Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств феназахина в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2213—07

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Определение остаточных количеств феназахина в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2213-07

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств феназахина в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 16 с.

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (авторы Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н., Ларькина М.В.)

2. Рекомендованы к утверждению комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 1 от 29.03.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 25 мая 2007 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89.

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко

25 мая 2007 г.
Дата введения: 15 августа 2007 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

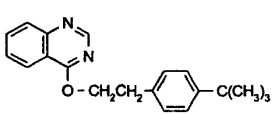
Определение остаточных количеств феназахина в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1. 2213-07

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации феназахина в ягодах винограда и виноградном соке в диапазоне 0,005 - 0,05 мг/кг.

Феназахин - действующее вещество препарата ДЕМИТАН, КС (200 г/л), фирма производитель «Кромптон», Англия

4-[2-(4-трет-бутилфенил)этокси]хиназолин (IUPAC)



$C_{20}H_{22}N_2O$
Мол. масса 306,4

Белое кристаллическое вещество без запаха, либо с легким органическим запахом. Температура плавления 77,5-80^{0}С. Давление паров при 25^{0}С: 3,4*10^{-3} мПа. Растворимость в органических растворителях

при 25^{0}С (г/дм^3): хлороформ – более 500, толуол – 500, ацетон – 400, метанол, изопропанол – 50, ацетонитрил, гексан – 33. Растворимость в воде при 20^{0}С - 0,22 мг/дм^3. Коэффициент распределения н-октанол – вода: K_{OW} logP = 5,51. Стабильность в водных растворах при действии солнечного света (LD_{50}) - 15 дней (pH 7, 25^{0}С).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 134-138 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 5000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс - 1,9 мг/дм^3.

Область применения препарата

Феназахин рекомендуется к применению в качестве акарицида против паутинных и галлообразующих клещей на яблоне, груше и винограде в личных подсобных хозяйствах.

МДУ феназахина в винограде 0,01 мг/кг.

1. Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % P=0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Виноград (ягоды)	от 0,005 до 0,01 вкл.	100	6,3	17	21
	более 0,01 до 0,05	50	6,0	17	20
Виноградный сок	от 0,005 до 0,01 вкл.	100	5,9	16	19
	более 0,01 до 0,05	50	5,8	16	19

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

Таблица 2

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, +, %
Виноград (ягоды)	0,005	0,005 – 0,05	84,2	5,7	7,1
Виноградный сок	0,005	0,005 – 0,05	85,8	5,5	6,8

2. Метод измерения

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из анализируемой пробы ягод винограда и виноградного сока – ацетоном, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами и на колонке с флорисилом.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки. Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы: 0,25 нг.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы, включая манкоцеб.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Waters, США)	Номер в Государственном реестре средств измерений 15311-02
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Феназахин с содержанием действующего вещества 99,3% (Дау Агросайнс, Швейцария)	
Алюминий оксид, активированный, нейтральный, для колоночной хроматографии, 50-200 мкм («Акрос Органикс», Бельгия)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326-76
Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), ч	ГОСТ 22300

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня водяная	
Бумажные фильтры "красная лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77
Воронки делительные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60-70 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	
Груша резиновая	

Колбы плоскодонные вместимостью 100, 150 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Колонка хроматографическая стеклянная длиной 30 см, внутренним диаметром 8-10 мм	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 50	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	
Стаканы химические, вместимостью 100 и 400 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Термометр контактный	ГОСТ 9871
Установка для перегонки растворителей	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Symmetry® C18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50 – 100 $мм^3$	

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостной хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превы-

шать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление раствора хлористого натрия, градуировочных растворов, растворов внесения, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Ацетонитрил

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. н-Гексан

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.3. Этилацетат

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.2. Приготовление 5%-ного раствора хлористого натрия

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 25 г хлористого натрия, растворяют в 300-350 $см^3$ дистиллированной воды, доводя водой до метки, тщательно перемешивают.

7.3. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 900 $см^3$ ацетонитрила, добавляют 100 $см^3$ бидистиллированной воды, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.4. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.3) при скорости подачи растворителя 1 $см^3$/мин не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.5. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.5.1. Исходный раствор феназахина в ацетонитриле для градуировки (концентрация 100 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,01 г феназахина, растворяют в 50-70 $см^3$ ацетонитрила, доводят до метки этим же растворителем, тщательно перемешивают. Раствор хранится в морозильной камере в течение месяца.

Рабочие градуировочные растворы феназахина готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.5.2. Раствор № 1 феназахина для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного раствора феназахина с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.5.1), разбавляют ацетонитрилом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.5.3. Рабочие растворы № 2 -5 для градуировки и внесения (концентрация 0.1 – 1.0 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1.0, 2.0, 5.0 и 10.0 см^3 раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.5.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.3., тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией феназахина 0.1, 0.2, 0.5 и 1.0 мкг/см^3, соответственно. Растворы хранятся в холодильнике в течение 10-ти дней.

Эти растворы используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения феназахина из исследуемых образцов методом «внесено-найдено».

7.6. Установление градуировочных характеристик

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*сек) от концентрации феназахина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2 – 5.

В инжектор хроматографа вводят 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.7. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, помещают в колонку 5 г оксида алюминия (постукивая резиновой грушей о стенки колонки для уплотнения сорбента), пропускают через колонку 15-20 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1,5 см. Колонка готова к работе.

7.8. Проверка хроматографического поведения феназахина на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 для градуировки с концентрацией феназахина 10 мкг/см^3 (п. 7.5.2.), растворитель упаривают досуха. Остаток растворяют в 3 см^3 гексана и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.7. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 см^3, которые также наносят на колонку. Промывают колонку последовательно порциями по 25 см^3 вначале гексаном, затем смесью гексан-этилацетат (9:1, по объему), элюат отбрасывают.

Далее колонку промывают 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (7:3, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 2 см^3 подвижной фазы, подготовленной по п. 7.3, анализируют по п. 9.4.

Фракции, содержащие феназахин, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения феназахина следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТами 25896-83 «Виноград свежий столовый, ТУ», 28472-90 «Виноград свежий ручной уборки для консервирования. Требования при заготовках и поставках», 26313-84 «Продукты переработки плодов и овощей», «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов (№ 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы ягод винограда и виноградного сока хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 10-ти дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре –18^{0}С.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

9.1.1. Виноград

Образец измельченных ягод винограда массой 20 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, вносят 75 см^3 ацетонитрила, гомогенизируют в течение 3-х минут, затем помещают на встряхиватель на 30 мин. Экстракт фильтруют через складчатый бумажный фильтр, сливая способом декантирования в колбу для упаривания вместимостью 250 см^3. Экстракцию пробы повторяют новой порцией ацетонитрила объемом 50 см^3, встряхивая 20 мин. Экстракт также фильтруют в колбу для упаривания, концентрируют на ротационном вакуумном испарителе (при температура 40^{0}С) до водного остатка (около 10 см^3) и подвергают очистке по п. 9.2.

9.1.2. Виноградный сок

К образцу сока массой 20 г в конической колбе (с пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см^3 добавляют 75 см^3 ацетонитрила, интенсивно встряхивают в течение 5 мин, помещают в холодильник (4^{0}С) на 1 час. Экстракт фильтруют через складчатый бумажный фильтр, сливая способом декантирования в колбу для упаривания вместимостью 250 см^3. Экстракцию пробы повторяют новой порцией ацетонитрила объемом 50 см^3, встряхивая 2 мин и выдерживая в холодильнике (4^{0}С) 30 мин. Экстракт также фильтруют в колбу для упаривания, концентрируют на ротационном вакуумном испарителе (при температура 35-40^{0}С) до водного остатка (около 10 см^3) и подвергают очистке по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Водный остаток, полученный по п. 9.1.1. или 9.1.2., переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Колбу ополаскивают 75 см^3 5%-ного раствора хлористого натрия, который также переносят в делительную воронку. Вносят в делительную воронку 30 см^3 гексана, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через безводный сульфат натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 150 см^3. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 гексана. Объединен-

ную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают до объема 3-5 $см^3$ и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия

Остаток в круглодонной колбе, полученный после упаривания (п. 9.2.), наносят на колонку, подготовленную по п. 7.6. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 $см^3$, которые также наносят на колонку. Промывают колонку последовательно порциями по 25 $см^3$ вначале гексаном, затем смесью гексан-этилацетат в соотношении 9:1 (по объему), элюат отбрасывают.

Феназахин элюируют с колонки 30 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (7:3, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35^0С, остаток в колбе растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы, анализируют содержание феназахина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Waters, США)

Хроматографическая колонка стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Symmetry® C18, зернением 5 мкм

Температура колонки: комнатная

Скорость потока элюента: 1 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 263 нм

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Чувствительность: 0,003 ед. абсорбции на шкалу

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода (9:1, по объему)

Ориентировочное время выхода феназахина: 7,8 – 8,0 мин

Линейный диапазон детектирования 2 – 20 нг

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.3, не более чем в 50 раз.

10. Обработка результатов анализа

Содержание феназахина в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C*V}{m}, \text{ где}$$

C - концентрация феназахина, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см^3;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m - масса анализируемого образца, г.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r \qquad (1)$$

где X_1, X_2- результаты параллельных определений, мг/кг;

r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом $r = 2.8\sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$$(\overline{X} \pm \Delta) \text{ мг/кг при вероятности } P = 0.95,$$

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

Δ- граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

где δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание феназахина в пробе менее 0,005 мг/кг»**
** - 0,005 мг/кг - предел обнаружения.*

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 методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,\overline{X}} + \Delta_{л,\overline{X'}},$$

где $\pm\ \Delta_{л,\overline{X}}(\pm\Delta_{л,\overline{X'}})$ – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой), мг/кг, при этом:

$\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$,

где Δ- граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

где δ□- граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном определяемых концентраций, таблица 1), %.

Контрольный параметр процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д,$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ 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 К рассчитывают по формуле

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \leq К, \qquad (2)$$

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 по 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)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R \qquad (3)$$

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

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном определяемых концентраций, таблица 1), %.

14. Разработчики

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н., Ларькина М.В. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора); Иванов Г.Е. (Роспотребнадзор).

gost.e-ecolog.ru