Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тефлутрина в картофеле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2287—07

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21

О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств тефлутрина в картофеле методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания. – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 16 с.

1. Разработаны Всероссийским научно-исследовательским институтом фитопатологии (Л.В. Дубовая, А.М. Макеев).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21 июня 2007 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 24 сентября 2007 г.

4. Введены в действие с 10 декабря 2007 г.

5. 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

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

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Определение остаточных количеств тефлутрина в картофеле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2287-07

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
27 сентября 2007 г.
Дата введения: 10 декабря 2007 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

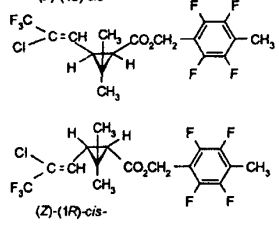
Определение остаточных количеств тефлутрина в картофеле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2287-07

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации тефлутрина в клубнях картофеля в диапазоне 0,01-0,1 мг/кг.

Название вещества по ИСО: Тефлутрин

Название вещества по ИЮПАК: 2,3,5,6-тетрафтор-4-метилбензил(Z)-(1RS,3RS)-3-(2-хлор-3,3,3-трифторпроп-1-енил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат



$C_{17}H_{14}ClF_7O_2$
Мол. масса: 418,7

Бесцветное твердое вещество без запаха. Температура плавления: 44,6°С. Давление паров при 20°С: 8,4 мПа. Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log P = 6,4.

Растворимость (г/дм^3) при 20°С: ацетон, гексан, толуол, дихлорметан, этилацетат – более 500, метанол – 263, вода - 0,00002.

Вещество стабильно при хранении на воздухе и не гидролизуется при pH 5-7 и слабо гидролизуется (9,7%) при pH 9 (экспозиция 30 дней).

В биологически активных почвах в аэробных условиях DT_{50} тефлутрина составляет 24 дня при 20°С и 17 дней при 30°С.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс-22 - 35 мг/кг, для мышей – 46-57 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - 177-316 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс - 50 мг/м^3 воздуха.

Тефлутрин вызывает слабое раздражение глаз и кожи кролика. LC_{50} для рыб 60 – 130 нг/дм^3 (96 час.).

Инсектицид нетоксичен для птиц, дафний, земляных червей, почвенных микроорганизмов и умеренно токсичен для пчел.

Рекомендуемый норматив для тефлутрина в картофеле – 0,02 мг/кг.

Область применения

Тефлутрин – инсектицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов. Он эффективно подавляет развитие комплекса почвенных вредителей (особенно из отрядов жёсткокрылых, двукрылых и чешуекрылых) таких культур, как кукуруза, сахарная свеклы, яровая пшеница, подсолнечник при норме расхода при почвенном внесении 12–150 г/га, при протравливании семян 20-40 г/100 кг семян.

Проходит испытания в России и странах СНГ в качестве инсектицида для применения в посевах кукурузы, подсолнечника, сахарной свеклы, в посадках картофеля и капусты путём предпосевного протравливания семян и клубней или почвенного внесения.

1. Метрологические характеристики метода

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

Таблица 1

Анализируемый объект	Диапазон определя-емых концентраций, мг/дм^3, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %
Картофель	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	8,7	13,5

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

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/дм^3 мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3 мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего,%
Картофель	0,01	0,01 – 0,1	89,0	4,2	±3,9

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД). Контроль тефлутрина в матрице осуществляется по содержанию вещества после экстракции из клубней водным ацетоном, очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с оксидом алюминия.

Идентификация проводится по времени удерживания, а количественное определение - методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора капиллярной колонки и условий программирования температуры.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с ЭЗД (СКБ «Хроматэк», Россия)	Номер Госреестра 14516-95
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, 2-1000-2	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 250, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Тефлутрин, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,3% (Сингента, Швейцария)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603
Вода бидистиллированная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166-76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233-77
Эфир диэтиловый медицинский	ГОСТ 6265

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный (баллон), осч.	ГОСТ 9293
Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США)	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9737
Колба Бунзена	ГОСТ 5614
Колбы плоскодонные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм	ГОСТ 9737
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10699
Оксид алюминия основной (Вельм, Германия) I степени активности для колоночной хроматографии	
Стаканы химические вместимостью 100 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М2 или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)	ТУ 25-1173.102-84
Установка для перегонки растворителей	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-2678-77
Холодильник водяной обратный	ГОСТ 9737
Шприц для ввода образцов в газовый хроматограф вместимостью 10 $мм^3$	ТУ 64-1-2850

Допускается применение 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 электро-

установками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый 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 превышать 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 газовом 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 $(20+5)^0$С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с оксидом алюминия.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка н-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения ее окрашивания в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.2. Очистка диэтилового эфира

Растворитель предварительно встряхивают со свежеприготовленным раствором железного купороса, а затем последовательно промывают 0,5%-ным раствором перманганата калия, 5%-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

7.2. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г оксида алюминия основного в 20 $см^3$ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 15 $см^3$ гексана со скоростью 1-2 капли в сек., после чего она готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения тефлутрина на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 0,5 $см^3$ градуировочного раствора №1 тефлутрина с концентрацией 1 мкг/$см^3$ в гексане (п.7.5.2.), отдувают растворитель током азота, остаток растворяют в 3 $см^3$ гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с оксидом алюминия, подготовленную по п.7.2. Колонку промывают 30 $см^3$ гексана со скоростью 1-2 капли в сек, который отбрасывают. Затем колонку промывают 25 $см^3$ смеси гексан-диэтиловый эфир (80:20, по объему). Фракционно (по 5 $см^3$) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 $см^3$ гексана и анализируют на содержание тефлутрина по п. 9.4.

7.4. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки

Капиллярную кварцевую колонку ZB-1 (типа SE-30) устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 250^{0}С и скорости газа-носителя 2 $см^3$/мин в течение 8-10 часов.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор тефлутрина для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,010 г тефлутрина, растворяют в 40-50 см^3 гексана, доводят гексаном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выше –18^{0}С в течение 3-х месяцев.

7.5.2. Раствор тефлутрина №1 для градуировки (концентрация 1 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора тефлутрина с концентрацией 100 мкг/см^3 (п.7.5.1.), разбавляют гексаном до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5.

При оценке полноты извлечения тефлутрина для внесения в образцы используют ацетоновые растворы с концентрацией 1 мкг/см^3. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора тефлутрина с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.5.1), разбавляют ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре не выше –18^{0}С в течение месяца.

7.5.3. Рабочие растворы №№ 2-5 тефлутрина для градуировки (концентрация 0.005 – 0.05 мкг/см^3)

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0.5, 1.0, 2.5 и 5.0 см^3 градуировочного раствора №1 тефлутрина с концентрацией 1 мкг/см^3 (п. 7.5.2.), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2-5 с концентрацией тефлутрина 0.005, 0.01, 0.025 и 0.05 мкг/см^3, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед употреблением.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*с) от концентрации тефлутрина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора (п. 7.5.3.) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79 г.) и правилами, определенными ГОСТами 51808-2001 «Картофель свежий продовольственный, реализуемый в розничной торговой сети. ТУ», 7176-85 «Картофель свежий продовольственный, заготовляемый и поставляемый. ТУ», 26832-86 «Картофель свежий для переработки на продукты питания. ТУ» и 6014-68 «Картофель свежий для переработки. ТУ».

Пробы клубней картофеля хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 1 дня; для длительного хранения пробы замораживают и хранят при –18^{0}С.

Перед анализом образцы измельчают ножом или с помощью терки.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция тефлутрина

9.1.1. Клубни. Образец измельченного растительного материала массой 20 г помещают в стакан гомогенизатора вместимостью 500 см^3, добавляют 100 см^3 смеси ацетон-вода (80:20, по объему) и гомогенизируют 3 мин. при 10000 об/мин. Гомогенат фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 см^3. Осадок на фильтре промывают 50 см^3 смеси ацетон-вода (80:20, по объему). Экстракт и промывную жидкость, объединенные в мерном цилиндре, перемешивают, измеряют объем раствора, 1/10 его часть (эквивалентную 2 г образца) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракт, полученный по пп. 9.1.1. и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (2-3 см^3) при температуре не выше 25^{0}С, внимательно следя за

процессом и не допуская переброса жидкости при вспенивании. К водному остатку прибавляют 10 см^3 бидистиллированной воды, 10 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. В воронку вносят 15 см^3 гексана, интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. После разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя по 10 см^3 гексана. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха при температуре не выше 25^{0}С и подвергают дополнительной очистке на колонке с оксидом алюминия по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п. 9.2., растворяют в 3 см^3 гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с оксидом алюминия, подготовленную по п. 7.2. Колбу обмывают дважды порциями по 3 см^3 гексана, которые также наносят на колонку. Колонку промывают 25 см^3 гексана со скоростью 1-2 капли в сек., который отбрасывают. Тефлутрин элюируют с колонки 15 мл смеси гексан-диэтиловый эфир (80:20, по объему), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 25^{0}С. Остаток в колбе растворяют в 4 см^3 гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., и анализируют на содержание тефлутрина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф "Кристалл 2000 М" с электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану не выше 8,2х10^{-15} г/см^3

Колонка капиллярная кварцевая ZB-1, длина 20 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина плёнки 0,5 мкм, неподвижная фаза SE-30, фирма Phenomenex (США)

Температура термостата испарителя - 200°С, детектора -300°С, термостата колонки (программа: от 120^{0}С (2 мин.) со скоростью 12^0/мин до 180^{0}С (8 мин.); со скоростью 20^0/мин до 220^{0}С (5 мин.).

Газовый режим: газ-носитель – азот, расход – 3,1 см^3/мин

Деление потока: 1:1,7

Объем вводимой пробы - 1 мм^3

Время удерживания тефлутрина – около 8 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,005 - 0,1 нг

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю площадь хроматографического пика тефлутрина.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,05 мкг/см^3, разбавляют гексаном.

10. Обработка результатов анализа

Содержание тефлутрина рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_0 \times m}, \text{ где}$$

X - содержание тефлутрина в пробе, мг/кг;

H_1 - площадь пика образца, мВ*с;

H_0 - площадь пика стандарта, мВ*с;

A - концентрация стандартного раствора тефлутрина, мкг/см^3;

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

m - масса анализируемой части образца (г) /для клубней - 2 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):

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

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;

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

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

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения»

< 0,01 мг/кг для клубней картофеля.*

** -0,01 мг/кг – предел обнаружения для клубней картофеля.*

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:

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

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 соответственно) мг/кг, при этом:

$\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$,

где Δ- граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

Результат контроля 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

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

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 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)

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

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

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

14. Разработчики

Дубовая Л.В., науч. сотр.; Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

gost.e-ecolog.ru