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 бромоксинила в масле кукурузном методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3182—14

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.162/01.00043/2014.

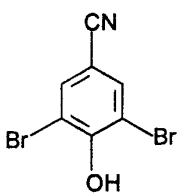
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения в кукурузном масле массовой концентрации бромоксинила в диапазоне концентраций 0,01—0,08 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: бромоксинил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 3,5-дибромо-4-гидроксибензонитрил.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_7H_3Br_2NO$.

Молекулярная масса: 276,9.

Химически чистый препарат – белое кристаллическое вещество.

Температура плавления: 194—195 °С.

Растворимость при 20 °С, г/л: в воде – 0,13, этаноле – 70, метаноле – 90, ацетоне – 140, циклогексаноне – 170, ксилоле – 700.

Краткая токсикологическая характеристика. $ЛД_{50}$ (мг/кг) для крыс – 190, для кроликов – 260. $СК_{50}$ (мг/л): для радужной форели – 0,05 (24 ч), $ЛД_{50}$ для пчёл > 14 мг/особь.

Область применения. Гербицид для борьбы с однолетними двудольными сорными растениями.

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 0,95 % не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta$, %
Масло кукурузное от 0,01 до 0,08 вкл.	9	11	12	24

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

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$, $P = 0,95$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Полнота определения бромоксинила в масле кукурузном

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, *S*, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Масло	0,01	0,01—0,08	84,1	5,7	6,3

2. Метод измерений

Метод основан на извлечении остаточных количеств бромоксинила из анализируемого объекта органическими растворителями, проведении очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и ацетилировании бромоксинила уксусным ангидридом. Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки с применением капиллярной газожидкостной хроматографии и использованием детектора электронного захвата.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с детектором электронного захвата и хроматографической кварцевой капиллярной колонкой длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой средней полярности, толщина плёнки 0,4 мкм	
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 со шлифом объёмом 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микрошприц МШ-10	ТУ 2-833-106
Пипетки градуированные объёмом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные со шлифом объёмом 25,0 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Стаканы химические объёмом 100, 200 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Цилиндры мерные объёмом 25 и 250 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт бромоксинила	
Ангидрид уксусный, хч	ГОСТ 5815—77
Азот газообразный, вч	ТУ 301-07-25—89
Ацетон, осч	ТУ 2633-004-11291058—94
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода для лабораторного анализа (бидистиллят, деионизованный)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Калия гидроокись, чда	ГОСТ 24363—80
Натрий серно-кислый безводный (сульфат), чда	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Серная кислота, осч	ГОСТ 14262—78

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Баня водяная	ТУ 46-22-603
Воронки делительные объёмом 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Индикаторная бумага универсальная	ТУ 6-09-1181—76
Колбы-концентраторы объёмом 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные объёмом 100 и 300 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Стаканы химические объёмом 100, 200 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении	
Установка для упаривания растворителей в токе азота	
Фильтры бумажные, разной степени плотности	ТУ 2642-001-42624157—98
Электроплитка	ГОСТ 14919—83

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1007—76).

При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—09 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно 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.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 мПа (150 кгс/см^2) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздуховодов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нём понижающий редуктор.

5. Отбор и хранение проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051—79 от 21.08.1979, а также в соответствии с ГОСТ 8808—91 «Масло кукурузное. Технические условия».

Для исследовательских целей допускается получение масла в лаборатории из проб измельчённого зерна методом экстракции органическим растворителем при температуре не выше 40 °С. Пробы масла хранят при 4—6 °С в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре не более 30 суток.

6. Подготовка к определению

6.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя концентрируют в ротационном вакуумном испарителе при температуре

40 °С до объема 1,0 см^3 и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

6.2. Кондиционирование колонки

Капиллярную хроматографическую колонку устанавливают в газовый хроматограф и перед анализом кондиционируют при температуре 260 °С до установления нулевой линии.

6.3. Приготовление градуировочных растворов

Основной раствор бромоксинила с содержанием 100 мкг/см^3 готовят растворением в ацетоне 0,01 г аналитического стандарта бромоксинила в мерной колбе объёмом 100 см^3. Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С не более трёх месяцев.

Рабочие градуировочные растворы с концентрациями 0,8; 0,4; 0,2 и 0,1 мкг/см^3 готовят из основного стандартного раствора бромоксинила последовательным разбавлением ацетоном. Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С не более месяца. В модельных опытах при изучении полноты извлечения бромоксинила используют ацетоновые растворы стандартного вещества.

Для приготовления градуировочных растворов в мерные пробирки со шлифом объёмом 25,0 см^3 вносят по 1,0 см^3 рабочих растворов бромоксинила с концентрациями 0,1; 0,2; 0,4 и 0,8 мкг/см^3. Растворитель в пробирках упаривают в токе азота досуха и проводят ацетилирование бромоксинила по п. 6.4.

6.4. Ацетилирование бромоксинила

В пробирку с сухим остатком добавляют 3,0 см^3 0,5 %-го водного раствора гидроокиси калия и 0,1 см^3 уксусного ангидрида. Пробирку закрывают пробкой и выдерживают 15 мин при температуре 70 °С. После этого содержимое пробирки охлаждают до комнатной температуры, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды, 2,0 см^3 н-гексана, закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин. После 5-минутного отстаивания хроматографируют 1,0 мм^3 гексанового раствора (верхний слой).

6.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 1 мм^3 приготовленных по пп. 6.3 и 6.4 гексановых растворов, содержащих бромоксинил (в виде производного) в концентрациях 0,1; 0,2; 0,4 и 0,8 мкг/см^3. Осуществляют не менее трёх параллельных измерений и находят среднее значение высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят градуировочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика (мм^2) от концентрации бромоксинила в градуировочном растворе (мкг/см^3). Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, изменении условий хроматографирования, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации бромоксинила в градуировочном растворе;

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

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

6.6. Подготовка приборов и средств измерения

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

7. Проведение определения

7.1. Определение бромоксинила в кукурузном масле

Аналитическую пробу масла массой (10,0 ± 0,1) г растворяют в 50 см^3 н-гексана (насыщенного ацетонитрилом) в плоскодонной колбе объёмом 100 см^3 и после этого гексановый раствор масла переносят в делительную воронку объёмом 250 см^3. Колбу промывают 50 см^3 ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и переносят его в воронку. Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин. После 5-минутного от-

стаивания нижний ацетонитрильный слой сливают в колбу-концентратор объёмом 250 см^3. Плоскодонную колбу промывают 25 см^3 ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и также переносят в делительную воронку (250 см^3). Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин, отстаивают 5 мин и нижний ацетонитрильный слой объединяют в колбе-концентраторе с предыдущим. Верхний гексановый слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединённым ацетонитрильным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель досуха при температуре 50 °С. Сухой остаток растворяют в 20 см^3 ацетона. К раствору добавляют 200 см^3 дистиллированной воды, 5,0 мл 10 %-го водного раствора гидроокиси калия и содержимое колбы перемешивают встряхиванием. Колбу-концентратор помещают в холодильник и выдерживают при температуре 4—6 °С в течение 4—5 ч. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр высокой степени плотности в делительную воронку объёмом 500 см^3. В воронку добавляют 50 см^3 насыщенного водного раствора хлористого натрия и, после перемешивания, 75 см^3 н-гексана. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2 мин. После 15-минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в химический стакан объёмом 500 см^3, а верхний гексановый слой сливают и отбрасывают. Ацетоно-водный раствор пробы, находящийся в химическом стакане, переносят в чистую делительную воронку объёмом 500 см^3. Процедуру очистки экстракта повторяют с использованием 50 см^3 н-гексана. Далее в делительную воронку с ацетоно-водным раствором пробы добавляют 75 см^3 дихлорметана. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2 мин. После 5-минутного отстаивания нижний дихлорметановый слой сливают и отбрасывают. Процедуру очистки экстракта повторяют с использованием 50 см^3 дихлорметана.

Ацетоно-водный раствор пробы, находящийся в делительной воронке, подкисляют концентрированной серной кислотой до pH 2,0. В воронку добавляют 75 см^3 дихлорметана и встряхивают в течение 2 мин. После полного разделения слоёв нижний дихлорметановый слой фильтруют через фильтр средней плотности со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0—1,5 см) в колбу-концентратор объёмом 250 см^3. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 см^3 дихлорметана.

Колбу-концентратор с объединённым дихлорметановым экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и концентрируют экстракт при температуре 40 °С до объёма 3,0—5,0 см^3. Остаток экстракта количественно переносят в мерную пробирку со шлифом объёмом 25,0 см^3 и упаривают растворитель в токе азота досуха при температуре 40 °С. Ацетилирование бромоксинила проводят по п. 6.4, а газохроматографический анализ по п. 7.2.

7.2. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с детектором электронного захвата и хроматографической кварцевой капиллярной колонкой длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм, неподвижной фазой средней полярности, толщина плёнки 0,4 мкм.

Температуру колонки программируют от 60 °С (1 мин) до 260 °С (25 мин) со скоростью 10,0 °С/мин. Температура испарителя 250 °С, детектора 300 °С. Расход газов: газа-носителя (азот высокой чистоты) 2,0 см^3/мин, дополнительного газа (азот высокой чистоты) к детектору 40 см^3/мин. Пробы вводят в инжектор хроматографа в режиме разделения потока газа-носителя 1 : 10. Количество аликвоты, вводимое в хроматограф, – 1 мкл.

7.3. Обработка результатов анализа

Количественное определение бромоксинила проводят методом абсолютной калибровки и вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_2 \cdot C \cdot V}{H_1 \cdot P}, \text{ где}$$

X – содержание бромоксинила в пробе, мг/кг;

H_2 – площадь пика анализируемого вещества, мм^2 (усл. ед.);

H_1 – площадь пика стандартного вещества, мм^2 (усл. ед.);

C – концентрация стандартного раствора бромоксинила, мкг/см^3;

V – объём экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

P – масса (г) аналитической пробы.

Содержание остаточных количеств бромоксинила в анализируемом образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений. При получении зашкаленных пиков анализируемый раствор разбавляют н-гексаном.

8. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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.

9. 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 0,01 мг/кг*»*, где: * – 0,01 мг/кг – предел определения бромоксинила в кукурузном масле.

10. 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».

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

новый 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) 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.

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), %.

11. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 10.

Разработаны сотрудниками «Всероссийского НИИ защиты растений», С.-Петербург (П. А. Тарарин, И. А. Цибульская, Т. А. Маханькова, С. И. Редюк).

gost.e-ecolog.ru