Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств карбоксина в зерне кукурузы, сои и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3054—13

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств карбоксина в зерне кукурузы, сои и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—15 с.

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийский НИИ защиты растений Россельхозакадемии (И. А. Цибульская, А. С. Комарова, Т. Д. Черменская, В. В. Человечкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 30 мая 2013 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 5 июля 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

© Роспотребнадзор, 2013
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
5 июля 2013 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств карбоксина в зерне кукурузы, сои и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3054—13

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.128/ 01.00043/2013.

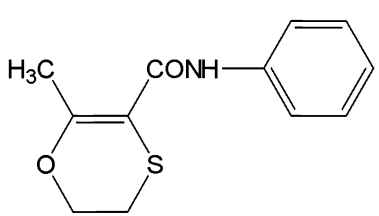
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации карбоксина в зерне кукурузы, зерне сои и растительном масле в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Карбоксин

5,6-дигидро-2-метил-1,4-оксатиин-3-карбоксанилид (IUPAC)

5,6-дигидро-2-метил-N-фенил-1,4-оксатиин-3-карбоксамид (C.A.)



$C_{12}H_{13}NO_2S$.

Мол. масса 235,3.

Белый кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 91,5—92,5 °С и 98—100 °С (в зависимости от типа кристаллов).

Давление паров при 25 °С: $2,5 \times 10^{-2}$ мПа.

Коэффициент распределения н-октанол–вода: K_{ow} logP = 2,2 (20 °С).

Растворимость (в г/дм^3 при 20 °С): вода – 0,134, метанол – 89, ацетон – 220, этилацетат – 111, дихлорметан – 353.

Вещество устойчиво к гидролизу (25 °С, pH 5—9), быстро разлагается в водных растворах при выдерживании на свету (pH 9, DT_{50} < 3 ч).

Краткая токсикологическая характеристика: острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс – 2 588 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для кроликов > 4 000 мг/кг.

Мутагенный эффект при использовании препарата не наблюдался. Класс токсичности по ВОЗ – III.

Область применения препарата: карбоксин – фунгицид системного действия, используется для обработки семян зерновых культур против головневых болезней, корневых гнилей и плесневения семян. Не применяется совместно с пестицидами, имеющими в молекуле длинные углеводородные цепи или обладающими кислой реакцией.

Гигиенические нормативы для карбоксина в России: ОДУ в воде водоемов 0,02 мг/дм^3; ОДК в почве 0,05 мг/кг; МДУ: кукуруза (зерно), просо, зерно хлебных злаков, картофель – 0,2 мг/кг, кукуруза (масло) – нт.

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

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности*) (границы относительной погрешности), ±δ, %
Зерно кукурузы	0,01—0,1	6	8	11	22
Зерно сои	0,01—0,1	6	8	11	22
Масло	0,01—0,1	6	7	10	20

*)соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения карбоксина, 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, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Зерно кукурузы	0,01	0,01—0,1	87,9	0,96	0,48
Зерно сои	0,01	0,01—0,1	83,6	5,20	2,60
Масло	0,01	0,01—0,1	83,2	1,11	0,55

2. Метод измерений

Методика основана на определении карбоксина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора после его извлечения из образцов ацетонитрилом, очистки экстракта промывкой гексаном и последующей очистки на патронах для твердофазной экстракции.

Идентификация карбоксина 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 ультрафиолетовым детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—2001
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и допустимой погрешностью 0,1 г	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 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

Карбоксин, аналитический стандарт, 99,2 %.	
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—2005
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Кислота ортофосфорная (H_3PO_4), хч	ГОСТ 6552—80
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-019-44493179—98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 30 : 70.	
Смесь № 1: хлористый метилен–ацетон в соотношении 9 : 1 по объему.	

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	
Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Воронки делительные, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10 и 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колбы плоскодонные конические вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, 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	
Фильтры бумажные средней плотности	ТУ 6.091678—86

Центрифуга с максимальной рабочей частотой 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—2009, 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 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 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 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: в мерную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают (0,5 ± 0,01) г 98 % ортофосфорной кислоты, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

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

7.2.3. Для приготовления ацетонитрила, насыщенного гексаном, в делительной воронке смешивают ацетонитрил и гексан в соотношении 5 : 1, встряхивают в течение 2 мин, после разделения слоев нижний ацетонитрильный слой готов к использованию.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$: точную навеску карбоксина (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями карбоксина 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70).

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,2 $см^3$ основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 0,5 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 5,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,1 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 1 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты определения карбоксина в зерне кукурузы, семенах сои и растительном масле используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация карбоксина 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 карбоксина 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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации карбоксина в градуировочном растворе;

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

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

7.5. Подготовка патрона для очистки экстрактов

Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, промывают последовательно 3 $см^3$ смеси № 1 и 3 $см^3$ гексана, после чего патрон готов к работе.

7.6. Проверка хроматографического поведения карбоксина на патроне

В круглодонную колбу емкостью 10 $см^3$ отбирают 1 $см^3$ стандартного раствора карбоксина с концентрацией 1 мкг/$см^3$. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 2 $см^3$ гексана и переносят на подготовленный патрон. Колбу обмывают 2 $см^3$ гексана и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 $см^3$ гексана и 2 $см^3$ хлористого метилена, элюаты отбрасывают. Затем элюируют карбоксин смесью № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 $см^3$, упаривают досуха, растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы (ацетонитрил – 0,005М H_3PO_4, 30 : 70) и анализируют по п. 9.4.

Фракции, содержащие карбоксин, объединяют и вновь анализируют.

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

Внимание! Температура бани не должна превышать 30 °С, экстракты следует упаривать осторожно, так как вещество достаточно высоколетучее.

Примечание: Проверку хроматографического поведения карбоксина 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» (от 21.08.79 № 2051—79), а также отбор проб зерна кукурузы производится по ГОСТ 13634—90 «Кукуруза. Требования при заготовке и поставках», зерна сои – по ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Пробы зерна для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре.

Для длительного хранения зерно подсушивают при комнатной температуре в отсутствие света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы зерна доводят до стандартной влажно-

сти и измельчают. Пробы растительного масла хранят в холодильнике при 0—4 °С в закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция карбоксина

9.1.1. Экстракция карбоксина из зерна кукурузы и сои

Навеску измельченного зерна (10 г) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 30 $см^3$ ацетонитрила, насыщенного гексаном. Пробирку плотно закрывают, встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 10 мин и центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Верхний ацетонитрильный слой декантируют, фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку. К остатку в пробирке добавляют 20 $см^3$ ацетонитрила, насыщенного гексаном, и проводят повторную экстракцию. Объединенные ацетонитрильные экстракты очищают по п. 9.2.

9.1.2. Экстракция карбоксина из растительного масла

Навеску масла (5 г) растворяют в 50 $см^3$ гексана, помещают в делительную воронку, добавляют 20 $см^3$ ацетонитрила, насыщенного гексаном, и интенсивно встряхивают в течение 2—3 мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой отбирают, к гексановому слою добавляют 20 $см^3$ насыщенного ацетонитрила и экстракцию повторяют. Объединенные ацетонитрильные экстракты очищают по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К ацетонитрильному экстракту, полученному по п. 9.1 и помещенному в делительную воронку на 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ гексана и интенсивно встряхивают в течение 2—3 мин. После полного разделения слоев верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и повторяют операцию очистки с новой порцией гексана объемом 10 $см^3$.

Затем ацетонитрильный экстракт переносят в колбу для упаривания на 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе.

Внимание! Температура бани не должна превышать 30 °С, экстракты следует упаривать осторожно, так как вещество достаточно высоколетучее.

Дальнейшую очистку сухого остатка проводят на патронах для твердофазной экстракции по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на патронах для твердофазной экстракции

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов по п. 9.2, растворяют в 1 см^3 гексана и переносят на подготовленный патрон (п. 7.5). Колбу обмывают 1 см^3 гексана и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 см^3 гексана, 2 см^3 хлористого метилена, элюаты отбрасывают. Карбоксин элюируют 3 см^3 смеси № 1. Элюат количественно переносят в круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 30 °С.

Внимание! Температура бани не должна превышать 30 °С, экстракты следует упаривать осторожно, так как вещество летучее.

Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70) и анализируют на содержание карбоксина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70. Скорость потока элюента 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны ультрафиолетового детектора 250 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика карбоксина на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

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

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

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения карбоксина, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор карбоксина с концентрацией 1,0 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):

$$\frac{2\cdot|\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2|\cdot 100}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \le r, \text{ где} \qquad (1)$$

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:

$(\tilde{O} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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 0,01 мг/кг*, где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения карбоксина в зерне).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «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:

$$\tilde{N}_a = D_{ë,Õ} + D_{ë,Õy}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{л,X}$ ($\pm \Delta_{л,X'}$) – 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:

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

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:

$$\hat{E} = \sqrt{D^2_{ë,Õy} + D^2_{ë,Õ}}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

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):

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

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

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

gost.e-ecolog.ru