Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств метаболитов флоникамида в яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3325—15

Издание официальное

Москва • 2016

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 метаболитов флоникамида в яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3325—15

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств метаболитов флоникамида в яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.–М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1475—6

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 17 декабря 2015 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 28 декабря 2015 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1475—6

© Роспотребнадзор, 2016
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
28 декабря 2015 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств метаболитов флоникамида в яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3325—15

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.195/01.00043/2015 от 01.06.2015

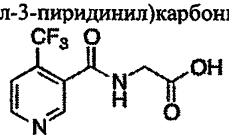
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств метаболитов флоникамида (TFNG и TFNA) в яблоках и яблочном соке в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Метаболиты флоникамида

TFNG

N-((4-Трифторметил-3-пиридинил)карбонил)глицин (IUPAC).



$C_9H_7F_3N_2O_3$

Молекулярная масса: 248,2.

TFNA

4-Трифторметилпиридинил-3-карбоновая кислота (IUPAC).



$C_7H_4F_3NO_2$
Молекулярная масса: 191,1.
В России для TFNG и TFNA гигиенические нормативы не установлены.

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 и 2, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры для TFNG

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности) ($P = 0,95$), $\pm\delta$, %	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, % ($P = 0,95$)
Яблоки	0,05—0,5	22	7	11	20	31
Яблочный сок	0,05—0,5	22	7	11	20	31
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$						

Таблица 2

Метрологические параметры для TFNA

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности) ($P = 0,95$), $\pm\delta$, %	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, % ($P = 0,95$)
Яблоки	0,05—0,5	23	8	12	22	34
Яблочный сок	0,05—0,5	23	8	12	22	34
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$						

Таблица 3

Полнота извлечения TFNG, 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, ± %
Яблоки	0,05	0,05—0,5	85,66	2,26	3,18
Яблочный сок	0,05	0,05—0,5	85,07	2,44	3,42

Таблица 4

Полнота извлечения TFNA, 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, ± %
Яблоки	0,05	0,05—0,5	79,72	2,97	4,16
Яблочный сок	0,05	0,05—0,5	79,63	2,56	3,59

2. Метод измерений

Методика основана на определении TFNG и TFNA методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после их извлечения из образцов буфером, очистки в системе несмешивающихся растворителей и последующей очистке на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация 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 быстросканирующим 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 53228—08
Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г	ГОСТ 53228—08
Колбы мерные на 10, 100, 1000 $см^3$	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, 100, 500 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

TFNA, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,4 %	
TFNG, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,4 %	
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калий дигидроортофосфат, ч	ТУ 6-09-5324—87
Калий фосфорнокислый, двузамещенный, 3-водный, чда	ГОСТ 2493—75
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Кислота соляная, концентрированная, хч	ГОСТ 3118—77
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 1 : 99	
Этилацетат, хч	ГОСТ 1138—84

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитой фазой, содержащей гидрофильную карбаматную группу в цепи С18, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Воронки делительные, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Индикаторная бумага, pH 0—14	
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные сильным катионообменником, 0.4 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц	

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-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвер-

дивший 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 (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 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 бидистиллированной воде и доводят объем до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 месяца.

7.2.2. Для приготовления 0,005 М гидроксида натрия в мерную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают 0,2 г натрия гидроокиси и доводят объем водой до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 месяца.

7.2.3. Для приготовления 1 N раствора соляной кислоты в мерную колбу объемом 10 $см^3$ помещают 1,7 мл концентрированной соляной кислоты и доводят объем водой до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 6 месяцев.

7.2.4. Для приготовления 0,1 N раствора соляной кислоты в мерную колбу объемом 10 $см^3$ помещают 1,0 мл 1 N раствора соляной кислоты и доводят объем водой до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 6 месяцев.

7.2.5. Для приготовления 0,2 N раствора соляной кислоты в мерную колбу объемом 10 $см^3$ помещают 2 мл 1 N раствора соляной кислоты и доводят объем водой до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 6 месяцев.

7.2.6. Для приготовления 0,1 М фосфатного буфера взвешивают 11,4 г двузамещенного трехводного фосфорнокислого калия и 6,8 г ди-

гидроортофосфата калия, переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3, растворяют в воде и доводят объем до метки водой. Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 месяца.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основные растворы с концентрацией 1,0 мг/см^3: точные навески TFNG и TFNA (50 ± 0,5 мг) помещают в разные мерные колбы вместимостью 50 см^3, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы готовят как смесь TFNG и TFNA с концентрациями по каждому 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0 мкг/см^3 методом последовательного разбавления по объему, используя в качестве растворителя воду.

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,0 см^3 основного раствора TFNG и 1,0 см^3 основного раствора TFNA и доводят до метки водой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 8 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,8 см^3 основного раствора TFNG и 0,8 см^3 основного раствора TFNA и доводят до метки водой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 4 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,4 см^3 основного раствора TFNG и 0,4 см^3 основного раствора TFNA и доводят объем до метки водой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки водой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 1 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки водой.

Основные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 3 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения TFNG и TFNA в яблоках и яблочном соке используют эти же растворы.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация TFNG и TFNA 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 зависимо-

сти среднего значения площади пика от концентрации в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии для каждого из веществ:

$$C = K S, \text{ где}$$

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 TFNG или TFNA в градуировочном растворе,

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации TFNG или TFNA в градуировочном растворе,

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

7.5. Подготовка патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают последовательно 3 см^3 метанола, 3 см^3 воды, 3 см^3 0,1 N соляной кислоты и 3 см^3 воды, после чего они готовы к работе.

7.6. Проверка хроматографического поведения TFNG и TFNA на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают по 1 см^3 стандартных растворов TFNG и TFNA в ацетонитриле с концентрацией 1 мкг/см^3. Растворитель удаляют в вакууме. Остаток растворяют в 1 см^3 0,005 М раствора гидроксида натрия и переносят на подготовленный патрон (п. 7.5). Промывают патрон 1 см^3 0,005 М раствора гидроксида натрия, элюат отбрасывают. TFNG и TFNA элюируют 0,2 N соляной кислотой 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 TFNG и TFNA, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень веществ в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения TFNG и TFNA следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания 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 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки». Пробы яблок и яблочного сока хранят до анализа в герметичной таре в морозильной камере при температуре не выше –18 °С, в холодильнике сок хранят при температуре 0—4 °С в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

9. Проведение определения

9.1. Определение TFNG и TFNA в яблоках

Пробу измельченных яблок (20 г) помещают в коническую плоскодонную колбу объемом 100 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ 0,1 М фосфатного буфера и помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин. Надосадочную жидкость декантируют и повторяют экстракцию тем же количеством буфера. Объединенные экстракты подкисляют 1 N соляной кислотой до pH 2 (индикаторная бумага), добавляют 10 г хлорида натрия, переносят в делительную воронку и трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 $см^3$. Органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток очищают на патроне по п. 9.3.

9.2. Определение TFNG и TFNA в яблочном соке

Навеску 20 г яблочного сока разбавляют до 60 $см^3$ водой, подкисляют 1 N соляной кислотой до pH 2, добавляют 10 г хлорида натрия, переносят в делительную воронку и трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 20 $см^3$. Органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия, собирают в круглодонную колбу объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при

температуре не выше 40 °С. Сухой остаток очищают на патроне по п. 9.3.

9.3. Очистка на патроне для твердофазной экстракции

Сухой остаток, полученный в п. 9.1—9.2, растворяют в 1 см^3 0,005 М раствора гидроксида натрия и количественно переносят на подготовленный патрон (п. 7.5). Колбу ополаскивают 1 см^3 0,005М раствора гидроксида натрия и также наносят на патрон. Промывают патрон 3 см^3 0,005 М раствора гидроксида натрия. TFNG и TFNA элюируют 5 см^3 0,2 N соляной кислоты. Элюат собирают 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 воды и анализируют по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитой фазой, содержащей гидрофильную карбаматную группу в цепи С18, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 1 : 99, по объему. Скорость потока элюента – 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора – 265 нм. Объем вводимой пробы – 10 мм^3. Время удерживания для TFNG – (13,2 ± 0,2) мин, для TFNA – (9,7 ± 0,2) мин.

10. Обработка результатов анализа

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

$$X_i = \frac{S_{xi} \cdot K_i \cdot V}{P}, \text{ где}$$

S_{xi} – площадь пика метаболита на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

K_i – 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 TFNG и TFNA в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Для пересчета содержания флоникамида с учетом метаболитов (X) в эквиваленте действующего вещества, с учетом коэффициента, определяемого по соотношению молекулярных масс соединений k_1 (TFNG) = 229/248 и k_2 (TFNA) = 191/229, используют формулу:

$$X = X_0 + k_1 \cdot X_1 + k_2 \cdot X_2, \text{ где}$$

X_0 – содержание флоникамида без учета метаболитов;

$k_1 \cdot X_1$ – содержание флоникамида с учетом метаболита TFNG;

$k_2 \cdot X_2$ – содержание флоникамида с учетом метаболита TFNA.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартные растворы с концентрацией 10,0 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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:

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

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

«*содержание вещества в пробе менее нижней границы определения*» (например: менее 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел обнаружения TFNG 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:

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

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:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (3)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (3) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приво-

дящие 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*):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R \text{ , где} \qquad (4)$$

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

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

Определение остаточных количеств метаболитов флоникамида в яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3325—15

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редакторы Н. В. Кожока, Ю. А. Паршина
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 08.11.2016

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 125 экз. Заказ 59

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