**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

**Сборник методических указаний**
**МУК 4.1.3182—4.1.3189—14**

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 пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

**Сборник методических указаний**
**МУК 4.1.3182—4.1.3189—14**

ББК 51.23+51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—112 с.

ISBN 978—5—7508—1313—1

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26.06.2014 № 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 24 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23+51.21**

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

Подписано в печать 02.04.15

Формат 60x84/16 Усл. печ. л. 6,51

Тираж 150 экз. Заказ 29

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

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

## Содержание

Определение остаточных количеств бромоксинила в масле кукурузном методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3182—14 ..... 4

Определение остаточных количеств квинмерака в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3183—14 ..... 16

Определение остаточных количеств сульфосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3184—14 ..... 30

Определение остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3185—14 ..... 44

Определение остаточных количеств диметоморфа в салате методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3186—14 ..... 57

Определение остаточных количеств эпоксиконазола в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3187—14 ..... 70

Определение остаточных количеств ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3188—14 ..... 84

Определение остаточных количеств тиофанат-метила и карбендазима в зеленой массе, соломе и зерне хлебных злаков, ботве и корнеплодах сахарной свеклы, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3189—14 ..... 97

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
24 июля 2014 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.3185—14

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.175/01.00043/2014.

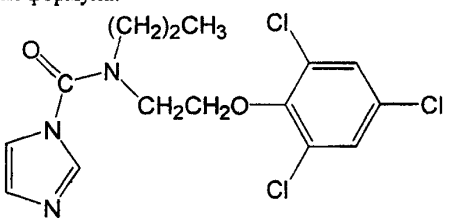
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах подсолнечника и рапса в диапазоне концентраций 0,025—0,250 мг/кг; в масле подсолнечника и рапса 0,05—0,50 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: прохлораз.

Название действующего вещества по ИЮПАК: N-пропил-N-[2-(2,4,6-трихлорфенокси)этил]-имидазол-1-карбоксамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$.

Молекулярная масса: 376,7.

Химически чистое вещество, бесцветный кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 46,5—49,3 °С.

Давление пара при 20°С: $9 \times 10^{-2}$ мПа, $K_{ow}$logP = 4,12.

Растворимость: в воде (25 °С) – 34,4 мг/л; ксилоле – 2,5; ацетоне – 3,5; гексане – $7,5 \times 10^{-3}$ кг/л (25 °С). Легко растворим в хлороформе, диэтиловом эфире, толуоле. Гидролитически стабилен в диапазоне pH от 5,0 до 7,22 при 22 °С (период наблюдения 30 дней). Разлагается под действием света в присутствии сильных кислот и оснований, а также при длительном нагревании при температуре 200 °С. Слабое основание ($pK_a$ 3,8).

*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая оральная токсичность $ЛД_{50}$ для крыс 1 600—2 400 мг/кг, для мышей – 2 400 мг/кг. Дермальная токсичность $ЛД_{50}$ превышает 2 100 мг/кг для крыс и 3 000 мг/кг – для кроликов. Ингаляционная токсичность $LC_{50}$ для крыс превышает 2,16 мг/м$^3$ воздуха (период наблюдения 4 ч). Не оказывает раздражающего действия на кожу.

*Область применения препарата.* Фунгицид защитного и уничтожающего действия. Эффективен против возбудителей болезней *Pseudocercosprella, Pyrenophora, Rhynchosporium, Septoria, Alternaria, Botrytis* и др. в посевах зерновых, овощных, технических и плодовых культур при нормах расхода 400—600 г д.в./га.

## 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 | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{R_л}$, % | Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$, % | Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Семена подсолнечника | 0,025—0,25 | 9 | 11 | 12 | 24 |
| Семена рапса | 0,025—0,25 | 9 | 11 | 12 | 24 |
| Зеленая масса | 0,025—0,25 | 9 | 11 | 12 | 24 |
| Масло подсолнечника | 0,05—0,50 | 8 | 9 | 13 | 25 |
| Масло рапса | 0,05—0,50 | 8 | 9 | 13 | 25 |
| * Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$ | | | | | |

Таблица 2

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

| Анализируемый объект | Предел обнаружения, мг/кг | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Среднее значение определения, % | Стандартное отклонение, S, % | Доверительный интервал среднего результата, ± % |
|---|---|---|---|---|---|
| Семена подсолнечника | 0,025 | 0,025—0,25 | 85,6 | 4,8 | 4,4 |
| Семена рапса | 0,025 | 0,025—0,25 | 77,4 | 5,7 | 5,2 |
| Зеленая масса рапса | 0,025 | 0,025—0,25 | 94,75 | 4,5 | 4,1 |
| Масло подсолнечника | 0,05 | 0,05—0,5 | 84,5 | 4,9 | 4,45 |
| Масло рапса | 0,05 | 0,05—0,5 | 80,5 | 4,3 | 3,9 |

## 2. Метод измерений

Методика основана на определении прохлораза методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов смесью гексан–ацетон, очистки перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и последующей очистки твердофазной экстракцией на патронах.

Идентификация прохлораза 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 | Номер в Госреестре средств измерений 42816-09 |
| 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 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$ | ГОСТ 23932—90 |
| Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$ | |
| Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$ | ГОСТ 22292—74 |
| Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 $см^3$ | ГОСТ 1774—74 |

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

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Ацетон, осч | ТУ 6-09-3513—86 |
| Ацетонитрил для ВЭЖХ | ТУ 2634-002-04715285—12 |
| Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная) | ГОСТ Р 52501—05 |
| н-Гексан, хч, свежеперегнанный | ТУ 2631-003-05807999—98 |

| | |
|---|---|
| Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор | ГОСТ 6552—80 |
| Метанол, хч | ГОСТ 6995—77 |
| Натрий серно-кислый безводный, хч | ГОСТ 4166—76 |
| Натрий хлористый, чда | ГОСТ 4233—77 |
| Прохлораз, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,0 % | |
| Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 | |
| Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 мм), 0,5 г | |
| Элюент 1: гексан–ацетон 80 : 20 (по объему) | |
| Элюент 2: гексан–ацетон 70 : 30 (по объему) | |

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

### *3.3. Вспомогательные устройства и материалы*

| | |
|---|---|
| Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100,0 × 2,1) мм, 1,7 мкм | |
| Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами) | |
| Ванна ультразвуковая | ТУ 3.836.008 |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 0147 |
| Воронки делительные вместимостью 250 $см^3$ | ГОСТ 25336—82 |
| Воронки химические конусные | ГОСТ 25336—82 |
| Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 100 $см^3$ | ГОСТ 9737—93 |
| Колбы плоскодонные на шлифе вместимостью 100, 250 $см^3$ | ГОСТ 25336—82 |
| Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая | ТУ 1-01-0593—79 |
| Насос водоструйный | ГОСТ 10696—75 |
| Патроны для твердофазной экстракции, заполненные силикагелем 60, 0,4 г | |
| РН-метр универсальный | ГОСТ 22261—76 |
| Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 $см^3$ | |

| | |
|---|---|
| Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар | |
| Фильтры бумажные быстрой фильтрации | ТУ 6.091678—86 |
| Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин | |
| Шприц медицинский с разъемом Льюера | ГОСТ 22090 |

**Примечание.** Допускается применение оборудования и материалов 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 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. Подготовка приборов и средств измерения*

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

### *7.3. Подготовка концентрирующих патронов для очистки экстракта*

Кондиционирование патронов, заполненных силикагелем 60 (0,5 г), осуществляют пропусканием 2,5 $см^3$ гексана.

### *7.4. Приготовление растворов*

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

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

### *7.5. Приготовление основного и градуировочных растворов*

7.5.1. *Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$.* Точную навеску прохлораза (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

7.5.2. *Приготовление градуировочных растворов.*

Градуировочные растворы с концентрациями прохлораза 0,25; 0,5; 1,25 и 2,5 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

*7.5.2.1. Раствор № 1 с концентрацией 2,5 мкг/$см^3$.* В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,5 $см^3$ основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

*7.5.2.2. Раствор № 2 с концентрацией 1,25 мкг/см$^3$.* В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ вносят 5,0 см$^3$ раствора № 1 и доводят до метки подвижной фазой.

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

*7.5.2.4. Раствор № 4 с концентрацией 0,25 мкг/см$^3$.* В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 1,0 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике в силанизированном или тефлоновом флаконе при температуре 0—4 °С в течение месяца, градуировочные растворы используют в течение рабочего дня.

При изучении полноты извлечения прохлораза используют ацетонитрильные растворы вещества.

### *7.6. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация прохлораза 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 прохлораза в градуировочном растворе.

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

$$C = KS, \text{ где}$$

$S$ – 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 прохлораза в градуировочном растворе;

$C_K$ – результат контрольного измерения массовой концентрации прохлораза в градуировочном растворе;

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

## 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» (от 21.08.79 № 2051—79), а также отбор проб семян подсолнечника и рапса для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 0852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 6 месяцев.

## 9. Проведение определения

### *9.1. Определение прохлораза в зеленой массе, семенах подсолнечника и рапса*

В коническую колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают (i0 ± 0,i) г измельченных семян подсолнечника (рапса) или зеленой массы, прибавляют 30 см$^3$ смеси гексан–ацетон в соотношении 70 : 30 и экстрагируют в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр быстрой фильтрации. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку и отделяют нижний слой. Органический слой упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до полного удаления растворителя. Остаток растворяют в 10 см$^3$ гексана и вносят в предварительно кондиционированный по п. 7.3 патрон. Патрон последовательно промывают 10 см$^3$ гексана и 2,5 см$^3$ элюента 1. Фильт-

рат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 6 см$^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 2 см$^3$ гексана и вносят в такой же предварительно кондиционированный патрон. Промывают 5 см$^3$ элюента 1. Фильтрат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 5 см$^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 1 см$^3$ подвижной фазы и 10 мм$^3$ образца вводят в жидкостный хроматограф.

### *9.2. Определение прохлораза в масле подсолнечника и рапса*

Масло в количестве (5 ± 0,05) г растворяют в 25 см$^3$ гексана и пропускают через патрон, кондиционированный по п. 7.3. Промывают последовательно 25 см$^3$ гексана и 2,5 см$^3$ элюента 1. Фильтрат и промывку отбрасывают. Прохлораз элюируют 6 см$^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Остаток растворяют в 2 см$^3$ гексана и вносят в аналогичный, кондиционированный по п. 7.3 патрон. Фильтрат отбрасывают, а прохлораз элюируют 10 см$^3$ элюата 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Сухой остаток растворяют в 1 см$^3$ подвижной фазы и 10 мм$^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

### *9.3. Условия хроматографирования*

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (100 × 2,1) 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: 0,15 см$^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора: 230 нм. Объем вводимой пробы: 10 мм$^3$. Абсолютное время удерживания прохлораза составляет (3,5 ± 0,1) мин.

## 10. Обработка результатов анализа

Содержание прохлораза в образцах зеленой массы, семенах и масле подсолнечника и рапса ($X$, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P}, \text{ где}$$

$S_1$ – площадь пика прохлораза в стандартном растворе (мВ · с);

$S_2$ – площадь пика прохлораза в анализируемой пробе (мВ · с);

$V$ – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см$^3$;

$P$ – навеска анализируемого образца, г;

$C$ – концентрация стандартного раствора прохлораза, мкг/см$^3$.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор прохлораза 1 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:

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

$X$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

$\Delta$ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

$\delta$ – 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 0,025 мг/кг*, где * – 0,025 мг/кг – предел обнаружения прохлораза в семенах подсолнечника).

## 13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

3.2. 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:

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

$\Delta$ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

$\delta$ – 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. 4) 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 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 ($R$):

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

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

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

Разработаны сотрудниками «Всероссийского НИИ защиты растений», С.-Петербург (Долженко В. И., Цибульская И. А., Комарова А. С.).

gost.e-ecolog.ru