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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по методам контроля

Сборник
МУК 4.1.2593—10; 4.1.2595—10; 4.1.2673—10; 4.1.2674—10; 4.1.2680—2682—10; 4.1.2685—10; 4.1.2686—10; 4.1.2688—10; 4.1.2689—10; 4.1.2691—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
М54

М54 Методические указания по методам контроля: Сборник.— М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—179 с.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

Содержание

Определение остаточных количеств Флурохлоридона в почве, семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2593—10 4

Определение остаточных количеств имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2595—10 21

Определение остаточных количеств дитианона в ботве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2673—10 35

Определение остаточных количеств бифентрина в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2674—10 47

Определение остаточных количеств метазахлора в капусте методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2680—10 59

Определение остаточных количеств пиклорама в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2681—10 71

Определение остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2682—10 87

Измерение концентраций топрамезона в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2685—10 101

Определение остаточных количеств Бета-цифлутрина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2686—10.....115

Определение остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2688—10.....135

Определение остаточных количеств диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2689—10.....149

Определение остаточных количеств ацетамиприда в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2691—10 163

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии

МУК 4.1.2682—10

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений, Санкт-Петербург (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, Т. Ф. Блинова, Л. М. Карпова, Н. В. Луговкина).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10.06.2010 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 2 августа 2010 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
02 августа 2010 г.
Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии

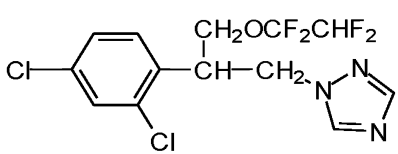
Методические указания МУК 4.1.2682—10

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в корнеплодах сахарной свеклы массовой концентрации тетраконазола в диапазоне концентраций 0,025—0,25 мг/кг, в ботве свеклы – 0,05—0,5 мг/кг.

Название действующего вещества по ICO: Тетраконазол.

Название по IUPAC: (RS)-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(1 H-1,2,4-триазол-1-ил) пропил-1,1,2,2-тетрафторэтиловый эфир.

Структурная формула:



Мол. масса: 372,1

Брутто формула: $C_{13}H_{11}Cl_2F_4N_3O$

Химически чистый тетраконазол представляет собой бесцветную вязкую жидкость, разлагается при 240 °С до кипения, давление паров 0,18 мРа, показатель преломления 1,432 (20 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP = 3/56 (20 °С).

Растворимость: в воде 156 мг/л (pH 7, 20 °С); хорошо растворим в 1,2-дихлорэтане, ацетоне, метаноле.

Стабилен в разбавленных водных растворах с pH 5—9.

$ЛД_{50}$ для крыс 1248 мг/кг. Класс токсичности по ВОЗ – II.

Область применения: фунгицид широкого спектра действия, применяется для борьбы против септориоза, разного вида ржавчины, пероноспороза, мучнистой росы, окаймленной пятнистости листьев в виде 12,5 % водной эмульсии.

Гигиенические нормативы для тетраконазола в сахарной свекле не установлены.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл.1 и 2.

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ± δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
корнеплоды	0,025—0,1	50	5,4	15,1	16,6
корнеплоды	0,1—0,25	25	4,8	13,4	14,8
ботва	0,05—0,1	50	5,3	14,8	16,3
ботва	0,1—0,5	25	5,2	14,6	16,0

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в таблице 2.

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
корнеплоды свеклы	0,025	0,025—0,25	82,4	4,8	4,4
ботва свеклы	0,05	0,05—0,5	81,5	5,2	4,7

2. Метод измерения

Методика основана на определении тетраконазола методом газожидкостной хроматографии с использованием электронозахватного детектора (ДЭЗ или ДПР) после его извлечения из образцов органическим растворителем, очистке путем перераспределения между двумя жидкими фазами и при необходимости на патронах с Силикагелем 60. Идентификация тетраконазола 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 измерения

Весы аналитические ВЛА-200, или аналогичные — ГОСТ 24104—2001

Весы технические ВЛКТ-500 — ГОСТ 24104—80

Газовый хроматограф Цвет-550 М или аналогичный с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР или ДЭЗ) и стеклянной насадочной колонкой, длиной 1 или 2 м; внутренним диаметром 3 мм или хроматограф «Кристалл 2000М» с ДЭЗ.

Колбы мерные на 25, 50, 100 $см^3$ — ГОСТ 23932—90

Микрошприц МШ-10, МШ- 10М — ТУ 2-833-106

Пипетки градуированные — ГОСТ 29227—91

Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$ — ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетон, хч	ТУ 6-09-3513—82
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
н-Гексан, ч., свежеперегнанный	ТУ 6-09-3375–78
1,2-Дихлорэтан, хч	ТУ 6-09-3716—80
Насадка для аналитической колонки: 5 % ХЕ-60 на хроматоне N-Super (0,16—0,20 мм), имп.	
Натрий сернокислый безводный, чда, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0,040—0,063 mm) (Merck, Германия)	
Тетраконазол с содержанием основного компонента 99,38 %	
Элюент № 1– гексан:ацетон (80 : 20 по объему)	
Элюент № 2 – гексан:ацетон (60 : 40 по объему)	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Ванна ультразвуковая УЗВ/100 ТН	
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой НР-35, толщина слоя 0,25 мкм	
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 25336—82Е
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС	ГОСТ 25336—82
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 mm), Merck	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пробирки с притёртыми пробками на 10, 20 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Ротационный вакуумный испаритель Büchi R-200/205 (Швейцария)	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

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. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 14.

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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Отбор проб и хранение

Отбор образцов свеклы для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения образцы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в герметично закрытый двойной полиэтиленовый пакет и хранят в морозильной камере с температурой −18 °С.

8. Подготовка к определению

8.1. Кондиционирование колонки

Готовую насадку (5 % ХЕ-60 на хроматоне N-Super) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и кондиционируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 8—10 часов.

Капиллярную колонку перед анализом кондиционируют в токе азота при температуре 250 °С до установления нулевой линии.

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия

В коническую колбу на 250 см^3 наливают 150 см^3 дистиллированной воды и насыпают в нее хлористый натрий при постоянном помешивании до тех пор, пока не образуется нерастворимый остаток хлористого натрия. Колбу выдерживают в течение 30 мин, периодически помешивая раствор. Если осадок растворился, добавляют еще хлористого натрия до образования нерастворимого остатка.

8.2.2. Приготовление градуировочных растворов

8.2.2.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см^3.

Точную навеску тетраконазола (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу объемом 100 см^3, растворяют в ацетоне и доводят до метки. Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,5, 0,25, 0,1 и 0,05 мкг/см^3 готовят из основного раствора методом последовательного разбавления гексаном по объему.

8.2.2.2. Раствор № 1 с концентрацией 0,5 мкг/см^3: в мерную колбу на 100 см^3 пипеткой вносят 1 см^3 основного раствора и доводят до метки гексаном. Затем 10 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу на 100 см^3 и вновь доводят до метки гексаном.

8.2.2.3. Раствор № 2 с концентрацией 0,25 мкг/см^3: в мерную колбу на 100 см^3 вносят пипеткой 50 см^3 раствора № 1 и доводят до метки гексаном.

8.2.2.4. Раствор № 3 с концентрацией 0,1 мкг/см^3: в мерную колбу на 100 см^3 вносят пипеткой 20 см^3 раствора № 1 и доводят до метки гексаном.

8.2.2.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу на 100 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 раствора № 1 и доводят до метки гексаном.

Градуировочные растворы хранятся в холодильнике в течение 1 месяца.

При определении полноты извлечения для внесения в образец корнеплодов используют растворы тетраконазола в ацетоне.

8.3. Построение градуировочной характеристики

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят по 1 мм^3 каждого из градуировочных растворов (3 параллельных определения для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют высоты или площади пиков и строят график зависимости среднего значения высоты или площади пика от концентрации тетраконазола в градуировочном растворе (мкг/см^3).

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 тетраконазола в градуировочном растворе;

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

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

9. Отбор проб и хранение

Отбор образцов свеклы для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения (до 12 мес.) образцы свеклы (ботва и корнеплоды) упаковывают в двойной полиэтиленовый пакет, герметично заклеивают и помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С.

10. Проведение определения

10.1. Определение тетраконазола в ботве и корнеплодах свеклы

Навеску ботвы 10 ± 0,1 г или корнеплодов 20 ± 0,1 г измельчают, помещают в коническую колбу и заливают 50—100 см^3 ацетона, таким образом, чтобы проба была полностью покрыта раствором, и экстрагируют тетраконазол в ультразвуковой ванне в течение 15 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Остаток на фильтре промывают дважды ацетоном порциями по 25 см^3. Объединённый фильтрат упаривают на ротационном испарителе до водного остатка при температуре не выше 40 °С. Остаток переносят в делительную воронку, добавляют 80 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия. Тетраконазол переэкстрагируют в 1,2-дихлорэтан.

Для этого в воронку добавляют 100 см^3 1,2-дихлорэтана и встряхивают воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз органическую фазу отбирают в круглодонную колбу через слой безводного сульфата натрия (20 г). 1,2-дихлорэтан выпаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 10 см^3 гексана (на УЗ-бане в течение 2 мин) и хроматографируют.

При обнаружении на хроматограмме мешающих определению тетраконазола примесей проводят дополнительную очистку на патронах с силикагелем 60 (п. 10.2).

10.2. Очистка проб на патронах с силикагелем 60

Твердофазную экстракцию проводят на концентрирующем патроне, заполненном 0,5 г силикагеля 60 с размером частиц 0,040—0,063 мм. Патрон промывают 1 см^3 ацетона и 2,5 см^3 гексана.

Сухой остаток, полученный при упаривании очищенных по п. 10,1 экстрактов, количественно переносят двумя порциями по 1 см^3 гексана в патрон. Промывают патрон последовательно двумя порциями по 2,5 см^3 гексана и 4 см^3 элюента 1 (гексан – ацетон 80 : 20). Фильтрат и промыв-

ки отбрасывают. Тетраконазол элюируют 3 см^3 элюента 2 (гексан – ацетон 60 : 40). Элюат собирают в грушевидную колбу и упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 10 см^3 гексана и 1 мм^3 вводят в испаритель хроматографа.

10.3. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф Цвет-550 М или аналогичный с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР или ДЭЗ) и стеклянной насадочной колонкой, длиной 1 или 2 м и внутренним диаметром 3 мм, заполненной хроматоном N-Super с 5% ХЕ-60. Температура колонки 210 °С, испарителя 230 °С, детектора 310 °С. Шкала электрометра 8 х 10^{10}. Скорость потока газа-носителя 40 см^3/мин. Дозируемый объем 1 мм^3.

Альтернативные условия хроматографирования: газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с ДЭЗ и капиллярной кварцевой колонкой длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой НР-35, толщина слоя 0,25 мкм. Температура колонки программируется от 150 °С (1,5 мин) до 200 °С со скоростью 25 °С/мин, далее со скоростью 5 °С/мин до 250 °С (5 мин). Температура испарителя 250 °С, детектора 320 °С. Расход газа-носителя (азот) через колонку 1,08 см^3/мин, $Г_2$ – 30 см^3/мин, $Г_3$ – 30 см^3/мин. Дозируемый объем 1 мм^3.

Время удерживания тетраконазола 11 мин 17 сек ± 5 сек.

11. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание тетраконазола в образце ботвы или корнеплодов свеклы (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_2 \cdot C \cdot V}{H_1 \cdot P}, \text{ где}$$

H_1 – высота (площадь) пика тетраконазола в стандартном растворе, мм (мв·сек);

H_2 – высота (площадь) пика тетраконазола в анализируемой пробе, мм (мв·сек);

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация стандартного раствора тетраконазола, мкг/см^3.

Содержание остаточных количеств тетраконазола в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2-х параллельных определений.

При получении зашкаленных пиков анализируемый экстракт разбавляют гексаном.

12. 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.

13. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot X / 100,$$

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 0,025 или 0,05 мг/кг*, где *-0,025 и 0,05 мг/кг – пределы обнаружения в корнеплодах и ботве свеклы, соответственно).

14. Контроль качества результатов измерений

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

ность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

14.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

14.2. 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:

$$\Delta = \delta \cdot X / 100,$$

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$| К_к | \le К, \qquad (2)$$

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.

14.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

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

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

15. Разработчики

Долженко В.И., Цибульская И.А., Блинова Т.Ф., Карпова Л.М., Луговкина Н.В. ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург.

Методика прошла апробацию в ФГУ «Санкт-Петербургский НИИ лесного хозяйства».

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.637) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2010.06930).

gost.e-ecolog.ru