Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств хлорфлуазурона в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3363—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 хлорфлуазурона в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3363—16

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств хлорфлуазурона в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2017.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1543—0

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (В. И. Долженко, С. Е. Маслаков) и ООО «Инновационный центр защиты растений» (И. А. Цибульская, 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 20 мая 2016 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 1 июля 2016 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1534—0

© Роспотребнадзор, 2017
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2017

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
1 июля 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств хлорфлуазурона в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3363—16

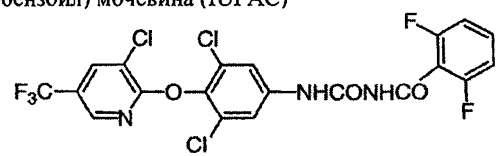
Свидетельство об аттестации МВИ № 01.5.04.228/01.00043/2015 от 28.12.2015.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств хлорфлуазурона в диапазоне концентраций: в зерне кукурузы 0,05—0,5 мг/кг, масле кукурузы 0,025—0,25 мг/кг, в зеленой массе кукурузы 0,1—1,0 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Хлорфлуазурон

1-[3,5-дихлор-4-(3-хлор-5трифторметил-2-пиридилокси)фенил]-3-(2,6-дифторбензоил) мочевина (IUPAC)



Эмпирическая формула: $C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$.

Молекулярная масса: 540,7.

Химически чистый хлорфлуазурон представляет собой белые кристаллы.

Разлагается при температуре 225,6 °С.

Растворимость: в воде – 0,012 мг/дм^3 при 20 °С, гексане < 0,01, н-октаноле – 1, метаноле – 2,68, толуоле – 6,6, изопропаноле – 7, дихлорметане – 20, ацетоне – 55,9, циклогексаноне – 110 (все в г/дм^3).

Давление пара при 20 °С: < 1,559 × 10^{-3} мПа.

Коэффициент распределения в системе октанол–вода K_{ow} logP = 5,9.

Хлорфлуазурон стабилен при нагревании, к свету и гидролизу.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс более 8 500 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для крыс более 1 000 мг/кг. Не оказывает раздражающего действия на слизистую глаз. Побочные отрицательные эффекты не обнаружены.

Область применения препарата: инсектицид, препарат гормонального действия, блокирует синтез хитина у насекомых, действует на личинки насекомых.

Гигиенические нормативы для хлорфлуазурона в России – МДУ в продукции: хлопковое масло пищевое – 0,05 мг/кг; картофель – 0,05 мг/кг; цитрусовые – 0,05 мг/кг; свекла, капуста, плодовые семечковые, виноград – 0,1 мг/кг, для зеленой массы, зерна и масла кукурузы 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 табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/л)	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, полученными в разных лабораториях), R, % ($P = 0,95$)
Зерно кукурузы	0,05—0,5	23	8	12	22	34
Кукурузное масло	0,025—0,25	23	8	12	22	34
Зеленая масса	0,1—1,0	22	7	11	20	31
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$						

Таблица 2

Полнота извлечения хлорфлуазурона, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел количественного определения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Зерно кукурузы	0,05	0,05—0,5	84,3	4,7	3,8
Кукурузное масло	0,025	0,025—0,25	77,2	5,2	4,2
Зеленая масса	0,1	0,1—1,0	79,2	6,1	4,9

2. Метод измерений

Определение хлорфлуазурона осуществляется методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов зеленой массы, зерна и масла кукурузы ацетонитрилом и очистки на патронах для твердофазной экстракции на основе силикагеля (ТФЭ).

Идентификация хлорфлуазурона проводится по временам 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 аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 мг — ГОСТ Р 53228—08

Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г — ГОСТ Р 53228—08

Колбы мерные на 10, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$ — ГОСТ 23932—90

Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$

Микрошприц вместимостью 10 мм^3	
Цилиндры мерные на 50, 100, 250 и 500 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 бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ Р 52501—05
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Хлорфлуазурон, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,0 %	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Натрий сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил: 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты в воде в соотношении 75 : 25.	
Раствор № 1 (гексан–этилацетат в соотношении 9 : 1)	
Раствор № 2 (гексан–этилацетат в соотношении 2 : 1)	
Раствор ортофосфорной кислоты в воде 0,005 М	
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), чда	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 бифункциональными полярными группами С18, (150 × 3,9) мм, 5 мкм	
Предколонка, заполненная сорбентом с привитыми бифункциональными полярными группами С18, (40 × 4) мм, 5 мкм	
Устройство перемешивающее е (50—200 колебаний в минуту)	ТУ4389-007-44330709—11
Воронки делительные емкостью 100 и 250 см^3	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифах вместимостью 10, 50, 100, 250 см^3	ГОСТ 9737—93

Колбы плоскодонные конические вместимостью 100, 250 и 500 см^3	ГОСТ 25336—82
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см^3	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар	
Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин	
Установка для перегонки растворителей	
Установка для твердофазной экстракции	
Фильтры бумажные обезжиренные средней плотности	ТУ 6.091678—86
Патроны для твердофазной экстракции на основе силикагеля	ТУ 4215-002-0545-931—94

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—90.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, 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:

– приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

– измерения на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (*при необходимости*), приготовление градуировочных растворов и раствора внесения, установление градуировочных характеристик, приготовление смесей растворителей, растворов для экстракции и очистки экстрактов, подготовка патронов для твердофазной экстракции (ТФЭ) и проверка поведения хлорфлуазурона на патронах.

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы до стабилизации нулевой линии не менее 30 мин.

7.2. Кондиционирование патрона для ТФЭ

Патрон промывают последовательно 2 $см^3$ раствора № 2, затем 3 $см^3$ раствора № 1 со скоростью 1—2 $см^3$/мин.

7.3. Подготовка растворителей и приготовление растворов

7.3.1. Подготовка растворителей. Растворители, используемые для анализа, специальной подготовки не требуют. Рекомендуется проверить чистоту применяемых растворителей. При обнаружении примесей, которые могут мешать определению, растворители очищают общепринятыми методами.

7.3.2. раствор № 1 (гексан–этилацетат в соотношении 9 : 1). 450 $см^3$ гексана помещают в мерную колбу на 500 $см^3$ и добавляют 50 $см^3$ этилацетата, перемешивают.

7.3.3. раствор № 2 (гексан–этилацетат в соотношении 2 : 1). 300 $см^3$ гексана помещают в колбу на 500 $м^3$ и добавляют 150 $см^3$ этилацетата, перемешивают.

7.3.4. 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 бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор хлорфлуазурона с концентрацией 0,1 мг/см^3: точную навеску хлорфлуазурона (10 ± 0,2) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 50—60 см^3 ацетонитрила, доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

7.4.2. Раствор хлорфлуазурона № 1 с концентрацией 5,0 мкг/см^3 для градуировки: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5,0 см^3 основного раствора и доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают.

7.4.3. Рабочие растворы хлорфлуазурона № 2—5 с концентрацией 0,25—2,5 мкг/см^3 для градуировки: в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 5; 10; 20 и 50 см^3 раствора № 1 и доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают. Получены рабочие растворы с концентрациями хлорфлуазурона 0,25; 0,5; 1,0 и 2,5 мкг/см^3.

Основные и градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 60 дней.

7.4.4. Рабочий раствор хлорфлуазурона с концентрацией 1,0 мкг/см^3 для изучения хроматографического поведения хлорфлуазурона на патроне для ТФЭ: в круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора хлорфлуазурона № 1, упаривают досуха на вакуумном ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С и растворяют в 5 см^3 гексана.

При изучении полноты извлечения хлорфлуазурона используют растворы, приготовленные из основного стандартного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация хлорфлуазурона в растворах) в хроматограф вводят по 20 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций 0,25—5,0 мкг/см^3). Затем измеряют площади пиков и строят графики зависимости среднего значения площадей пиков от концентрации хлорфлуазурона в градуировочных растворах.

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 хлорфлуазурона в градуировочных растворах;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации хлорфлуазурона в градуировочных растворах;

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

7.6. Проверка хроматографического поведения хлорфлуазурона на патроне для ТФЭ

1 см^3 рабочего стандартного раствора, приготовленного по п. 7.4.4, с концентрацией хлорфлуазурона 1,0 мкг/см^3 вносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 3 см^3 раствора № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют хлорфлуазурон раствором № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 5 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 ацетонитрила и анализируют по п. 9.3.

Фракции, содержащие хлорфлуазурон, объединяют и вновь анализируют.

Примечание. Проверку хроматографического поведения хлорфлуазурона на патроне следует проводить обязательно, поскольку объем удерживания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

8. Отбор проб и хранение

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), а также в соответствии с ГОСТ 13634—90 «Кукуруза. Требования при заготовках и поставках» и с ГОСТ 8808—2000 «Масло кукурузное. ТУ». Зерно кукурузы хранят в полотняных мешочках при комнатной температуре. Перед анализом

зерно доводят до стандартной влажности и измельчают. Для исследовательских целей допускается получение масла в лаборатории из проб измельченного зерна методом экстракции органическим растворителем при температуре не выше 40 °С. Пробы масла хранят при 4 °С в герметично закрытой стеклянной таре не более 30 суток.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция хлорфлуазурона из зеленой массы, зерна и масла кукурузы

9.1.1. Зеленая масса

Навеску измельченной пробы 5 г помещают в коническую колбу на 100 см^3, добавляют 50 см^3 ацетонитрила, закрывают пробкой и встряхивают в перемешивающем устройстве в течение 30 мин. Содержимое колбы фильтруют в коническую колбу емкостью 250 см^3 методом декантации через бумажный фильтр со слоем натрия сернокислого безводного. Экстракцию повторяют еще два раза порциями по 50 см^3. Объединенный экстракт выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С.

9.1.2. Зерно кукурузы

Навеску измельченной пробы 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, добавляют 40 см^3 ацетонитрила. Пробирку плотно закрывают и встряхивают в перемешивающем устройстве в течение 30 мин, затем центрифугируют 10 мин (4 000 об./мин). Надосадочную жидкость декантируют в круглодонную колбу емкостью 250 см^3 через бумажный фильтр со слоем натрия сернокислого безводного. Экстракцию повторяют еще два раза порциями по 40 см^3. Объединенный экстракт выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С.

9.1.3. Кукурузное масло

Навеску масла 20 г помещают в коническую колбу на 100 см^3, добавляют 50 см^3 ацетонитрила, закрывают пробкой и встряхивают в перемешивающем устройстве в течение 10 мин. Содержимое колбы помещают в делительную воронку на 100 см^3 и отделяют масло. Экстракцию повторяют еще два раза порциями по 50 см^3. Объединенный экстракт выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С.

9.2. Очистка на патроне для ТФЭ

Сухой остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в 4 $см^3$ гексана и 2 $см^3$ вносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 $см^3$ гексана и также наносят на патрон. Патрон промывают 3 $см^3$ раствора № 1, элюат отбрасывают. Хлорфлуазурон элюируют 5 $см^3$ раствора № 2, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила и 20 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми бифункциональными полярными группами С18, (150 × 3,9) мм, 5 мкм и аналогичная предколонка (40 × 4) мм, 5 мкм.

Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: ацетонитрил–0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 75 : 25. Скорость потока элюента: 1,0 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 254 нм. Объем вводимой пробы 20 $мм^3$. Время удерживания хлорфлуазурона (6,6 ± 0,2) мин.

10. Обработка результатов анализа

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

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

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

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

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

m – навеска анализируемого образца, г.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор хлорфлуазурона с концентрацией 5,0 мкг/$см^3$, разбавляют ацетонитрилом.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \text{ где} \qquad (1)$$

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

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

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;

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

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

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

«*содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения*» (например: менее 0,025 мг/кг, где – 0,025 мг/кг – предел обнаружения хлорфлуазурона в кукурузном масле).

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:

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

$\pm\Delta_{л,X}$ ($\pm\Delta_{л,X'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг; при этом:

$$\Delta_л = \pm\, 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \leq K, \qquad (2)$$

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 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):

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

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

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

Определение остаточных количеств хлорфлуазурона в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3363—16

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор К. В. Шмат
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 31.01.17

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 125 экз. Заказ 7

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