Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств мефенпирдиэтила в масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2478—09

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств мефенпирдиэтила в масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (Л. В. Дубовая, А. М. Макеев)

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2008 г. №3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 9 февраля 2009 г.

4. Введены в действие с 29 апреля 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 30.06.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

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, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
9 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

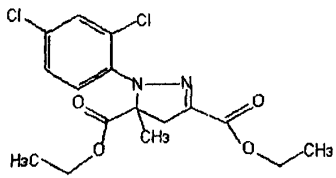
Определение остаточных количеств мефенпирдиэтила в масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2478—09

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации мефенпир-диэтила в масле кукурузы в диапазоне 0,1—1,0 мг/кг.

Название вещества по ИСО: Мефенпир-диэтил

Название вещества по ИЮПАК: Диэтил (RS)-1-(2,4-дихлорфенил)-5-метил-2-пиразолин-3,5-дикарбоксилат



$C_{16}H_{18}Cl_2N_2O_4$

Мол. масса: 373,2

Белое кристаллическое вещество со слабым неспецифическим запахом. Температура плавления: 50—52 °С. Давление паров при 20 °С:

$6,3 \times 10^{-3}$ мПа. Коэффициент распределения *н*-октанол/вода: K_{ow} log $P = 3,83$. Растворимость (в г/дм^3 растворителя) при 20 °С: ацетон > 500, толуол > 400, этилацетат > 400, метанол > 400; растворимость в воде 20 мг/дм^3.

Вещество гидролизуется в кислотах и щелочах.

Разрушается при облучении водного раствора солнечным светом: $ДТ_{50} = 2,9$ дня.

В почве в аэробных условиях быстро разрушается: $ДТ_{50} < 10$ дней.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс > 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс > 4000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс > 1320 мг/м^3 воздуха. Мефенпир-диэтил не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика, не обладает мутагенным и тератогенным эффектами. Для птиц, пчел, рыб, дождевых червей и водорослей малотоксичен.

Гигиенические нормативы для мефенпир-диэтила в России:

ДСД - 0,1 мг/кг массы тела человека; МДУ в масле кукурузы - 0,2 мг/кг.

Область применения

Мефенпир-диэтил является антидотом и используется для ослабления фитотоксического действия некоторых гербицидов (в том числе сульфонилмочевин) на культурные растения. Применяется в России в качестве антидота в составе смесевых гербицидных препаратов, предназначенных для борьбы с однолетними и многолетними двудольными сорными растениями в посевах зерновых колосовых культур и кукурузы, с нормой расхода 12,5—25 г д.в./га.

1. Метрологическая характеристика метода

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.

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

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Кукуруза (масло)	более 0,1 до 1,0	25	2,3	6,4	10,0

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определямых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего,%
Кукуруза (масло)	0,1	0,1—1,0	88,4	3,3	± 3,0

2. Метод измерений

Методика основана на определении мефенпир-диэтила с помощью капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД). Контроль мефенпир-диэтила в образцах кукурузного масла осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из масла водным метанолом, очистки экстракта путем распределения действующего вещества между несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с ЭЗД (СКБ «Хроматэк», Россия) Номер Госреестра 14516—95

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 24104

Весы лабораторные общего назначения с

наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1 000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной Пробкой вместимостью 5 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Мефенпир-диэтил, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98,0 % (Байер, Германия)	
Вода бидистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этиловый эфир уксусной кислоы, ч	ГОСТ 22300
Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.	

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный (баллон), осч	ГОСТ 9293
Ванна ультразвуковая, модель *D-50*, фирма Branson Instr. Co. (США)	
Воронки делительные вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 мм	ГОСТ 25336
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы плоскодонные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка кварцевая капиллярная ZB-1, длиной 20 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, неподвижная фаза SE-30, фирма Phenomenex (США) или аналогичная	

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см и внутренним диаметром 8—10 мм	
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)	ТУ 25-11-917-74
Силикагель 60 (0,063—0,2 мм) для колоночной хроматографии (Мерк, Германия) I степени активности	
Стаканы химические вместимостью 100 и 500 см	ГОСТ 25336
Стекловата	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678—77
Центрифуга Т-23 (Janetzki, Германия) или аналогичная	
Шприц для ввода образцов для газового хроматографа вместимостью 1—10 мм^3 (Hamilton,США)	

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими веществами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя с опытом работы на газовом хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают 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 выполнению измерений

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

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка н-гексана. Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания ее в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.2. Очистка этилацетата. Этилацетат промывают последовательно 5 %-м водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют.

7.1.3. Очистка силикагеля. Силикагель 60 (0,063—0,20 мм) для колоночной хроматографии встряхивают с двойным объемом очищенного ацетона и затем фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Силикагель на фильтре промывают 1,5 объемом ацетона и затем высушивают при температуре 130 °С в течение 5 ч.

7.2. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г силикагеля I степени активности в 20 $см^3$ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку последовательно промывают 20 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (8 : 2, по объему) и 20 $см^3$ гексана со скоростью 1—2 капли в сек., после чего она готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения мефенпир-диэтила на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 0,1 $см^3$ градуировочного раствора № 1 мефенпир-диэтила с концентрацией 10 мкг/$см^3$ в гексане (п. 7.8.2), раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 3 $см^3$ гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.2. Промывают колонку 50 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (95 : 5, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 60 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (8 : 2, по объему). Фракционно (по 10 $см^3$) отбирают элюат, упаривают досуха, остатки растворяют в 2 $см^3$ гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., и анализируют на содержание мефенпир-диэтила по п. 9.4. Фракции, содержащие мефенпир-диэтил, объединяют и вновь анализируют по п. 9.4. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания мефенпир-диэтила может меняться при использовании новой партии сорбента или растворителей.

7.4.Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки

Капиллярную кварцевую колонку ZB-1 (типа SE-30) устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 270 °С и скорости газа-носителя 2 $см^3$/мин в течение 8—10 ч.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор мефенпир-диэтила для градуировки (концентрация 100 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,010 г мефенпир-диэтила, растворяют в 40—50 см³ гексана, доводят гексаном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выше - 18 °С в течение месяца.

7.5.2. Раствор мефенпир-диэтила № 1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ исходного раствора мефенпир-диэтила с концентрацией 100 мкг/см³ (п. 7.5.1), разбавляют гексаном до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2—5.

Для приготовления проб масла с внесением при оценке полноты извлечения мефенпир-диэтила из исследуемых образцов используют гексановый раствор мефенпир-диэтила с концентрацией 2 мкг/см³.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца.

7.5.3. Рабочие растворы №№ 2—5 мефенпир-диэтила для градуировки (концентрация 0,02—0,20 мкг/см³). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,20, 0,4, 1,0 и 2,0 см³ градуировочного раствора № 1 мефенпир-диэтила с концентрацией 10 мкг/см³ (п. 7.5.2), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией мефенпир-диэтила 0,02, 0,04, 0,1 и 0,2 мкг/см³ соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации мефенпир-диэтила в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 1 мм³ каждого градуировочного раствора (п. 7.5.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколи-

честв пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79) и правилами, определенными ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Масло хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 °С не более 3-х месяцев. В некоторых случаях масло получают из зерна кукурузы экстракцией органическими неполярными растворителями (петролейный и диэтиловый эфиры) непосредственно перед проведением анализа.

9. Выполнение определения

9.1.Экстракция мефенпир-диэтила

К образцу масла массой 5 г, внесенного в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 40 см^3 смеси метанол-вода (8 : 2, по объему) и колбу помещают на встряхиватель на 30 мин. Эмульсию центрифугируют 5 мин при 6 000 g и отделяют водно-метанольную фазу. Операцию экстракции масляной фазы повторяют, используя 40 см^3 смеси метанол-вода (8 : 2, по объему), и отделяют водно-метанольную фазу центрифугированием. Измеряют объем объединенной водно-метанольной фазы, отбирают 1/5 объема этой фазы (эквивалентна 1 г образца) и переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракт, полученный по п. 9.1 и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (1,5—2 см^3) при температуре 40 °С. К водному остатку прибавляют 15 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. В воронку вносят 10 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз нижний органический слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя по 10 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30 °С и подвергают дополнительной очистке на колонке с силикагелем по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п. 9.2, растворяют в 3 $см^3$ гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.2. Колбу обмывают 5 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (95 : 5, по объему), которые также наносят на колонку. Колонку промывают 45 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (95 : 5, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, элюат отбрасывают. Мефенпир-диэтил элюируют с колонки 50 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (8 : 2, по объему), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, и анализируют на содержание мефенпир-диэтила по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану не выше $8{,}2 \times 10^{-15}$ г/$см^3$.

Колонка капиллярная кварцевая ZB-1, длина 20 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, неподвижная фаза SE-30, фирма Phenomenex (США)

Температура термостата испарителя – 250 °С, детектора – 320 °С, термостата колонки (программа: от 180 °С (2 мин.) со скоростью 20 °С/мин до 220 °С (0 мин.); со скоростью 5 °С/мин до 240 °С (4 мин.); со скоростью 20 °С/мин до 260 °С (7 мин.).

Газовый режим: газ-носитель – азот, расход 3,5 $см^3$/мин

Деление потока: 1 : 1,8

Объем вводимой пробы: 1 $мм^3$

Время удерживания мефенпир-диэтила: около 7 мин 30 с

Линейный диапазон детектирования: 0,02—0,4 нг

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю площадь хроматографического пика мефенпир-диэтила.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,2 мкг/$см^3$, разбавляют гексаном.

10. Обработка результатов анализа

Содержание мефенпир-диэтила рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание мефенпир-диэтила, мг/кг;
H_1 – площадь пика образца, мВ · с;
H_0 – площадь пика стандарта, мВ · с;
A – концентрация стандартного раствора мефенпир-диэтила, мкг/см^3;
V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;
m – масса анализируемой части образца, г (для масла – 1 г)

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

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

X_1 и 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.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

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

«содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения»

*менее 0,1 мг/кг для кукурузного масла**

*** -0,1 мг/кг – предел обнаружения для масла кукурузы.*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,\overline{X}}$ ($\pm\Delta_{л,\overline{X}'}$)– 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;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном определяемых концентраций, табл. 1), %.

Контрольный параметр процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_К = \overline{X'} - \overline{X} - C_д,$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ 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

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_K) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le K \qquad (2)$$

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)

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

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

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

14. Разработчики

Дубовая Л. В., науч. сотр.; Макеев А. М., зав. лаб., канд. биол. наук.

Приложение

Таблица

Полнота определения мефенпир-диэтила в модельных матрицах ($n = 5$)

Матрица	Внесено, мг/кг	Открыто, %	Доверительный интервал среднего, %
Масло кукурузы	0,10	85,0	± 2,6
	0,20	88,8	± 2,6
	0,50	89,4	± 1,9
	1,0	90,4	± 1,9

gost.e-ecolog.ru