Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3407—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 клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3407—16

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—14 с.

ISBN 978—5—7508—1551—7

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

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—1551—7

© 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 клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3407—16

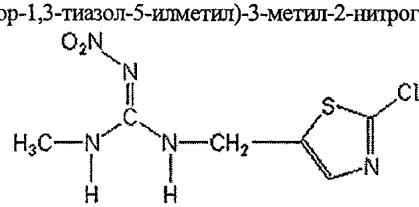
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.230/01.00043/2016.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Клотианидин

(E)-1-(2-хлор-1,3-тиазол-5-илметил)-3-метил-2-нитрогуанидин (IUPAC).



Молекулярная масса: 249,7.

Брутто формула: $C_6H_8ClN_5O_2S$.

Клотианидин представляет собой порошок без цвета и запаха. Температура плавления 176,8 °С. Давление пара – $1,3 \times 10^{-4}$ мПа (25 °С). Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} lgP = 0,7 (25 °С), pKa = 11,09 (20 °С).

Растворимость в воде (20 °С) – 0,304 (pH 4), 0,34 (pH 10) г/дм^3. Растворимость (г/дм^3, 25 °С) в гептане < 0,00104, в ксилоле – 0,028, дихлорметане – 1,32, метаноле – 6,26, октаноле – 0,938, ацетоне – 15,2, этилацетате – 2,03.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая оральная токсичность для крыс LD_{50} > 5 000 мг/кг, ингаляционная токсичность для крыс LC_{50} (4 ч) > 6,1 мг/л. Не мутаген, не онкоген для крыс и мышей, не тератоген для крыс и кроликов. При прямом контакте опасен для пчел, не опасен при использовании в качестве протравителя и в случае обработок не непосредственно на цветущие культуры.

Область применения. Инсектицид из группы неоникотиноидов для борьбы с сосущими и грызущими насекомыми на рисе, кукурузе, рапсе, овощных и фруктовых культурах. Используется для протравливания семян, обработки почвы и вегетирующей культуры.

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

Ализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности ($P = 0,95$), ±δ, %	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (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, % ($P = 0,95$)
Яблоки	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Виноград	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Яблочный сок	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Виноградный сок	0,01—0,1	23	7	11	20	31
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$						

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Яблоки	0,01	0,01—0,1	89,8	5,59	2,45
Виноград	0,01	0,01—0,1	89,3	6,05	2,65
Яблочный сок	0,01	0,01—0,1	91,5	5,83	2,56
Виноградный сок	0,01	0,01—0,1	84,4	2,49	1,09

2. Метод измерений

Методика основана на определении клотианидина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после извлечения из образцов водным ацетоном, последующей очистки в системе несмешивающихся растворителей и на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация клотианидина 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

Весы лабораторные, 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

Жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженном дегазатором и термостатом колонки

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 10, 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Ацетон, осч	ТУ 2633-048-7811997
Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Гексан, чда	ТУ 2631-001-54260861—13
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Клотианидин с содержанием основного вещества 99,9 %	
Натрий сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, с постоянной активностью, 0,6 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Смесь № 1: гексан–этилацетат в соотношении 1 : 1 по объему	
Смесь № 2: ацетон–вода в соотношении 3 : 1 по объему	
Смесь № 3: ацетонитрил–0,005М ортофосфорная кислота в соотношении 20 : 80 по объему	
Хлористый метилен, хч	ТУ 2631-019-4449317
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	
Баня ультразвуковая с рабочей частотой 37 кГц	
Воронки делительные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические диаметром 56 мм	ГОСТ 25336—82
Колбы конические плоскодонные вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар

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.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, владеющий методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, имеющий опыт работы, 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

Перед началом анализа аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (смесь № 3) (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают 2 $см^3$ этилацетата, затем 3 $см^3$ смеси № 1.

7.3. Приготовление растворов

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

7.3.2. Насыщенный раствор хлористого натрия: в плоскодонную колбу вместимостью 2 $дм^3$ помещают 400 г хлористого натрия, добавляют 1 $дм^3$ теплой дистиллированной воды и перемешивают до окончания растворения соли. Полученный раствор сливают декантацией в чистую колбу, не растворившийся остаток соли отбрасывают.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор клотианидина с концентрацией 0,5 мг/$см^3$: точную навеску клотианидина (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 клотианидина 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя исходный раствор и смесь № 3, а также ацетонитрил).

Исходный раствор с концентрацией 2,0 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,4 $см^3$ основного раствора и доводят до метки смесью № 3.

7.4.2.1. Раствор № 1 с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 5,0 $см^3$ исходного раствора и доводят объем до метки смесью № 3.

7.4.2.2. Раствор № 2 с концентрацией 0,5 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 2,5 $см^3$ исходного раствора и доводят объем до метки смесью № 3.

7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией 0,2 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 1 $см^3$ исходного раствора и доводят объем до метки смесью № 3.

7.4.2.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,1 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 исходного раствора и доводят объем до метки смесью № 3.

7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией 1 мкг/см^3 (для проверки поведения клотианидина на патроне для ТФЭ): в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,2 см^3 основного раствора с концентрацией 0,5 мг/см^3 и доводят до метки ацетонитрилом.

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

При изучении полноты определения клотианидина 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 клотанидина 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 клотианидина 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:

$$\frac{|C - C_к|}{C} \cdot 100 \le \lambda_{контр.}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации клотианидина в градуировочном растворе;

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

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

7.6. Проверка хроматографического поведения клотианидина на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 25 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора клотианидина в ацетонитриле с концентрацией 1 мкг/см^3, приготовленного по п. 7.4.2.5. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 смеси № 1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см^3 смеси № 1 и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют 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. 9.2.

Фракции, содержащие клотианидин, 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), а также в соответствии с ГОСТ 32786—14 «Виноград столовый свежий. Технические условия» и с ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки». Пробы ягод винограда и яблок хранят до анализа в герметично закрытом двойном полиэтиленовом пакете в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение 6 месяцев. Пробы виноградного и яблочного сока хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

9. Проведение определения

9.1. Подготовка проб

9.1.1. Экстракция клотианидина из яблок и винограда. Навеску 10 г измельченной матрицы помещают в плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3 и дважды порциями по 30 см^3 экстрагируют смесью № 2 в ультразвуковой бане по 10 мин. Экстракт пропускают через химическую

воронку, заполненную безводным сульфатом натрия (3 г), и упаривают до водного остатка на ротационном испарителе при температуре водяной бани не более 40 °С. Водный остаток доводят до 50 см^3 насыщенным раствором хлористого натрия, переносят в делительную воронку и дважды порциями по 15 см^3 экстрагируют хлористым метиленом. Объединенные органические фракции пропускают через химическую воронку, заполненную безводным сульфатом натрия (3 г) и упаривают на ротационном испарителе при температуре водяной бани не более 40 °С. Сухой остаток чистят на патроне для твердофазной экстракции на основе силикагеля (п. 9.1.3).

9.1.2. Экстракция клотианидина из яблочного и виноградного соков. Навеску 10 г сока доводят до 50 см^3 насыщенным раствором хлористого натрия, переносят в делительную воронку и дважды порциями по 15 см^3 экстрагируют хлористым метиленом. Объединенные органические фракции пропускают через химическую воронку, заполненную безводным сульфатом натрия (3 г), и упаривают на ротационном испарителе при температуре водяной бани не более 40 °С. Сухой остаток чистят на патроне для твердофазной экстракции на основе силикагеля (п. 9.1.3).

9.1.3. Очистка на патроне для твердофазной экстракции. Сухой остаток, полученный по п. 9.1.1 и п. 9.1.2, растворяют в 1 см^3 смеси № 1, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см^3 смеси № 1 и так же наносят на патрон. Патрон промывают 10 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Клотианидин элюируют 8 см^3 этилацетата, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.2. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с 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 (А) и 0,005 М ортофосфорной кислоты (В) в градиентном режиме: 0—1 мин – 5 % А, 1—8 мин – увеличение А от 5 до 30 %, 8—10 мин – 30 % А, 10—10,1 мин – уменьшение А от 30 до 5 %, 10,1—13 мин – 5 % А. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 270 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

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

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

S_x – площадь пика клотианидина на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (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 клотианидина в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор клотианидина с концентрацией 1,0 мкг/см^3, разбавляют смесью № 3.

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:

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

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

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 0,01 мг/кг, где 0,01 мг/кг – предел обнаружения клотианидина в яблоках).

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, 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 компонен-

та 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, табл. 1), %.

Определение остаточных количеств клотианидина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3407—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 56

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