Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3129—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 додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3129—13

ББК 51.21+51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1324—7

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, С. Е. Маслаков, В. Ф. Павлова).

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—1324—7

© 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 додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3129—13

Свидетельство об аттестации № 01.5.04.132/01.00043/2013.

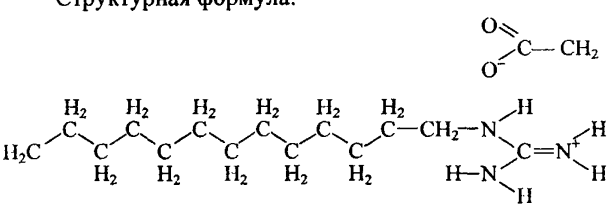
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации додина в диапазоне концентраций в воде – 0,0025—0,025 мг/дм^3, почве, плодовых семечковых и косточковых культурах – 0,1—1,0 мг/кг и плодовых соках – 0,05—0,5 мг/дм^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: додин.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-Додецилгуанидинацетат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{33}N_3O_2$.

Молекулярная масса: 287,2.

Белый кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 136 °С.

Давление пара при 25 °С: 5,49 × 10^{-3} мПа.

Коэффициент распределения н-октанол–вода: K_{ow} log$P$ = 1,25.

Растворимость (в г/дм^3 при 20 °С): вода – 0,93, гептан – 0,018, ксилол – 0,004, , ацетон – 0,048, этанол – 57, хорошо растворим в минеральных кислотах, горячей воде.

Вещество стабильно при нормальных условиях, не гидролизуется в водных растворах при pH 5—9. Стабилен в нейтральных, умеренно щелочных и кислых средах. Период распада в почве $ДТ_{50}$ – 4—15 дней.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс 850 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для млекопитающих > 5 000 мг/кг, ингаляционная LD_{50} для млекопитающих > 0,45 мг/кг. Раздражает слизистые. $СК_{50}$ для рыб 0,57 мг/л (96 ч). Умеренно токсичен для пчел (LD_{50} > 100 мкг/особь).

Область применения препарата. Применяется для борьбы с паршой яблони и груши (1,3—2,6 кг/га, опрыскивание в период вегетации).

Гигиенические нормативы для додина в России: ПДК в воде 0,005 мг/л. МДУ в плодовых семечковых 0,6 мг/кг, в плодовых косточковых – не установлен.

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), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, %
Вода	0,0025—0,025	8	9	11	22
Почва	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые семечковые	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые косточковые	0,1—1,0	7	9	12	23
Плодовые соки	0,05—0,5	9	11	12	24
* соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2					

Таблица 2

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

Анализируемый объект, мг/кг	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Вода	0,0025	0,0025—0,025	76,8	5,2	2,3
Почва	0,1	0,1—1,0	78,1	4,5	2,0
Плодовые семечковые	0,1	0,1—1,0	81,0	4,9	2,1
Плодовые косточковые	0,1	0,1—1,0	82,1	4,2	2,0
Плодовые соки	0,05	0,05—0,5	76,3	6,1	2,7

2. Метод измерений

Методика основана на определении додина методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора после его извлечения из образцов метанолом и очистке экстрактов перераспределением в системе двух несмешивающихся жидкостей и дериватизации ацетилацетоном.

Идентификация додина 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

Газовый хроматограф с термоионным детектором и кварцевой капиллярной колонкой длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя полярной неподвижной фазы 0,25 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 на 10, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микрошприц объемом 10 $мм^3$	ТУ 2-833-106
Пипетки градуированные объёмом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные со шлифом объёмом 5,0 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Азот газообразный, вч	ТУ 301-07-25—89
Ацетилацетон, чда	ГОСТ 10259—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Додин, аналитический стандарт 99,0 %	
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калия гидроксид, чда	ГОСТ 24363—80
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Раствор 0,5 н гидроксида калия в воде	
Раствор 0,05 н гидроксида калия в растворе (метанол : вода = 90 : 10)	
Раствор 1 %-й соляной кислоты в метаноле	
Раствор 25 %-го хлористого натрия в воде	
Соляная кислота, хч	ГОСТ 3118—77
Спирт этиловый ректификат (этанол)	ГОСТ 17299—78

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-1081—73
Воронки делительные, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Воронки делительные емкостью 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Дефлегматоры	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные конические вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336—82

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 см^3 и 250 мл	ГОСТ 9737—93
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающем вакуум до 10 мбар	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц	
Фильтры бумажные, медленной фильтрации	ТУ 6.091678—86

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 газовый 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), установленные 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 нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом капиллярной газожидкостной 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа кварцевую капиллярную колонку кондиционируют в токе азота при температуре термостата колонки 280 °С не менее 30 мин.

7.2. Подготовка растворителей и приготовление растворов

7.2.1. Подготовка растворителей. Растворители, используемые для анализа, специальной подготовки не требуют. Рекомендуется проверить чистоту применяемых растворителей. Для этого 100 $см^3$ растворителя испаряют при помощи вакуумного ротационного испарителя при температуре 40 °С до объема 1 $см^3$ и хроматографируют. При обнаружении примесей, которые могут мешать определению, растворители очищают общепринятыми методами.

7.2.2. Раствор 0,5 н гидроксида калия. В мерную колбу на 1 $дм^3$ помещают 28 г гидроокиси калия, растворяют в 100—200 $см^3$ дистиллированной воды и доводят до метки водой.

7.2.3. Раствор 0,05 н гидроксида калия в смеси метанол–вода 90 : 10. В мерную колбу на 1 $дм^3$ помещают 100 $см^3$ раствора 0,5 н гидроксида калия и доводят до метки метанолом.

7.2.4. Раствор 25 %-й хлористого натрия в воде. 350 г хлористого натрия растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды.

7.2.5. Раствор 1 %-й соляной кислоты в метаноле. В мерную колбу на 1 $дм^3$ помещают 30 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки метанолом.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/$см^3$: точную навеску додина (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в метаноле и доводят объем до метки метанолом.

Градуировочные растворы с концентрациями додина 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему.

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 10,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2 см^3 основного раствора и доводят до метки метанолом.

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

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки метанолом.

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

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 3 месяцев, градуировочные растворы – в течение месяца.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация додина в растворе) по 1 см^3 градуировочных растворов додина помещают в пробирку на 10 см^3 и упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 см^3 0,05 н раствор гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3. В хроматограф вводят по 1 мм^3 дериватизированных 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 додина в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочные коэффициенты (K_0, K_1) в уравнении линейной регрессии концентрации раствора С:

$$C = K_1 \times S + K_0, \text{ где}$$

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 хроматографи-

ческой 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 додина в градуировочном растворе;

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации додина в градуировочном растворе;

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

7.5. Подготовка приборов и средств измерения

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

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»; ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки»; ГОСТ 21714—76 «Груши свежие ранних сроков созревания, ТУ»; ГОСТ 21713—76 «Груши свежие поздних сортов созревания. ТУ»; ГОСТ 21921—76 «Вишня свежая. ТУ»; ГОСТ 21920—76 «Слива и алыча крупноплодная свежие. ТУ»; ГОСТ 21832—76 «Абрикосы свежие. ТУ».

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 фруктов хранят до анализа в герметичной п/э упаковке в морозильной камере при –18 °С. Перед анализом фрукты, не размораживая, измельчают на терке или в гомогенизаторе.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция додина

9.1.1. Вода. Концентрирование

В круглодонную колбу на 1 000 $см^3$ помещают 400 $см^3$ анализируемой воды. Воду выпаривают на вакуумном ротационном испарителе до объема 8—10 $см^3$ при температуре бани 40 °С.

9.1.2. Экстракция додина из почвы, плодовых семечковых и косточковых

Навеску почвы, фруктов (10—20 г) помещают в плоскодонную коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 60 $см^3$ 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10), колбу помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин или встряхивают на электромеханическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт фильтруют в делительную воронку на 250 $см^3$ через бумажный фильтр. Повторяют экстракцию 60 $см^3$ 1 %-го раствора соляной кислоты в метаноле. Фильтр промывают 20 $см^3$ метанола. Объединенный экстракт выпаривают до объема ~ 10 $см^3$ на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С.

9.1.3. Экстракция додина из плодовых соков

В делительную воронку на 250 $см^3$ помещают 40 $см^3$ анализируемого сока и экстрагируют 4 раза по 30 $см^3$ метиленхлоридом, добавляя перед каждой экстракцией в плодовый сок по 5 $см^3$ этилового спирта для предотвращения образования эмульсии и улучшения экстракции. Объединенный экстракт упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 $см^3$ 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3.

9.2 Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстрактам, полученным по п.п. 9.1.1 и 9.1.2, добавляют 25 $см^3$ 25 %-го раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку на 100 $см^3$. Трижды экстрагируют метиленхлоридом по 30 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая в течение 2—3 мин. В случае образования стойкой эмульсии добавляют в водный раствор 2—3 $см^3$ этанола. Фракции метиленхлорида объединяют, отгоняют на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 30—40 °С до объема 2—3 $см^3$. Пипеткой переносят экстракт в пробирку на 10 $см^3$. Колбу ополаскивают дву-

мя порциями по 3 см^3 метиленхлорида, который объединяют с экстрактом. Экстракт упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 см^3 0,05 н раствора гидроксида калия в смеси (метанол–вода, 90 : 10) и дериватизируют по п. 9.3.

9.3. Дериватизация додина

В пробирку с раствором для дериватизации (п.п. 7.4, 9.1.3, 9.2) добавляют 0,2 см^3 ацетилацетона. Устанавливают дефлегматор и помещают на водяную баню с температурой 80 °С, нагревают в течение 4 ч, упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани 40 °С. Остаток в пробирке растворяют в 2—4 см^3 и анализируют на содержание додина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с термоионным детектором (ТИД). Капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя полярной неподвижной фазы 0,25 мкм. Температура колонки: программирование от 100 °С (0,5 мин) до 260 °С со скоростью 20 °С/мин. Температура испарителя 250 °С. Температура детектора 290 °С. Расход газов: газа-носителя (азот) – 0,6 мин – 1 см^3/мин без разделения потока, затем 12 см^3/мин; водорода и воздуха к ТИД – 20 и 200 см^3/мин соответственно; дополнительного газа (азот) к ТИД – 10 см^3/мин. Объем вводимой пробы: 1—2 мм^3.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание додина 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 додина 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 додина, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор додина с концентрацией 1,0 мкг/см^3, разбавляют метанолом.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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:

($\bar{X} \pm \Delta$) 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 0,1 мг/кг*, где * – 0,1 мг/кг – предел обнаружения додина в яблоках).

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.

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:

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

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 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 додина в воде, почве, плодовых семечковых и косточковых и их соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3129—13

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

Подписано в печать 13.10.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз. Заказ 65

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