
Графитизированная сажа, специфическая площадь поверхности ~100 $м^2/г$, размер частиц 120/400 меш	

Силикагель для колоночной хроматографии (размер частиц 160-400 меш)	ТУ 6-09-4344—77
Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), хч	ГОСТ 22300—76

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующей дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные, устройства, материалы

Баня водяная	
Банка с крышкой из полипропилена вместимостью 100 $см^3$	
Воронки химические стеклянные конусные	ГОСТ 25336—82
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-9082—03
Гомогенизатор бытовой	
Керамические гомогенизаторы для пробирок на 50 $см^3$	
Колбы круглодонные на шлифе (для упаривания) вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками вместимостью 50 и 2 $см^3$	
Пробирки со шлифом вместимостью 5 $см^3$	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	ГОСТ 25336-82
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающий вакуум до 10 мбар	
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтры мембранные для фильтрации проб с помощью шприца, размер пор 0,22 мкм	
Холодильник водяной обратный	
Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 15 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % фенил- и 95 % диметилполисилоксана, толщина пленки сорбента 0,25 мкм	

Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 2 $см^3$ ГОСТ 22090

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 Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности 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 газовом хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, градуировочных растворов, растворов внесения, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.1.2. Ацетонитрил

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.2.1. Исходный раствор дифеноконазола для градуировки (концентрация 100 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (0,01 ± 0,0001) г дифеноконазола, растворяют в 50—60 $см^3$ ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

7.2.2. Рабочий раствор № 1 дифеноконазола для градуировки и внесения (концентрация 1,0 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1,0 $см^3$ исходного градуировочного раствора с концентрацией 100,0 мкг/$см^3$ (п. 7.2.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 1 с концентрацией дифеноконазола 1,0 мкг/$см^3$.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено» и контроля качества результатов измерений методом добавок.

7.2.3. Рабочие растворы № 2—6 дифеноконазола для градуировки (концентрация 0,01—0,1 мкг/$см^3$). В 5 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ рабочего раствора № 1 с

концентрацией 1,0 мкг/см^3 (п. 7.2.2), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—6 с концентрациями дифеноконазола 0,01; 0,02; 0,05; 0,08 и 0,1 мкг/см^3.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 7 дней.

7.3. Приготовление смеси солей для экстракции

Для приготовления одного набора смеси солей для экстракции смешивают (4 ± 0,01) г магния сернокислого и (1 ± 0,01) г натрия хлористого, до использования хранят в герметичной упаковке (не более 6 месяцев).

Примечание. Возможно использование других наборов солей для экстракции проб овощей массой 10 г.

7.4. Приготовление смеси сорбентов для очистки экстрактов

Для приготовления одного набора смеси сорбентов для очистки экстрактов в центрифужную полипропиленовую пробирку вместимостью 2 см^3 помещают (50 ± 4) мг сорбента для твердофазной экстракции на основе первичного-вторичного амина, (50 ± 4) мг графитизированной сажи, (150 ± 4) мг магния сернокислого и (50 ± 4) мг твердофазного сорбента на основе октадецилсилана, закрывают герметично крышкой, встряхивают для перемешивания, хранят не более 6 месяцев.

Примечание. Возможно использование дисперсионных наборов для фруктов и овощей с маслом и пигментами, помещенных в полипропиленовые пробирки вместимостью 2 см^3.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую линейную (с угловым коэффициентом) зависимость площади пика от концентрации дифеноконазола в растворе, устанавливают методом абсолютной калибровки по 5 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пика дифеноконазола, на основании которых строят градуировочную зависимость.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб осуществлен в соответствии с ГОСТ Р 54752—11 «Огурцы свежие, реализуемые в розничной торговле. Технические условия» и «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйст-

венной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79).

Пробы огурцов хранят в полиэтиленовой таре в холодильнике не более 5 дней, для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре ниже –18 °С.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец огурцов массой 10 г помещают в центрифужную полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3, вносят 10 см^3 ацетонитрила, помещают в пробирку керамический гомогенизатор, закрывают крышку и интенсивно встряхивают вручную 30 с. В пробирку вносят смесь солей для экстракции (приготовленную по п. 7.3), закрывают крышкой и интенсивно встряхивают (вручную) в течение 1 мин. Затем пробу центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 3 500 об./мин и подвергают очистке с применением дисперсионной твердофазной экстракции по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта

Надосадочную жидкость (верхний слой в пробирке после центрифугирования) объемом 1,5—1,8 см^3 с помощью пипетки переносят в пропиленовую центрифужную пробирку, содержащую смесь сорбентов, приготовленную по п. 7.4. Закрывают крышку и интенсивно встряхивают вручную в течение 30 с. Центрифугируют 5 мин при скорости вращения 3 500 об./мин, отбирают с помощью медицинского шприца раствор, фильтруют через мембранный фильтр (размер пор 0,22 мкм), помещают в автосамплер хроматографа и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 9.3.

Пробу вводят в испаритель хроматографов не менее двух раз. Устанавливают площади пиков дифеноконазола, с помощью градуировочных графиков определяют концентрацию вещества в хроматографируемом растворе.

9.3. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф, снабженный масс-селективным детектором, автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой.

Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 15 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенил-, 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 мкм).

Температура детектора: квадруполя – 150 °С, источника – 230 °С, переходной камеры – 280 °С.

Температура испарителя: 275 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 160 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 270 °С, выдержка 11 мин.

Газ 1 (гелий): поток в колонке 0,9 $см^3$/мин.

Давление: 4,479 *psi*.

Средняя линейная скорость: 51,24 см/с.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Режим регистрации индивидуальных ионов:

– отношение масса-заряд: 265 (количественный), 202, 323.

Линейный диапазон детектирования: 0,01—0,1 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор дифеноконазола с концентрацией 0,1 мкг/$см^3$, разбавляют ацетоном (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Содержание дифеноконазола в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{m}, \text{ где}$$

X – содержание дифеноконазола в пробе, мг/кг;

A – концентрация вещества, найденная по градуировочной характеристике в соответствии с величиной суммы площадей хроматографических пиков, мкг/$см^3$;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

m – масса анализируемого образца, г.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8\sigma_r$.

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде: ($\overline{X} \pm \Delta$) мг/кг при вероятности $P = 0,95$, где

$\overline{X}$ – 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, табл. 1), %.

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«содержание дифеноконазола в пробе огурцов – менее 0,01 мг/кг».*

* 0,01 мг/кг – предел обнаружения в пробе огурцов.

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. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее двух образцов концентраций для градуировки, содержание дифеноконазола в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,01 до 0,1 мкг/см^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{|X - C| \cdot 100}{C} \leq B, \text{ где}$$

X – концентрация дифеноконазола в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора дифеноконазола, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

B – норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % (B = 10 % при P = 0,95).

Если величина расхождения (A) превышает 10 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов дифеноконазола, предусмотренных МИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.5.

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:

$$C_д \geq \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л,\bar{X}'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm \Delta_{л,\bar{X}'}$) – 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, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – 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:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (1)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (1) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (1) 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 условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

X_1, X_2 – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/кг;

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

Определение остаточных количеств дифеноконазола в огурцах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3456—17

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

Подписано в печать 27.12.17

Формат 60x88/16

Печ. л. 1,0
Заказ 87

Тираж 125 экз.

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./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru