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 имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2595—10

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны: Всероссийский НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская, Н. Г. Ковров).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 3 от 03.12.2009 г.)

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 26 марта 2010 г.

4. Введены в действие с 26 марта 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
26 марта 2010 г.
Дата введения: 26 марта 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

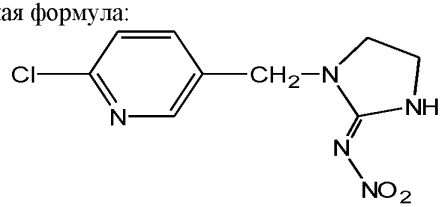
Определение остаточных количеств имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2595—10

Настоящие методические указания устанавливают метод измерения массовой концентрации имидаклоприда в томатном соке в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

1. Вводная часть

Действующее вещество: имидаклоприд.
Структурная формула:



Брутто формула: $C_9H_{10}ClN_5O_2$.
Мол. масса: 255,7.
1-(6-хлор-3-пиридилметил)–N-нитроимидазолидин-2-илидеамин(IUPAC).
1-[(6-хлор-3-пиридинил)метил]-N-нитро-2-имидазолидинимин (CA).

Химически чистый имидаклоприд представляет собой бесцветные кристаллы со слабым характерным запахом.

Температура плавления 144 °С. Давление паров 4 х 10^{-7} мРа (20 °С), 9 х 10^{-7} мРа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP = 0,57 (21 °С).

Растворимость (г/л) при 20 °С: в воде – 0,61; дихлорметане – 55; изопропаноле – 1,2; толуоле – 0,68; н-гексане < 0,1.

Стабилен к гидролизу при pH 5—11.

Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс – 450 мг/кг. Острая дермальная токсичность LD_{50} (24 часа) для крыс – более 5000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи (кролики). Острая ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 5323 мг/м^3, 69 мг/м^3 воздуха (аэрозоль). LC_{50} (96 часов) для рыб – 211 (237) мг/л.

Имидаклоприд практически не токсичен для птиц, пчёл, дождевых червей, водорослей.

Мутагенной и тератогенной активности в стандартных тестах не обнаружено.

Группа токсичности по EPA – II, ВОЗ – II.

Область применения, Имидаклоприд – системный инсектицид нервно-паралитического действия группы неоникотиноидов. Эффективно уничтожает листовую тлю, белокрылку, минёров, трипсов, колорадского жука, долгоносиков на хлопчатнике, рисе, картофеле, кукурузе, сахарной свекле, овощных культурах, цитрусовых, косточковых и семечковых плодовых в течение вегетационного периода. Может использоваться для обработки, как почвы, так и надземных органов растений.

Гигиенические нормативы: МДУ имидаклоприда в томатах – 0,1мг/кг.

2. Методика определения имидаклоприда в томатном соке методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении имидаклоприда методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью с последующей очисткой перераспреде-

лением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект анализа	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Томатный сок	0,01—0,1	50	4,6	12,7	14,8

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 16) приведены в таблице 2

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Сок яблок	0.01	0.01 – 0.1	83.3	3.28	3.42

2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения имидаклоприда достигается условиями подготовки проб и хроматографического анализа.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч — ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента» — ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная — ГОСТ 6709—79
Дихлорметан, хч — ТУ 6-09-3716—80
Имидаклоприд, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9 % (Sigma–Aldrich)
Натрий сернокислый безводный, свежепрокаленный ч — ГОСТ 4166—76

Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Натрия хлорид, чда	ГОСТ 4233—77
н-Гексан, свежеперегнанный хч	ТУ 2631-003-05807999–98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,005М H_3PO_4 (22 : 78, по объему)	
Силикагель 60 для колоночной хроматографии (0,040—0,063 мм) (Merck, Германия)	
Стекловата	
Этиловый эфир уксусной кислоты, чда	ГОСТ 22300—76
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (50 50, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10 : 90, по объему)	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником.	
Колонка Symmetry C-18, (250 x 4,6) мм, 5 мкм (Waters)	
Предколонка Waters Symmetry C-18	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Ванна ультразвуковая «Серьга»	ТУ 3.836.008
Ротационный испаритель вакуумный Buchi R-205	
pH-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 20292—74

Колонки стеклянные (25 × 1) см

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками не ниже указанных.

2.4. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Требования при заготовке, поставке и реализации». Пробы томатного сока хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение 2 месяцев, в холодильнике при 0—4 °С в герметичной упаковке не более недели.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 $см^3$ растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре + 40 °С до объема 1,0 $см^3$ и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с типовыми методиками.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 $см^3$ /мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 1М раствора NaOH 40г едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки. Для приготовления 0,025М раствора NaOH 25 $см^3$ 1М раствора едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$ и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005М H_3PO_4 в соотношении 22 : 78 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления 2М раствора ортофосфорной кислоты 200 г 98 % (или 225 г 87 %) кристаллической H_3PO_4 помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой. Для приготовления

0,005М раствора ортофосфорной кислоты 2,5 мл 2М раствора H_3PO_4 вносят в мерную колбу на 1 л и доводят до метки деионизированным бидистиллятом.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 500 $см^3$ н-гексана и 500 $см^3$ этилацетата. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 100 $см^3$ н-гексана и 900 $см^3$ этилацетата.

2.5.3.1. Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску имидаклоприда (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 0,5 мг/ $см^3$). Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрил: 0,005М H_3PO_4 (22 : 78, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты извлечения имидаклоприда используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0,1 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят из стандартного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Установление градуировочной характеристики

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация имидаклоприда в растворе) в хроматограф вводят по 20 $мм^3$ градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации имидаклоприда 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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации бифентрина в градуировочном растворе;

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

$\lambda_{контр.}$ – норматив контроля градуировочного коэффициента, %. ($\lambda_{контр.}$ = 8 % при P = 0,95).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см^3 смеси гексан – этилацетат (50 : 50, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 см^3 элюента № 2 и 30 см^3 элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения имидаклоприда на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,1 см^3 стандартного раствора имидаклоприда с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40 °С), остаток растворяют в 5 см^3 элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см^3 элюента № 1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 120 см^3 элюента № 1, которые отбрасывают, затем 100 см^3 элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3) и анализируют на содержание имидаклоприда по п. 2.6.3.

Фракции, содержащие имидаклоприд, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.3. Рассчитывают содержание имидаклоприда в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания имидаклоприда и сопутствующих коэкстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение имидаклоприда из проб томатного сока

Навеску томатного сока (20г) в мерном цилиндре доводят до 100 см^3 дистиллированной водой и помещают в делительную воронку объёмом 250 см^3. В воронку добавляют 30 см^3 гексана, встряхивая делительную воронку в течение 1—2 минут (верхний органический слой отбрасывают). Промывку гексаном повторяют дважды. Водную фазу экстрагируют трижды дихлорметаном порциями по 30 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний органический слой.* Объединённый дихлорметановый экстракт промывают в делительной воронке дважды 0,025М раствором NaOH порциями по 25 см^3, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.2.

Внимание! Отделение водного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном – небольшое количество (до 5 см^3) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15—20 см^3).

2.6.2. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенного по п. 2.6.2 экстракта, количественно переносят двумя порциями по 5 см^3 смеси гексан – этилацетат (50 : 50, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 70 см^3 элюента № 1. Элюат отбрасывают. Имидаклоприд элюируют 80 см^3 элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 см^3. Раствор выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мм^3 раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487). Рабочая длина волны 268 нм. Предколонка Sun Fire

для защиты аналитической колонки. Колонка Sun Fire (250 х 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005М H_3PO_4 в соотношении 22 : 78. Скорость потока 1 $см^3$/мин. Объем вводимой пробы 20 $мм^3$.

Время удерживания имидаклоприда 12,1 ± 0,2 мин.

Линейный диапазон детектирования 0,1—1,0 мкг/$см^3$.

2.6.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание имидаклоприда в образцах воды, почвы или растительных материалов (Х, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P}, \text{ где}$$

S_1 – площадь пика имидаклоприда в стандартном растворе, мм;

S_2 – площадь пика имидаклоприда в анализируемой пробе, мм;

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

Р – навеска анализируемого образца, г;

С – концентрация стандартного раствора имидаклоприда, мкг/$см^3$.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор имидаклоприда 1 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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.

4. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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 0,01 мг/кг*, где *-0,01 мг/кг – предел обнаружения).

5. 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».

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

5.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок. Величина добавки C_{∂} должна удовлетворять условию:

$$C_{\partial} = \Delta_{л,X} + \Delta_{л,X}', \text{ где}$$

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

$$К_к = X' - X - С_д, \text{ где}$$

X', X, $С_д$ - 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.

5.3. 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), %.

6. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005—88).

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

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

7. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п.5.

gost.e-ecolog.ru