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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств действующих веществ пестицидов в растительном сырье и пищевых продуктах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2983—4.1.2985—12; 4.1.2987—12; 4.1.2991—12; 4.1.3001—12; 4.1.3003—12; 4.1.3005—12

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств действующих веществ пестицидов в растительном сырье и пищевых продуктах: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012.—140 с.

1. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22.12.2012 № 2).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 19 марта 2012 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

Редакторы Н. Е. Акопова, Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 31.10.12

Формат 60x88/16 Печ. л. 8,75

Тираж 200 экз. Заказ 55

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2012
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012

Содержание

Определение остаточных количеств пираклостробина в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле сои, подсолнечника и рапса, в плодах томатов и огурцов, томатном соке, корнеплодах моркови, луке-репке, капусте и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2983—12 4

Определение остаточных количеств римсульфурона в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2984—12 36

Определение остаточных количеств ацетамиприда в плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2985—12 47

Определение остаточных количеств тиаклоприда в зеленой массе, семенах и масле рапса, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2987—12 59

Определение остаточных количеств флудиоксонила в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2991—12 72

Определение остаточных количеств спиротетрамата и его основного метаболита спиротетрамата-енола в цитрусовых культурах (апельсин, мандарин, лимон, лайм, грейпфрут, клементин), плодовых семечковых (яблоня, груша), плодовых косточковых (персик, нектарин, абрикос), овощных культурах (томаты, перец, огурцы), хмеле, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3001—12 86

Определение остаточных количеств фенгексамида в ягодах (клубника, киви), томатах, огурцах, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3003—12 108

Определение остаточных количеств хлорантранилипрола в капусте (кочанная капуста, брокколи, цветная капуста), баклажанах, цитрусовых культурах (апельсины, лимоны, грейпфруты, мандарины и др.), салате, изюме методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3005—12 124

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
19 марта 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ацетамиприда в плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

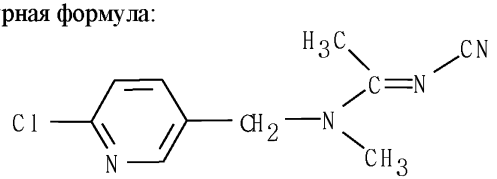
Методические указания МУК 4.1.2985—12

Свидетельство о метрологической аттестации от 10.06.2011 № 01.5.04.009/01.00043/2011.

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств ацетамиприда в плодах и соке яблок в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: ацетамиприд.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: (Е)-N^1-[(6-хлор-3-пиридил)метил]-N^2-циано-N^1-метилацетамидин.

Молекулярная масса: 222,7.

Эмпирическая формула: $C_{10}H_{11}ClN_4$.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления: 98,9 °С.

Давление пара: $< 1 \times 10^{-3}$ мРа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода: K_{ow} log P = 0,80 (25 °С).

Растворимость в воде (мг/дм^3, 25 °С): 4 250.

Растворимость в органических растворителях: растворим в ацетоне, метаноле, этаноле, дихлорметане, хлороформе, ацетонитриле и тетрагидрофуране.

Стабилен в буферных при pH 4, 5, 7. Медленно разлагается при pH 9 и 45 °С. Устойчив к воздействию света.

Слабое основание, pK_a 0,7.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая оральная токсичность LD_{50} 2 148 мг/кг (крысы). При подкожном введении LD_{50} 4 166 мг/кг (кролики). Ингаляционная токсичность LC_{50} более 3,0 мг на 1 дм^3 воздуха (крысы, период наблюдения 4 ч). Практически не раздражает кожу и слизистую глаз у кроликов.

Область применения

Системный инсектицид – агонист никотиновых ацетилхолиновых рецепторов, влияющий на синапсы центральной нервной системы насекомых.

Механизм действия: трансламинарная активность контактного и желудочного действия.

Используется для подавления развития тли *Hemiptera, Thysanoptera* и *Lipidoptera* посредством обработки почвы и листьев растений во фруктовых садах при нормах расхода 100—700 г/га.

В России для ацетамиприда установлены следующие *гигиенические нормативы*: ДСД – 0,01 мг/кг массы человека; ОДК в почве – 0,6 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,02 мг/дм^3; МДУ (мг/кг) – картофель и зерно пшеницы – 0,5, огурцы и томаты – 0,3.

Нормативы для плодов и сока яблок 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

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
Плоды яблок от 0,005 до 0,1 вкл.	8	9	11	22
Сок яблок от 0,005 до 0,1 вкл.	6	8	9	18

Таблица 2

Полнота извлечения ацетамиприда, 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, ±, %
Плоды яблок	0,005	0,005—0,1	89,9	9,63	4,53
Сок яблок	0,005	0,005—0,1	85,8	4,31	2,02

2. Метод измерения

Методика основана на определении ацетамиприда методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции водным ацетоном и очисткой проб перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и на концентрирующем патроне, заполненном силикагелем.

Идентификация ацетамиприда 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, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—01
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 10, 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 $см^3$	ТУ 9452-002-33189998—02
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

Примечание. Допускается использование средств измерения иных производителей с аналогичными характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетамиприд с содержанием основного вещества 100 % (Nippon Soda Co., Ltd.)	
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Ацетон, ОП-2 ОСЧ 9-5	ТУ 2633-039-4449317
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-019-44493179—98 с изм. 1, 2, 3
Натрий гидроокись, хч	ГОСТ 4238—77
Сульфат натрия безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Хлорид натрия, чда	ГОСТ 4233—77
Этилацетат, хч, ОКП 26 3471 5023 09	ГОСТ 22300—76

Примечание. Допускается использование реактивов с аналогичной квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Бидистиллятор	
Ванна ультразвуковая «Сапфир», УЗВ-1,3	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98

Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции (Waters, кат. № WAT 200677).	
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные, вместимостью 100, 250 $см^3$	ГОСТ 8613—75
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Патроны, заполненные силикагелем 60 (Merck) 0,5 г	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы BŰCHI, мод. R 205 (Швейцария)	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

Примечание. Допускается использование другого вспомогательного оборудования иных производителей с аналогичными техническими характеристиками.

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, 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 0.005 %-го раствора ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки. Перемешивают.

7.2.2. Приготовление 2 М раствора хлорида натрия: в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 117 г хлорида натрия. Растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки. Перемешивают.

7.2.3. Приготовление 0,01 М раствора гидроксида натрия: в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 0,4 г гидроксида натрия. Растворяют в 0,5 $дм^3$ бидистиллированной воды и доводят объем до метки. Перемешивают.

7.2.4. Для приготовления подвижной фазы: смешивают ацетонитрил и 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 25 : 75 по объему, используя мерные цилиндры.

7.2.5. Приготовление элюентов для твердофазной экстракции:

Элюент 1: В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 25 $см^3$ гексана и доводят объем до метки этилацетатом. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

Элюент 2: В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ гексана и доводят объем до метки этилацетатом. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$: точную навеску ацетамиприда (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью

100 см^3, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы ацетамиприда с концентрациями 0,05, 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему основного раствора подвижной фазы.

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

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

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

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

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией ацетамиприда 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят 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 месяца, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения ацетамиприда в плодах и соке яблок используют ацетонитрильные растворы ацетамиприда. Растворы с концентрациями 1,0 и 10,0 мкг/см^3 готовят из основного раствора с концентрацией 0,5 мг/см^3 методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.4. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация ацетамиприда 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 ацетамиприда в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = K S, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации ацетамиприда в градуировочном растворе;

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

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

7.5. Подготовка концентрирующих патронов Силикагель 60

Непосредственно перед употреблением через патрон пропускают 2 см^3 элюата 1.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79) или в соответствии с ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки».

Плоды яблок хранят 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).

9. Проведение определения

9.1. Определение ацетамиприда в соке яблок

На воронке Бюхнера фильтруют 20 см^3 сока и доводят объем фильтрата до 100 см^3 водой. Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3 и промывают двумя порциями гексана по 25 см^3. Органический слой отделяют и отбрасывают. К водному остатку прибавляют 50 см^3 2 М раствора хлорида натрия и экстрагируют

ацетамиприд 25 см^3 хлористого метилена, встряхивая воронку в течение 2 мин. Отделяют нижний органический слой и дважды повторяют экстракцию. Объединенный экстракт промывают 20 см^3 0,01 М раствора гидроксида натрия, водный слой отделяют и отбрасывают, а органический пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1,5 см^3 этилацетата, прибавляют 0,5 см^3 гексана и количественно переносят пробу в подготовленный концентрирующий патрон Силикагель 60. Промывают 8 см^3 элюента 1. Промывку отбрасывают. Ацетамиприд элюируют 10 см^3 элюента 2. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф.

9.2. Определение ацетамиприда в плодах яблок

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 20 г измельченных плодов, прибавляют 10 см^3 воды, 40 см^3 ацетона и экстрагируют в течение 10 мин в ультразвуковой ванне. Суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Объем водного остатка доводят водой до 100 см^3 и далее обрабатывают пробу по п. 9.1.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный 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 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 25 : 75. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 245 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

Время удерживания ацетамиприда (3,4 ± 0,1) мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,05—1,0 мкг/см^3.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание ацетамиприда в плодах и соке яблок (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{S_x \text{Ч} K \text{Ч} V \text{Ч} 100}{P \text{Ч} f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика ацетамиприда 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 ацетамиприда, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ацетамиприда 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:

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

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 при вероятности $P = 0{,}95$, 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 ацетамиприда в пробах плодов и сока яблок менее 0,005 мг/кг»[*].

[*] – *0,005 мг/кг – предел обнаружения ацетамиприда в пробах плодов и соке яблок.*

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:

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

$\pm D_{ë,Õ}$ ($\pm D_{ë,Õy}$) – 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:

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

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:

$$\hat{E} = \sqrt{D^2_{ё,Öÿ} + D^2_{ё,Õ}}$$

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):

$$\frac{2 \cdot |\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2| \cdot 100}{(\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2)} \le R, \text{ где} \qquad (3)$$

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

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

14. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург).

gost.e-ecolog.ru