Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3291—15

Издание официальное

Москва • 2015

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 касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3291—15

ББК 51.23
О62

О62 **Определение** остаточных количеств касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—18 с.

ISBN 978—5—7508—1411—4

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийского НИИ защиты растений» (И.А.Цибульская, Т.Д.Черменская, А.С.Комарова, В.В.Человечкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 мая 2015 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 28 июля 2015 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

© **Роспотребнадзор, 2015**
© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015**

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
28 июля 2015 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

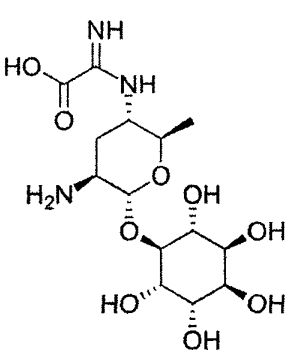
Методические указания
МУК 4.1.3291—15

Свидетельство о метрологической аттестации
№ 01.5.04.194/01.00043/2015

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств касугамицина в диапазоне концентраций в воде 0,001—0,01 мг/дм^3, в почве — 0,05—0,5 мг/кг, в зеленой массе и соломе – 1,0—10,0 мг/кг, в зерне риса 0,1—1,0 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Касугамицин.



[5-амино-2-метил-6-(2,3,4,5,6-пентагидроксициклогексил-окси)тетрагидропиран-3-ил]амино-α-иминоуксусная кислота (IUPAC).

$C_{14}H_{25}N_3O_9$.

Молекулярная масса 379,4.

Химически чистое вещество представляет собой бесцветное кристаллическое вещество.

Температура плавления: 202—204 °С.

Давление пара при 25 °С: $< 1{,}3 \times 10^{-2}$ мПа.

Растворимость (в г/дм^3 при 25 °С): вода – 228; метанол – 0,003; в ацетоне и ксилоле < 0,001.

Стабилен при комнатной температуре. Стабилен в слабых кислотах и нестабилен в сильных кислотах и щелочах. DT_{50} (50 °С) 47 дней (pH 5), 14 дней (pH 9).

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс более 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для кроликов превышает 2 000 мг/кг. Не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика, не обладает мутагенными и тератогенными свойствами, не влияет на репродукцию крыс.

Область применения препарата

Системный фунгицид и бактерицид, получаемый ферментацией *Streptomyces kasugaensis*. Используется для контроля грибных и бактериальных заболеваний на рисе, овощных и плодовых культурах.

Не фитотоксичен для риса, томатов, сахарной свеклы, картофеля и др.

В России для касугамицина гигиенические нормативы не установлены.

1. Погрешность измерений

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

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм³)	Показатель точности*) (границы относительной погрешности), ±δ, % (P = 0,95)	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях) R, %, (P = 0,95)
Вода	0,001— 0,01	23	8	12	22	34
Почва	0,05—0,5	23	8	12	22	34
Зерно	0,1—1,0	22	7	11	20	31
Солома	1,0—10,0	22	7	11	20	31
Зеленая масса	1,0—10,0	22	7	11	20	31

*) соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата k = 2.

Таблица 2

Полнота извлечения, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел количественного определения, мг/кг (мг/дм³)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм³)	Полнота извлечения вещества, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,001	0,001—0,01	77,1	2,16	3,03
Почва	0,05	0,05 —0,5	78,1	1,69	2,37
Зерно	0,1	0,1 —1,0	78,0	2,31	3,24
Солома	1,0	1,0 —10,0	78,1	2,17	3,04
Зеленая масса	1,0	1,0—10,0	77,2	1,84	2,58

2. Метод измерений

Методика основана на определении касугамицина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов подкисленным метанолом, для почвы – раствором щелочи и последующей очистки на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация касугамицина 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 с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 мг	ГОСТ Р 53228—08
Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные на 10, 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$	
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2.Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-54260861—2013
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Касугамицин, аналитический стандарт с содержанием д.в. 90,0 %	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Кислота соляная, хч	ГОСТ 3118—77
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Подвижная фаза: 0,001 %-й раствор соляной кислоты в метаноле	

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом для очень полярных и водорастворимых соединений, работающая в режиме гидрофильной жидкостной хроматографии, (50 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25, 100, 250 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Патроны № 1 для твердофазной экстракции, заполненные октадецильной фазой для полярных аналитов, по 0,5 г	
Патроны № 2 для твердофазной экстракции, заполненные сильным катионообменником, по 0,4 г	ТУ 4215-002--0545-931—94
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 $см^3$	

Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар	
Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в мин)	ТУ4389-007--44330709—2011

Примечание. Допускается применение 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—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

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—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004—90.

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 аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Подготовка патронов для очистки экстрактов

Патрон № 1 или № 2 для твердофазной экстракции промывают последовательно 3 $см^3$ метанола и 3 $см^3$ воды, после чего они готовы к работе.

7.3. Приготовление растворов

7.3.1. ***0,005 М раствор ортофосфорной кислоты:*** (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3.2. Для приготовления 0,005 М гидроксида натрия в мерную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают 0,2 г натрия гидроокиси и доводят объем бидистиллированной водой до метки.

7.3.3. Для приготовления 0,01 %-го раствора соляной кислоты в метаноле в мерную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают 0,1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят объем метанолом до метки.

7.3.4. Для приготовления 0,001 %-го раствора соляной кислоты в метаноле в мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ 0,01 %-го раствора соляной кислоты в метаноле и доводят объем метанолом до метки.

7.3.5. Для приготовления 1N соляной кислоты в мерную колбу объемом 10 см^3 помещают 1,7 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем водой до метки.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

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

Градуировочные растворы с концентрациями касугамицина 0,2; 0,4; 0,8; 1,5; 2,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя в виде растворителя подвижную фазу.

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

7.4.3. Раствор № 2 с концентрацией 1,5 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,15 см^3 основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.4. Раствор № 3 с концентрацией 0,8 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 4 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.4.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 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 месяца, градуировочные растворы — в течение суток.

При изучении полноты определения касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса используют растворы вещества в подвижной фазе, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему растворителем.

7.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика - концентрация касугамицина 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 касугамицина в градуировочном растворе.

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

$$C = K \cdot S, \text{ где}$$

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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации касугамицина в градуировочном растворе,

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации касугамицина в градуировочном растворе,

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

7.6. Проверка хроматографического поведения касугамицина на патроне № 1

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора касугамицина с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 воды и переносят на подготовленный патрон № 1 (п. 7.2.). Колбу обмывают 1 см^3 воды и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 см^3 воды. Элюаты от нанесения и промывки собирают фракциями по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют по п. 9.6.

Фракции, содержащие касугамицин, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

7.7. Проверка хроматографического поведения касугамицина на патроне № 2

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора касугамицина с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 5 см^3 воды и переносят на подготовленный патрон № 2 (п. 7.2.). Промывают патрон 5 см^3 воды, элюат отбрасывают. Затем элюируют касугамицин 6 см^3 1N соляной кислоты со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют по п. 9.6.

Фракции, содержащие касугамицин, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения касугамицина следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

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), а также в соответствии с ГОСТ Р 31861—12 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб»; ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб» и ГОСТ 6293—90 «Рис. Требования при заготовке и поставке». Пробы зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Перед анализом пробы зерна доводят до стандартной влажности и измельчают.

Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света.

Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. Проведение определения

9.1. Определение касугамицина в воде

Пробу воды (200 $см^3$) количественно переносят на подготовленный патрон № 1 (п. 7.2). Промывают патрон 5 $см^3$ воды. Элюаты собирают в круглодонную колбу емкостью 250 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ подвижной фазы и анализируют на содержание касугамицина по п. 9.6.

9.2. Определение касугамицина в почве

10 г почвы помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 30 $см^3$ 0,005 М раствора натрия гидроксида. Пробирку плотно закрывают, встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 10 мин, центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Аликвоту экстракта – 12 $см^3$ далее очищают по п. 9.4.

9.3. Определение касугамицина в зеленой массе, соломе и зерне риса

Навеску измельченной пробы (10 г – зерно; 2 г – зеленая масса, солома) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 40 $см^3$ 0,01 % соляной кислоты в метаноле. Пробирку плотно закрывают, встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 10 мин, центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Аликвоту (8 $см^3$ – зерно; 4 $см^3$ – зеленая масса, солома) помещают в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 9.5.

9.4. Очистка на патроне № 2

Аликвоту экстракта почвы, полученную по п. 9.2, количественно переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 5 $см^3$ воды. Касугамицин элюируют 3 $см^3$ 1N соляной кислоты. Элюат количественно переносят в круглодонную колбу

емкостью 25 см^3 и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют на содержание касугамицина по п. 9.6.

9.5. Очистка на патроне № 1

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.3), количественно переносят двумя порциями воды по 1 см^3 на подготовленный патрон № 1 (п. 7.2). Промывают патрон 5 см^3 воды. Элюаты объединяют, количественно переносят в круглодонную колбу емкостью 25 см^3 и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют на содержание касугамицина по п. 9.6.

9.6. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом для очень полярных и водорастворимых соединений, работающая в режиме гидрофильной жидкостной хроматографии, (50 × 2,1) мм, 1,7 мкм.

Температура колонки (30 ± 1) °С.

Подвижная фаза: смесь ацетонитрила (А) и 0,005 М ортофосфорной кислоты (В) в градиентном режиме: от 100 % к 40 % компонента А за 5 мин.

Скорость потока элюента 0,2 см^3/мин.

Рабочая длина волны УФ-детектора 220 нм.

Объем вводимой пробы 10 мм^3.

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

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание касугамицина в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P}, \text{ где}$$

S_x — площадь пика касугамицина на хроматограмме испытуемого образца, (AU);
K — градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;
V — объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;
P — навеска (г) или объем (см³) анализируемой части образца (для воды 200 см³, для почвы 4 г, для зерна 2 г, для соломы и зеленой массы 0,2 г).

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор касугамицина с концентрацией 10,0 мкг/см³, 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):

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

X_1, X_2 — результаты параллельных определений, мг/кг;
r — значение предела повторяемости, ($r = 2{,}8\sigma_r$).

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;
Δ — граница абсолютной погрешности, мг/кг.

$$\Delta = \frac{\delta \times X}{100}, \text{ где}$$

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 0,1 мг/кг, где * — 0,1 мг/кг — предел обнаружения касугамицина в зерне).*

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:

$$\Delta_л = \pm 0{,}84 \cdot \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \times X}{100}, \text{ где}$$

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:

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

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):

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

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

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

Определение остаточных количеств касугамицина в воде, почве, зеленой массе, соломе и зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3291—15

Редактор Н. В. Кожока
Компьютерная верстка А. А. Григорьева

Подписано в печать 16.12.2015

Формат 60×88/16 Печ. л. 1,25
Тираж 125 экз. Заказ 85

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
отделением издательского обеспечения
отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru