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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник
МУК 4.1.2777—4.1.2786—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—179 с.

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ

Методические указания
МУК 4.1.2783—10

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, И. К. Журкович, Н. В. Луговкина, 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 от 14.10.2010 № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 24 ноября 2010 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

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
24 ноября 2010 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ

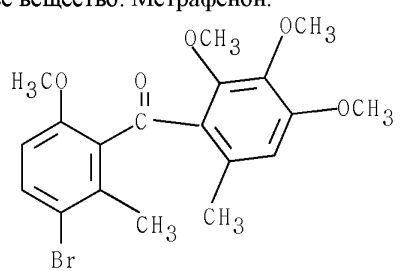
Методические указания МУК 4.1.2783—10

Общие положения

Свидетельство об аттестации методики № 01.5.04.683 от 25.06.2010.

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств метрафенона в воде в диапазоне концентраций 0,001—0,01 мг/кг, в почве, зеленой массе и зерне зерновых культур, ягодах и соке винограда в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, в соломе зерновых культур 0,02—0,2 мг/кг.

Действующее вещество: Метрафенон.



3'-Бром-2,3,4,6'-тетраметокси-2',6-диметилбензофенон (IUPAC).

Молекулярная масса: 409.3.

Брутто формула: $C_{19}H_{21}BrO_5$.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления 99,2—100,8 °С.

Давление пара 0,153 мРа (20 °С); 0,256 мРа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} log P = 4,3 (pH 4,0, 25 °С).

Растворимость в воде (мг/дм^3, 20 °С): 0,552 (pH 5); 0,492 (pH 7); 0,457 (pH 9).

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): ацетон – 403, ацетонитрил – 165, дихлорметан – 1 950, этилацетат – 261, н-гексан – 4,8, метанол – 26,1, толуол – 363.

Устойчив к водному гидролизу в темноте после выдержки при 50 °С в течение 5 дней в буферных растворах при pH 4,0, 7,0 и 9,0. Заметно разлагается после облучения солнечным светом в течение 15 дней при 22 °С и pH 7,0. DT_{50} составляет 3,1 дня.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность для крыс – LD_{50} > 5 000 мг/кг; дермальная для крыс – LD_{50} > 5 000 мг/кг (подкожно); ингаляционная для крыс – LC_{50} > 5,0 мг/л. Не является ирритантом и не обладает кожным раздражающим действием.

Область применения: фунгицид превентивного действия с антиспорулянтной активностью и целебными свойствами. Используется для контроля глазковой пятнистости, вызываемой *Pseudocercosporella herpotrichoides* и ложной мучнистой росы, вызываемой *Erysiphe graminis* на посевах ячменя, озимой и яровой пшеницы.

В России для метрафенона гигиенические нормативы 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 табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг ($мг/дм^3$)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, %
Вода	0,001—0,005 0,005—0,01	9 6	11,9 7,9	15 10	29 20
Почва	0,01—0,05 0,05—0,1	5 5	8,2 6,9	10 9	20 18
Ягоды винограда	0,01—0,05 0,05—0,1	5 3	7,1 3,9	9 5	18 10
Сок винограда	0,01—0,05 0,05—0,1	4 4	5,5 5,6	8 8	18 18
Зерно пшеницы или ячменя	0,01—0,05 0,05—0,1	5 4	6,7 5,1	9 7	18 14
Зеленая масса пшеницы или ячменя	0,01—0,05 0,05—0,1	5 4	6,6 5,3	9 7	18 14
Солома пшеницы или ячменя	0,02—0,1 0,1—0,2	4 2	5,1 2,5	7 4	14 8
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$. При коэффициенте охвата $k = 2$.					

Таблица 2

Полнота извлечения метрафенона, 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, ± %
Вода	0,001	0,001—0,01	96,1	5,5	2,6
Почва	0,01	0,01—0,1	93,9	6,1	2,9
Ягоды винограда	0,01	0,01—0,1	96,9	5,5	2,6
Сок винограда	0,01	0,01—0,1	91,9	5,2	2,5
Зерно пшеницы или ячменя	0,01	0,01—0,1	94,9	3,8	0,9
Зеленая масса пшеницы или ячменя	0,01	0,01—0,1	88,9	13,7	6,4
Солома пшеницы или ячменя	0,02	0,02—0,2	93,2	8,6	4,05

2. Метод измерения

Методика основана на определении метрафенона методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов смесью органического растворителя с водой и очистки экстракта посредством двухстадийной твердофазной экстракции на патронах, заполненных гексадецилсиликагелем и обычным силикагелем.

Идентификация метрафенона 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 «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$	
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

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Метрафенон с содержанием основного вещества 99,7 % (Reg. № 4037710, BAS 560 F)	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и воды в соотношении 65 : 35	

Допускается использование реактивов квалификации не ниже указанной.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Ультразвуковая баня «Сапфир»	
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Бидистиллятор	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы BŰCHI, мод. R 205	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Патроны Диапак С16 (Биохиммак) 0,4 г	
Патроны, заполненные силикагелем 60 (Merck) 0,5 г	

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже 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 жидкостного 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 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 (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. Приготовление подвижной фазы: в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 650 $см^3$ ацетонитрила и доводят объем до метки водой для ВЭЖХ.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 1,0 мг/см^3: точную навеску метрафенона (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,4, 0,8, и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

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

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 0,8 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ вносят 8,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 2,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

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

7.4. Приготовление элюентов для твердофазной экстракции

7.4.1. Приготовление элюента 1: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 гексана и доводят объем до метки ацетоном.

7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация метрафенона в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации метрафенона 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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации метрафенона в градуировочном растворе;

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

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

7.6. Подготовка патронов для твердофазной экстракции

7.6.1. Подготовка патронов Диапак С16. Непосредственно перед употреблением через патрон последовательно пропускают по 2 $см^3$ ацетонитрила и воды.

7.6.2. Подготовка патронов, заполненных силикагелем. Непосредственно перед употреблением через патрон последовательно пропускают 2,5 $см^3$ гексана.

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 21.08.1979).

Пробы ягод винограда хранятся до анализа в морозильной камере при температуре –18 °С. Пробы сока хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 3 суток, при температуре –18 °С – в течение месяца (в пластиковых бутылях).

Для длительного хранения пробы почвы, зерна и соломы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Пробы зерна и соломы подсушивают до критической влажности и хранят в воздушно-сухом состоянии. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, пробы зерна и соломы измельчают на лабораторной мельнице.

9. Проведение определения

9.1. Определение метрафенона в воде

50 $см^3$ воды пропускают через патрон Диапак С16. Фильтрат отбрасывают. Метрафенон элюируют 3 $см^3$ ацетона. Элюат выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 $см^3$ подвижной фазы. 10 $мм^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.2. Определение метрафенона в почве и ягодах винограда

20 г образца помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и экстрагируют 50 $см^3$ смеси ацетона с водой в соотношении 4 : 1 в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды с тем же объемом экстрагента. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток про-

пускают через два патрона Диапак С16, соединенных последовательно. Фильтрат отбрасывают. Патрон промывают 2 $см^3$ воды. Фильтрат отбрасывают. Метрафенон элюируют 3 $см^3$ ацетона. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2,0 $см^3$ гексана и вносят в патрон с силикагелем. Фильтрат отбрасывают. Патрон промывают 2 $см^3$ гексана. Фильтрат отбрасывают. Метрафенон элюируют 2 $см^3$ элюента 1. Элюат упаривают досуха. Остаток растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.3. Определение метрафенона в виноградном соке

Сок фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». 20 $см^3$ сока пропускают чрез патрон Диапак С16. Фильтрат отбрасывают. Патрон промывают 2 $см^3$ воды. Фильтрат отбрасывают. Метрафенон элюируют 3 $см^3$ ацетона. Далее определение проводят по п. 9.2.

9.4. Определение метрафенона в зерне, зеленой массе и соломе зерновых культур

20 г зерна или измельченной зеленой массы или 5 г соломы помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и экстрагируют 50 $см^3$ смеси ацетона и воды в соотношении 4 : 1 в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды с тем же объемом экстрагента. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток пропускают через 2 патрона Диапак С16, соединенных последовательно. Фильтрат отбрасывают. Патроны промывают 2 $см^3$ воды. Фильтрат отбрасывают. Метрафенон элюируют 4 $см^3$ ацетонитрила. Элюат выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2,0 $см^3$ гексана и вносят в патрон с силикагелем. Фильтрат отбрасывают. Дальнейшее определение проводят по п. 9.2. Перед хроматографическим анализом сухой остаток образцов зерна и зеленой массы растворяют в 2 $см^3$, а соломы – в 1 $см^3$ подвижной фазы. По 10 $мм^3$ полученных растворов вводят в хроматограф.

9.5. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм

(Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и воды в соотношении 65 : 35. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 220 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

Время удерживания метрафенона (5,5 ± 0,3) мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,1—1,0 мкг/$см^3$.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание метрафенона в воде, почве, зеленой массе зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда (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 метрафенона 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 метрафенона, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор метрафенона 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):

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

X_1 и 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:

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

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 0,01 мг/кг*, где *– 0,01 мг/кг – предел обнаружения метрафенона в почве, соке и ягодах винограда, зерне и зеленой массе зерновых культур).

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:

$$C_д = \Delta_{Л,X'} + \Delta_{Л,X}, \text{ где}$$

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

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K \quad (2)$$

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):

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

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

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

Приложение
Таблица

Полнота определения дифеноконазола в модельных матрицах (*n* = 5)

Матрица	Внесено дифеноконазола мг/кг	Открыто дифеноконазола, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Зеленая масса	0,05	83,4	± 3,7
	0,10	84,6	± 2,5
	0,25	85,6	± 2,3
	0,50	87,6	± 2,1
Семена	0,02	84,0	± 3,7
	0,04	84,4	± 3,0
	0,10	85,4	± 2,5
	0,20	88,2	± 2,2
Масло	0,05	82,8	± 2,7
	0,10	83,6	± 2,5
	0,25	85,4	± 2,2
	0,50	87,0	± 2,3

Содержание

Определение остаточных количеств Фамоксадона в луке-перо и луке-репке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2777—10 3

Определение остаточных количеств Цимоксанила в луке-перо и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2778—10 23

Определение остаточных количеств Пикоксистробина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2779—10 41

Определение остаточных количеств флуазинама в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2780—10 67

Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2781—10 79

Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2782—10 93

Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ: МУК 4.1.2783—10 107

Определение остаточных количеств дифеноконазола в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2784—10 121

Определение остаточных количеств паклобутразола в воде, почве, зеленой массе, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2785—10 139

Определение остаточных количеств дифеноконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2786—10 159

gost.e-ecolog.ru