Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3405—16

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 флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3405—16

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.— М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1547—0

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» и ООО «Инновационный центр защиты растений» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, А. С. Комарова, Т. Д. Черменская, В. Ф. Павлова).

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 29 декабря 2016 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1547—0

© 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
29 декабря 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3405—16

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.234/01.00043/2016.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника в диапазоне концентраций 0,5—5,0 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Флукарбазон натрия

4,5-дигидро-3-метокси-4-метил-5-оксо-N-(2-трифторметоксифенилсульфонил)1H-1,2,4-триазол-1карбоксамид, натриевая соль (ИЮПАК).



Брутто формула: $C_{12}H_{10}F_3N_4NaO_6S$.

Молекулярная масса: 418,29.

Бесцветный порошок без запаха. Температура плавления 200 °С (с разложением).

Растворимость в органических растворителях (при 20 °С, в г/дм^3): ацетонитрил – 6,4; диметилсульфоксид > 250; ацетон – 1,3; дихлорметан

– 0,72; полиэтиленгликоль – 48; этилацетат – 0,14, пропанол – 0,27. Растворимость в воде при 20 °С (в г/дм^3): 44 (pH 4—9).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} logP = –2,85.

Давление паров 1×10^{-9} мПа·(при 20 °С).

Период полураспада в почве: DT_{50} (20 °С, аэробные условия) 2,1 день.

$ЛД_{50}$ орально для крыс > 5 000 мг/кг. Не токсичен для пчел.

Область применения: гербицид для борьбы с травянистыми и некоторыми широколистными сорняками.

Механизм действия – ингибирование ацетолактатсинтеза.

Гигиенические нормативы для флукарбазона натрия в России: МДУ в зерне хлебных злаков – 0,2 мг/кг, для подсолнечника не установлен.

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 таблице 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности (P = 0,95), ±δ, %	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)
Семена подсолнечника	0,5—5,0	23	9	12	26	34
Масло подсолнечника	0,5—5,0	23	9	12	26	34
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2						

Таблица 2

Полнота извлечения флукарбазона натрия, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для $n = 20$, $P = 0,95$

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг ($мг/дм^3$)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг ($мг/дм^3$)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Семена подсолнечника	0,5	0,5—5,0	85,2	2,43	1,06
Масло подсолнечника	0,5	0,5—5,0	84,6	3,12	1,37

2. Метод измерений

Метод основан на определении флукарбазона натрия по свободной кислоте флукарбазону методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после извлечения из образцов раствором калия фосфорнокислого 2-замещенного, последующей очистки в системе несмешивающихся растворителей и очистке на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация флукарбазона натрия 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

Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 81/210 г, предел допустимой погрешности 0,1/0,3 мг

Колбы мерные на 10, 100 $см^3$ ГОСТ 23932—90

Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 мм^3 и от 1 до 5 см^3	
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
Калий фосфорнокислый 2-замещенный, 3-водный, чда	ГОСТ 2493—75
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Натрий сернокислый безводный, чда	ГОСТ 4166—76
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005М ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70	
Смесь № 1: хлористый метилен – метанол в соотношении 95 : 5 по объему	
Смесь № 2: хлористый метилен – метанол в соотношении 1 : 1 по объему	
Флукарбазон с содержанием основного вещества 98,8 %	
Флукарбазон натрия с содержанием основного вещества 95,5 %	
Хлористый метилен, хч	ТУ 6-09-3716—80

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	
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25, 50 и 100 см^3	ГОСТ 9737—93

Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислым сорбентом с постоянной активностью, на основе силикагеля, по 0,4 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 $см^3$	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 37 кГц	
Универсальная индикаторная бумага pH 0—14	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	ТУ 4389-007-44330709—11
Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин	

Примечание. Допускается применение 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—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-химик, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

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 и патрона для твердофазной экстракции

7.1.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.1.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон для твердофазной экстракции последовательно промывают 2 $см^3$ метанола, затем 4 $см^3$ хлористого метилена.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0,005М раствор ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98%-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70 по объему, используя мерные цилиндры.

7.2.3. 0,1М раствор калия фосфорнокислого 2-замещенного: 22,8 г калия фосфорнокислого 2-замещенного, 3-водного помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.4. 2М раствор ортофосфорной кислоты: 224 г 98%-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм^3, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор флукарбазона для градуировки (соответствует концентрации флукарбазона натрия 1,0 мг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают точную навеску флукарбазона 94,7 мг, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение месяца.

7.3.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, соответствующие концентрациям флукарбазона натрия 0,25; 0,5; 1,0; 2,5 и 5,0 мкг/см^3, готовят методом последовательного разбавления по объему, используя подвижную фазу.

7.3.2.1. Раствор № 1 флукарбазона, соответствующий концентрации флукарбазона натрия 5,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,5 см^3 основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.3.2.2. Раствор № 2 флукарбазона, соответствующий концентрации флукарбазона натрия 2,5 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.2.3. Раствор № 3 флукарбазона, соответствующий концентрации флукарбазона натрия 1,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.2.4. Раствор № 4 флукарбазона, соответствующий концентрации флукарбазона натрия 0,5 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.2.5. Раствор № 5 флукарбазона, соответствующий концентрации флукарбазона натрия 0,25 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение двух недель.

7.3.3. Приготовление растворов внесения

7.3.3.1. Исходный раствор флукарбазона натрия для внесения с концентрацией 100 мкг/см^3: точную навеску флукарбазона натрия 10,5 мг (содержание действующего вещества 95,5 %) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в воде и доводят объем до метки водой.

7.3.3.2. Раствор № 1 флукарбазона натрия для внесения с концентрацией 10,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 исходного раствора флукарбазона натрия для внесения и доводят до метки водой.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения флукарбазона.

Растворы внесения можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение двух недель.

7.4. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика флукарбазона – концентрация флукарбазона натрия 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 флукарбазона натрия 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 флукарбазона натрия в градуировочном растворе;

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

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

7.5. Проверка хроматографического поведения флукарбазона на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора флукарбазона № 3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 хлористого метилена и переносят на подготовленный патрон. Колбу дважды порциями по 1 см^3 обмывают хлористым метиленом и смывы тоже вносят на патроны. Промывают патроны 6 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют флукарбазон 8 см^3 смеси № 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. 9.4.

Фракции, содержащие флукарбазон, объединяют и вновь анализируют. Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения веществ на патронах для ТФЭ следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб проводится 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 отбор проб семян подсолнечника для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 0852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре (0—4) °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 6 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Определение флукарбазона натрия в семенах подсолнечника

Навеску измельченных семян 10 г помещают в коническую плоскодонную колбу, добавляют 50 см^3 0,1М раствора калия фосфорнокислого 2-замещеного и экстрагируют в ультразвуковой ванне 10 мин. Растворитель декантируют и экстракцию повторяют еще с 50 см^3 0,1М раствора калия фосфорнокислого 2-замещеного. Объединенный экстракт фильтруют через вату, подкисляют 2М раствором фосфорной кислотой до pH 3, переносят в делительную воронку и дважды порциями по 30 см^3 экстрагируют хлористым метиленом. Объединенный органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке по п. 9.3.

9.2. Определение флукарбазона натрия в масле подсолнечника

К навеске масла 10 г добавляют 50 см^3 гексана, переносят в делительную воронку и дважды порциями по 20 см^3 экстрагируют 0,1М раствором калия фосфорнокислого 2-замещеного. Объединенный водный экстракт промывают 20 см^3 гексана, подкисляют 2М раствором фосфорной кислотой до pH 3 и дважды порциями по 30 см^3 экстрагируют хлористым метиленом. Объединенный органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке по п. 9.3.

9.3. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.1—9.2), количественно переносят тремя 1 см^3 порциями хлористого метилена на подготовленный патрон (п. 7.1.2). Промывают патроны 6 см^3 смеси № 1. Флукарбазон элюируют 5 см^3 смеси № 2. Элюат переносят в круглодонную колбу емкостью 25 см^3 и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют на содержание флукарбазона натрия по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термо-

статом 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: ацетонитрил и 0,005М ортофосфорная кислота в соотношении 30 : 70. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 220 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

10. Обработка результатов анализа

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

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

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

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

V – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, $см^3$;

P – навеска анализируемого образца, г.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор флукарбазона натрия с концентрацией 5,0 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

Примечание. Расчет содержания вещества в пробах может быть проведен с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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:

$$(\bar{X} \pm \Delta),\ \text{мг/кг при вероятности } P = 0{,}95, \text{ где}$$

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ где}$$

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 0,5 мг/кг, где 0,5 мг/кг – предел обнаружения флукарбазона натрия в семенах подсолнечника).

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:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ где}$$

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

$\bar{X}''$, $\bar{X}$, $C_д$ – 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:

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

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 предел 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 флукарбазона натрия в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3405—16

Ответственный за выпуск Н. В. Карташева

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

Подписано в печать 11.09.17

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 125 экз. Заказ 54

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
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru