Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств действующих веществ пестицидов в овощах, цитрусовых, плодовых, ягодах и орехах

**Сборник методических указаний
по методам контроля
МУК 4.1.2986—12; 4.1.2989—12; 4.1.2993—12;
4.1.2996—12; 4.1.3006—12**

Издание официальное

Москва • 2012

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 действующих веществ пестицидов в овощах, цитрусовых, плодовых, ягодах и орехах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2986—12; 4.1.2989—12; 4.1.2993—12; 4.1.2996—12; 4.1.3006—12

ББК 51.23
О60

О60 **Определение** остаточных количеств действующих веществ пестицидов в овощах, цитрусовых, плодовых, ягодах и орехах: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012.—72 с.

ISBN 978—5—7508—1157—1

1. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22.12.2012 № 2).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 19 марта 2012 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

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

Подписано в печать 21.12.12

Формат 60x88/16 Печ. л. 4.5

Тираж 200 экз. Заказ 80

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 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2012
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012

Содержание

Определение остаточных количеств кломазона в капусте методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2986—12 4
Определение остаточных количеств ципродинила в томатах методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2989—12 15
Определение остаточных количеств клофентезина в цитрусовых методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2993—12 27
Определение остаточных количеств флуопирама в плодовых семечковых (яблоня, груша), плодовых косточковых (персик, нектарин, абрикос, вишня, слива), ягодах (клубника), томатах, перце, огурцах, бананах, винограде, виноградном соке, орехах методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2996—12 41
Определение остаточных количеств ципродинила в моркови методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3006—12 59

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
19 марта 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ципродинила в томатах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2989—12

Свидетельство о метрологической аттестации от 16.08.2011 № 0094.02.08.11.

Введение

Ципродинил – системный фунгицид из класса анилинопиримидинов. Эффективен против возбудителей парши, альтернариоза, мучнистой росы, кластероспориоза, коккомикоза, плодовой гнили, монилиального ожога на зерновых злаках, винограде, семечковых и косточковых культурах, землянике, овощных и декоративных культурах. Подавляет рост мицелия различных патогенов, в том числе устойчивых к фунгицидам из групп триазолов, карбаматов, имидазолов, стробилуринов и др. Хорошо проникает в растения через листья и передвигается преимущественно по ксилеме.

Применяется в России в качестве фунгицида для борьбы с болезнями семечковых и косточковых плодовых культур при норме расхода от 150 до 260 г д.в./га и двукратной обработке за сезон.

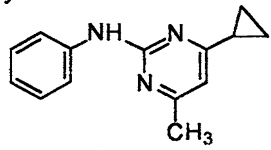
1. Общие положения

Настоящий документ устанавливает процедуру измерений массовой концентрации ципродинила в томатах в диапазоне 0,5—5,0 мг/кг методом капиллярной газожидкостной хроматографии.

Название вещества по ИСО: ципродинил.

Название вещества по ИЮПАК: 4-циклопропил-6-метил-N-фенилпиримидин-2-амин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{15}N_3$.

Молекулярная масса: 225,3.

Кремовое кристаллическое вещество со слабым запахом. Температура плавления: 75,9 °С. Давление паров при 25 °С: $5{,}1 \times 10^{-4}$ Па (модификация А) и $4{,}7 \times 10^{-4}$ Па (модификация В). Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log P = 3,9 (pH 5), 4,0 (pH 7 и 9). Растворимость (г/дм^3) при 25 °С: ацетон – 610, толуол – 460, этанол – 160, гексан – 30, вода – 0,02 (pH 5). Величина pK_a 4,44.

Вещество устойчиво к гидролизу (DT_{50} > 1 года при pH 4—9), фотолитически быстро разрушается в воде (DT_{50} = 0,4—13,5 дней).

В биологически активных почвах в аэробных условиях ципродинил достаточно быстро исчезает, переходя главным образом в прочносвязанное состояние: DT_{50}=20—60 дней.

MRL ципродинила в томатах, установленный в странах ЕС, составляет 1,0 мг/кг.

2. Метрологические характеристики метода

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений не превышает значений, приведенных в табл. 1.

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

Таблица 1

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ± δ, %	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Томаты	от 0,5 до 5,0 мг/кг вкл.	25	1,5	4	6

Таблица 2

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, S, %	доверительный интервал среднего, ±, %
Томаты	0,5	0,5—5,0	90,4	3,1	1,45

3. Метод измерений

Методика основана на экстракции ципродинила из томатов ацетоном, очистке экстракта, содержащего фунгицид, от коэкстрактивных компонентов перераспределением их в системе несмешивающихся растворителей с последующим измерением содержания ципродинила в очищенном экстракте методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) при программировании температуры с термоионным детектором (ТИД) и обработкой хроматограмм методом абсолютной калибровки. Идентификация вещества проводится по времени удерживания.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора капиллярной колонки и условий программирования температуры.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы*

4.1. Средства измерений

Газовый хроматограф Varian CP-3800 с ТИД (США) (номер Госреестра 16499-06)	
Весы лабораторные аналитические Sartorius 6110 2-го класса точности (ГОСТ 24104—2001), погрешность взвешивания 0,0001 г	
Весы лабораторные Metler P-160 2-го класса точности (ГОСТ 24104-2001), погрешность взвешивания 0,005 г	
Набор гирь	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные вместимостью 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91

* Допускается применение средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов иных производителей с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в разделе 4.

Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой П-2-5-0,1; П-2-10-0,2	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные 1-25; 1-50; 1-100; 1-500; 1-1000	ГОСТ 1770—74
Шприц МШ-1А	ТУ 64-1-2850

4.2. Реактивы

Ципродинил (CAS 121552-61-2) с содержанием основного вещества не менее 99,9 %, аналитический стандарт (Сингента, Швейцария)	
Ацетон, квалификации чда	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6709—72
Гелий газообразный, очищенный марки «А»	ТУ 0271-135-31323949—05
н-Гексан, квалификации хч	ТУ 6-09-3375—78
Калий углекислый, квалификации хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат, квалификации хч	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, квалификации ч	ТУ 6-09-4711—81
Кислота серная, квалификации хч	ГОСТ 4204—77
Натрий углекислый, квалификации хч	ГОСТ 83—79
Натрия сульфат безводный, квалификации хч	ГОСТ 4166—76
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), квалификации ч	ГОСТ 22300—76

4.3. Вспомогательные устройства, материалы

Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США)	
Гомогенизатор «Omni-mixer» (Sorvall, США) или гомогенизатор МРТУ 42-1505	
Генератор водорода, мод. SPE (фирма General Electric, США) или аналогичный	
Дистиллятор Cyclon III, мод. 4 BD (Fistreem, Великобритания)	
Компрессор (СКБ «Хроматэк», Россия)	
Установка Elgastat B 114 с патроном Elgacan B 114 для получения деионизованной воды (Elga, Великобритания)	
Воронки делительные вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737—93

Колбы плоскодонные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колонка хроматографическая, капиллярная кварцевая VF-5ms (типа SE-52), длина 30 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, фирма «Varian» (США) или аналогичная	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель B-169 фирмы Buchi (Швейцария)	ТУ 25-11-917—76
Стаканы химические вместимостью 100 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с дефлегматором	ГОСТ 9737—93 (ИСО 641—75)
Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77

5. Требования безопасности

5.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, ГОСТ 12.1.005—88.

5.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

5.3. При выполнении измерений с использованием хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019—2009 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

7. Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия.

7.1. Условия приготовления растворов и подготовки проб к анализу

Температура воздуха	(20 ± 5) °С
Атмосферное давление	(84—106) кПа
Относительная влажность воздуха	не более 80 %

7.2. Условия хроматографического анализа

Температура термостата испарителя	260 °С
Температура термостата детектора	280 °С
Режим программирования температуры колонки:	
– начальная температура	170 °С
– изотермический режим при 170 °С	2 мин
– скорость подъема температуры в диапазоне от 170 до 220 °С	20 °С/мин
– изотермический режим при 220 °С	0 мин
– скорость подъема температуры в диапазоне от 220 до 240 °С	5 °С/мин
– изотермический режим при 240 °С	3 мин
– скорость подъема температуры в диапазоне от 240 до 280 °С	20 °С/мин
– изотермический режим при 280 °С	5 мин
Расход газов:	
– газа-носителя (гелий)	2,0 $см^3$/мин
– водорода	4,3 $см^3$/мин
– воздуха	175 $см^3$/мин
Объем вводимой пробы	1 $мм^3$
Время удерживания ципродинила	(8,82 ± 0,2) мин
Линейный диапазон детектирования	(0,1—1,0) нг

8. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики.

8.1. Очистка органических растворителей

8.1.1. Очистка н-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания последней в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом. Срок хранения – 1 неделя.

8.1.2. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 дм^3 ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Срок хранения – 1 неделя.

8.1.3. Очистка этилацетата

Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5 %.

Навеску (5 ± 0,1) г натрия углекислого в конической колбе растворяют в (40—60) см^3 дистиллированной воды. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 1 неделя.

Этилацетат промывают последовательно раствором натрия углекислого с массовой долей 5 %, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют. Срок хранения – 1 неделя.

8.2. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки

Капиллярную кварцевую колонку VF-5ms (типа SE-52) устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 280 °С и скорости газа-носителя 2 см^3/мин в течение 8—10 ч.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

8.3.1. Исходный градуировочный раствор ципродинила с массовой концентрацией 200 мкг/см^3. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают (0,010 ± 0,0001) г ципродинила, растворяют в 20—30 см^3 этилацетата, доводят объем раствора этим же растворителем до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят при температуре не выше минус 18 °С в течение 3 месяцев.

8.3.2. Градуировочный раствор ципродинила с массовой концентрацией 10 мкг/см^3 (раствор № 1). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 исходного градуировочного раствора ципродинила с концентрацией 200 мкг/см^3 (п. 8.3.1), разбавляют смесью гексан–этилацетат (8 : 2, по объему) до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов № 2—5.

При оценке полноты извлечения ципродинила для внесения в образцы используют ацетоновые растворы вещества с концентрациями 10 и 50 мкг/см^3.

Градуировочный раствор № 1 и ацетоновые растворы ципродинила хранят при температуре не выше минус 18 °С в течение месяца.

8.3.3. Градуировочный раствор ципродинила с массовой концентрацией (0,1—1,0) мкг/см^3(растворы № 2—5). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 1, 2, 5 и 10 см^3 градуировочного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 8.3.2), доводят объем раствора до метки смесью гексан–этилацетат (8 : 2, по объему), тщательно перемешивают, получают градуировочные растворы № 2—5 с массовой концентрацией ципродинила 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/см^3 соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

8.4. Градуировка хроматографа

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мкВ) от концентрации ципродинила в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 градуировочным растворам (п. 8.3.3).

В инжектор хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора (п. 8.3.3) и анализируют при условиях хроматографирования по п. 7.2. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать предел повторяемости *r*. По полученным данным строят градуировочную характеристику.

Градуировочную характеристику проверяют перед проведением измерения по анализу одного из градуировочных растворов. Если значение площади отличается более чем на 10 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

9. Отбор, хранение и подготовка проб

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) и правилами, определенными ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Требования при заготовках и поставках».

Образцы томатов хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре 4 °С не более суток; для длительного хранения пробы замораживают и хранят при температуре не выше минус 18 °С. Перед проведением анализа плоды измельчают.

9.1. Экстракция и очистка

Навеску измельченного растительного материала массой 25 г помещают в стакан гомогенизатора вместимостью 500 см^3, добавляют 100 см^3 ацетона и гомогенизируют 3 мин при 10 000 об./мин. Гомогенат

фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу Бунзена. Осадок на фильтре промывают 50 см^3 ацетона. Экстракт и промывную жидкость объединяют в мерном цилиндре, перемешивают, измеряют объем раствора. Отбирают $^1/_{25}$ объема экстракта (эквивалентную 1 г образца), переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 30 см^3 дистиллированной воды. Раствор упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С до водной фазы объемом 15—20 см^3. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, круглодонную колбу обмывают 10 см^3 дистиллированной воды, которые также вносят в воронку. В воронку приливают 30 см^3 смеси гексан–этилацетат (8 : 2, по объему) и содержимое интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 смеси гексан–этилацетат (8 : 2, по объему). Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток экстракта томатов растворяют в 5 см^3 смеси гексан–этилацетат (8 : 2, по объему), помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, и анализируют на содержание ципродинила по п. 10.

10. Выполнение измерений

10.1. В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 очищенного экстракта анализируемой пробы (п. 9.1), анализируют при условиях п. 7.2 и регистрируют хроматограмму. Каждый экстракт хроматографируют дважды.

10.2. Для каждого образца томатов повторяют операции по пп. 9.1 и 10.1.

11. Обработка результатов измерений

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программа сбора и обработки хроматографической информации «Galaxie» версия 1.9.3.2.

Альтернативная обработка результатов

Содержание ципродинила рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m}, \text{ где}$$

X – содержание ципродинила в пробе, мг/кг;

H_1 – площадь пика образца, мкВ;

H_0 – площадь пика стандарта, мкВ;

A – концентрация стандартного раствора ципродинила, мкг/см^3;

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

m – масса анализируемой части образца, соответствующая доле экстракта, использованной для очистки и последующего хроматографического определения, г.

12. 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 (табл. 1), при этом $r = 2{,}8\sigma_r$.

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

13. 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, табл. 1), %.

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«содержание вещества в пробе менее 0,5 мг/кг».*

** – 0,5 мг/кг – предел обнаружения ципродинила в анализируемом объекте.*

14. 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».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л.\bar{X}}$ ($\pm \Delta_{л.\bar{X}'}$) – 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, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – 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:

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

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.

14.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), 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, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

15. Разработчики

Дубовая Л. В., Талалакина Т. Н., Макеев А. М. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии Россельхозакадемии).

Полнота определения ципродинила в модельной матрице ($n = 5$)

Матрица	Внесено ципродинила, мг/кг	Открыто ципродинила, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Томаты	0,5	87,6	1,41	1,76
	1,0	88,9	1,84	2,28
	2,5	90,8	1,70	2,12
	5,0	94,1	1,20	1,50

gost.e-ecolog.ru