Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, плодах томатов и томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3133—13

Издание официальное

Москва • 2014

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 циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, плодах томатов и томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3133—13

ББК 51.21+51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, плодах томатов и томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1312—4

1. Разработаны сотрудниками «ГНУ Всероссийский НИИ защиты растений Россельхозакадемии» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская, А. С. Комарова); ГБОУ ДПО «Российская медицинская академия последипломного образования» Минздрава России (М. С. Орлов).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г. № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 12 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

ISBN 978—5—7508—1312—4

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ
Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации
А. Ю. Попова
12 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, плодах томатов и томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3133—13

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.133/01.00043/2013.

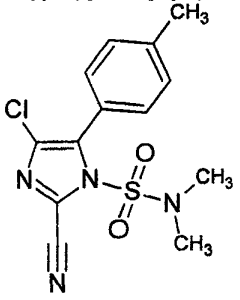
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации циазофамида в воде в диапазоне концентраций 0,001—0,01 мг/дм^3, в почве, клубнях картофеля, томатах и томатном соке – в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, в ботве картофеля – в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: циазофамид.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 4-хлор-2-циано-N,N-диметил-5-р-толилимидазол-1-сульфонамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{13}ClN_4O_2S$.

Молекулярная масса: 324,78.

Химически чистое вещество представляет собой кристаллический порошок белого цвета без запаха.

Температура плавления: 153 °С.

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} lgP =3,2 (20 °С).

Растворимость в воде (мг/дм^3, 20 °С): 0,114.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): ацетон – 41,9; толуол – 5,3; гексан – 0,03; октанол – 0,25.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная – $ЛД_{50}$ > 5 000 мг/кг массы тела. Острая токсичность: рыбы $СК_{50}$ = = 0,56 мг/л, дафнии $ЭК_{50}$ = 0,19 мг/л.

Область применения. Системный фунгицид, класса цианоимидазола, применяется против фитофтороза и других заболеваний, вызываемых грибами рода Оомицетов на картофеле, томатах, огурцах; обладает высокой эффективностью против фениламидустойчивых грибов.

В России для циазофамида 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

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, %
Вода	0,001—0,01	8	9	11	22
Почва	0,01—0,1	9	11	12	24
Ботва картофеля	0,05—0,5	9	11	12	24
Клубни картофеля	0,01—0,1	7	9	12	23
Томаты	0,01—0,1	9	11	12	24
Томатный сок	0,01—0,1	7	9	12	23
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг (мг/дм^3)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,001	0,001—0,01	88,8	3,17	1,59
Почва	0,01	0,01—0,1	92,4	4,18	2,09
Ботва картофеля	0,05	0,05—0,5	82,6	4,30	2,15
Клубни картофеля	0,01	0,01—0,1	82,0	2,39	1,19
Томаты	0,01	0,01—0,1	89,4	4,09	2,05
Томатный сок	0,01	0,01—0,1	87,4	1,77	0,89

2. Метод измерений

Методика основана на определении циазофамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора (УФ) после его извлечения из образцов

ацетонитрилом и последующей очистке на патроне для твердофазной экстракции (ТФЭ).

Идентификация циазофамида 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 УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—01
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и допустимой погрешностью 0,1 г	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 10, 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 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, хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Магний серно-кислый семиводный, хч	ГОСТ 4523—77
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Смесь № 1: гексан–этилацетат в соотношении 9 : 1 по объему	
Смесь № 2: гексан–этилацетат в соотношении 2 : 1 по объему	

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50	
Циазофамид, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 98,2 %	
Этилацетат, хч	ГОСТ 1138—84

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка для неионогенных среднеполярных соединений (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Воронки лабораторные конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25, 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Патроны для ТФЭ с гидрофильным слабокислотным сорбентом с постоянной активностью	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 $см^3$	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум 10 мбар	
Стаканы химические вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные быстрой фильтрации	ТУ 6.091678—86
Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин	

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 долж-

но превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 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 колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патроны для ТФЭ с гидрофильным слабокислотным сорбентом с постоянной активностью промывают 2 $см^3$ смеси № 2, затем 3 $см^3$ смеси № 1.

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 подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см^3: точную навеску циазофамида (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.4.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы с концентрациями циазофамида 0,05, 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50).

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

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

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

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

7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 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 1 месяца, градуировочные растворы — в течение 2 дней.

При изучении полноты определения циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, томатах и томатном соке используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.5. Построение градуировочного графика

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

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) 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 циазофамида в градуировочном растворе;

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

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

7.6. Проверка хроматографического поведения циазофамида на патроне для ТФЭ

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора циазофамида с концентрацией 1 мкг/см^3. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 смеси № 1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см^3 смеси № 1 и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 3 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют циазофамид смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 подвижной фазы (ацетонитрил–0,005М ортофосфорная кислота в соотношении 50 : 50) и анализируют по п. 9.4.

Фракции, содержащие циазофамид, объединяют и вновь анализируют.

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

Примечание. Проверку хроматографического поведения циазофамида на патронах 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, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб». Отбор проб картофеля производится в соответствии с ГОСТ 7194—81 «Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества»; томатов – по ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие».

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. Пробы овощей хранят до анализа в герметичной упаковке в морозильной камере при –18 °С. Перед анализом пробы измельчают, не размораживая.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция циазофамида из воды

Пробу воды 100 см^3 помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 30 см^3 гексана и интенсивно встряхивают 2—3 мин. После полного разделения фаз, верхний органический слой собирают, к водному добавляют 30 см^3 гексана и экстракцию повторяют. Объединенные органические фракции пропускают через воронку, содержащую безводный сульфат натрия и собирают в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.2. Экстракция циазофамида из почвы, томатов, томатного сока, ботвы и клубней картофеля

Навеску измельченной культуры 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, последовательно добавляют 5 см^3 воды (только для почвы), 10 см^3 ацетонитрила, 8 г семиводного магния серно-кислого и 1 г хлористого натрия. Пробирку плотно закрывают и помещают в аппарат для встряхивания на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают аликвоту 5 см^3, переносят в

круглодонную колбу вместимостью 25 см^3. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке по п. 9.3.

9.3. Очистка на патроне для ТФЭ

Сухой остаток, полученный по п. 9.2, растворяют в 1 см^3 смеси № 1, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см^3 смеси № 1 и также наносят на патрон. Патрон промывают 3 см^3 смеси № 1, элюат отбрасывают. Циазофамид элюируют 4 см^3 смеси № 2, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в подвижной фазе (1 см^3 – почва, томаты, томатный сок, клубни картофеля; 5 см^3 – ботва картофеля) и 10 мм^3 вводят в хроматограф.

9.4. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка для неионогенных среднеполярных соединений (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50. Скорость потока элюента: 0,2 см^3/мин. Рабочая длина волны ультрафиолетового детектора 280 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

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

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор циазофамида 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:

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

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:

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

$\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

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

«содержание вещества в пробе менее нижней границы определения» (например: менее 0,01 мг/кг, где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения циазофамида в томатах).*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002

«Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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 предел 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 циазофамида в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, плодах томатов и томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3133—13

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 25.09.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 200 экз. Заказ 61

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 8(495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru