

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
Хлороталонила в виноградном
и яблочном соках методом
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2277—07**

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
Хлороталонила в виноградном
и яблочном соках методом
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2277-07**

ББК 51.21

О-60

О-60 **Определение остаточных количеств Хлороталонила в виноградном и яблочном соках методом газожидкостной хроматографии. Методические указания.** – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 18 с.

1. Разработаны: Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научным консультационным центром «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (В. А. Калинин – профессор; Т. С. Калинин – ст. науч. сотрудник; А. В. Калинин – мл. науч. сотрудник).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по защите прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21 июня 2007 г.).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 24 сентября 2007 г.

4. Введены в действие с 10 декабря 2007 г.

5. Введены впервые в качестве дополнения.

ББК 51.21

Формат 60x88/16

Печ. л. 1,25.

Тираж 200 экз.

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

Тиражировано 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

24 сентября 2007 г.

Дата введения: 10 декабря 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ
ХЛОРОТАЛОНИЛА В ВИНОГРАДНОМ И ЯБЛОЧНОМ
СОКАХ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ**

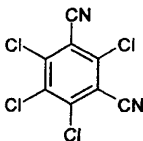
**Методические указания
МУК 4.1. 2277-07**

Настоящие методические указания устанавливают метод газо-жидкостной хроматографии для определения в виноградном и яблочном соках массовой концентрации Хлороталонила в диапазоне 0,005 - 0,1 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: Хлороталонил

Название действующего вещества по ИЮПАК: Тетрахлоризофта-
лонитрил.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_8Cl_4N_2$.

Молекулярная масса: 265,9.

Химически чистый Хлороталонил представляет собой белый кристаллический порошок без запаха.

Давление паров: 0,076 мПа при 25° С.

Температура плавления: 252,1°С.

Коэффициент перераспределения н-октанол/ вода: $K_{ow} \log P = 2,89$.

Растворимость: ксилол – 80; циклогексан, диметилформамид – 30; ацетон – 20; керосин <10 г/кг; вода – 0,81 мг/л (при 25°С).

Хлороталонил является термически и химически стойким соединением, стабилен в кислых и слабо щелочных растворах; слабо гидролизуется при pH > 9. При попадании в почву он сорбируется органическим веществом и слабо передвигается по профилю. Под влиянием микроорганизмов Хлороталонил относительно быстро разрушается с ДТ₅₀ - 5 - 36 дней.

Краткая токсикологическая характеристика: Хлороталонил относится к малоопасным веществам по острой оральной (ЛД₅₀ для крыс составляет более 10000 мг/кг) и дермальной (ЛД₅₀ для кроликов составляет более 10000 мг/кг) токсичности и опасным по ингаляционной токсичности (СК₅₀ 4 час. для крыс 0,1 – 0,6 мг/л). При хроническом воздействии может вызывать опухоли почек и желудочно-кишечного тракта.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД (мг/кг/сут.) массы тела человека - 0,001.

МДУ (мг/кг) в яблоках, винограде – 0,01.

Область применения. Хлороталонил - контактный фунгицид защитного действия, препятствует прорастанию спор и конидий, не специфично связывая тиольные группы аминокислот, протеинов и пептидов, нарушая функции гликолитических и дыхательных ферментов клеток. Он высоко эффективен против септориоза и ржавчины на яровой и озимой пшенице; против пероноспороза на огурцах открытого грунта, семенниках лука, на хмеле; для борьбы с фитофторозом на картофеле и томатах, а также против различных видов грибковых заболеваний в посевах сахарной свеклы, на план-

тациях citrusовых культур, винограда и яблок при нормах расхода 1,0 - 2,5 кг д.в./га.

В России применяется в качестве фунгицида на озимой и яровой пшенице, картофеле, огурцах открытого грунта, семенниках лука, семенных посевах томатов и на плантациях хмеля.

Определение остаточных количеств Хлороталонила в виноградном и яблочном соках методом газожидкостной хроматографии.

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 Таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1.

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) $\pm\delta$, % $P=0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ , %	Предел повторяемости, r , %	Предел воспроизводимости, R , %
Виноградный и яблочный соки	0,01-0,1	50	4,3	12	14
	0,005 -0,01	100	6,2	17,5	22

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$) приведены в Таблице 2.

Таблица 2.

**Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение,
доверительный интервал среднего результата.**

Анализируе- мый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
1	2	3	4	5	6
Виноградный и яблочный соки	0,005	0,005 – 0,1	86,4	2,6	1,1

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на определении Хлороталонила методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов (ДПР, ДЭЗ) после его экстракции из соков органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением действующего вещества между несмешивающимися фазами и дополнительной очистки на патроне Диапак С.

Идентификация проводится по времени удерживания. Количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность метода достигается за счет подбора колонки и условий программирования.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, И МАТЕРИАЛЫ.

3.1. Средства измерений.

Весы аналитические Σ 11140, фирма «ОНАУС».

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г V600, «ACCULAB».

Колбы мерные вместимостью 10, 50 и 100 см³, ГОСТ 1770-74;

Микрошприц Гамильтон, вместимостью 10 мм³;
 Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³, ГОСТ 20292-74.

Хроматограф газовый «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} г/см³ и приспособлениями для капиллярной колонки.
 Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 и 250 см³, ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Хлороталонила с содержанием д.в. 98,0% (фирма Сингента);

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-06-1092-83;

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72;

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78;

Гелий, очищенный марки "А", ТУ-51-940-80.

Концентрирующие патроны Диапак С (0,6 г), ТУ 4215-002-05451931-94, БиоХимМак.

Натрий серноокислый, безводный, х.ч. ГОСТ 4166-76.

Натрия хлорид, х.ч., ГОСТ 4233-77.

Натрия хлорид, насыщенный водный раствор.

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания проб ТУР LT1 фирмы «SKLO UNION».

Банки с крышками для экстракции на 250 см³, полипропилен, кат.№3120-0250, NALGENE.

Воронки химические для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75;

Воронки делительные на 250 см³, ГОСТ 10054-75;

Испаритель ротационный Rota vapor R110 Vuchi с водяной баней В-480;

Концентраторы грушевидные на 100 и 250 см³, НИИ 29 КГУ – 100 (250) ГОСТ 10394-72.

Колонка хроматографическая, капиллярная кварцевая НР-5 длина 15 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирма J&W Scientific.

Насос вакуумный диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laborort.

Фильтры бумажные "красная лента", ТУ 6-09-2678-77.

Допускается применение хроматографических колонок и другого 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, 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 подготовке проб 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 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80%;

выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. Подготовка патронов для очистки экстрактов

7.1.1. Подготовка концентрирующего патрона С (ДИАПАК).

Все растворы пропускают через патрон под вакуумом, скорость потока растворов не более 2 мл/мин (или 1 капля в 2 секунды). Патрон устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл, который используют как емкость для элюентов.

Патрон кондиционируют, пропуская через него последовательно 10 мл ацетона и 10 мл гексана. Смывы отбрасывают.

Нельзя допускать осушения поверхности патрона!

7.1.2. Проверка хроматографического поведения Хлороталонила на патроне Диапак С

В концентратор объемом 100 мл помещают 1 мл стандартного раствора Хлороталонила в ацетоне с концентрацией 0,1 мкг/мл.

Ацетон выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°C. Хлороталонил в концентраторе растворяют в 5 мл гексана, тщательно обмывают концентратор, наносят раствор на патрон и пропускают через него со скоростью, указанной в разделе 7.1.1. Смыв отбрасывают.

Промывают патрон 10 мл гексана, смыв отбрасывают. После этого последовательно пропускают через патрон 3 порции смеси гексан:ацетон (10:1) по 5 мл каждая, собирая каждую порцию в отдельный концентратор. Собранные фракции выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и вводят в хроматограф 1 мкл пробы. Фракции, содержащие Хлороталонил, объединяют, выпаривают досуха при температуре не выше 30°C. Сухой остаток вновь растворяют в 1 мл ацетона и вводят в хроматограф 1 мкл пробы. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смыва с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

7.2. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Капиллярную колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе гелия при температуре на 20°C ниже предельного значения для выбранной неподвижной фазы в течение 8-10 часов.

7.3. Приготовление рабочих растворов

7.3.1. Приготовление насыщенного водного раствора хлористого натрия

В коническую колбу объемом 250 см³ наливают 150 мл дистиллированной воды и насыпают в нее хлористый натрий при постоянном помешивании до тех пор, пока не образуется стойкий осадок. Колбу выдерживают в течение 30 мин., периодически помешивая раствор. Если осадок растворился, добавляют еще хлористого натрия до образования стойкого осадка.

7.3.2. Приготовление стандартных растворов

Навеску 50 мг Хлороталонила (аналитического стандарта) вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор №1, концентрация 1 мг/см³). Раствор хранится в холодильнике около 120 суток. Методом последовательного разбавления готовят стандартный раствор в ацетоне №2 с концентрацией 0,5 мкг/мл, который можно хранить в холодильнике в течение 30 дней.

Методом последовательного разбавления ацетоном исходного раствора № 2 готовят рабочие растворы Хлороталонила с концентрацией 0,005; 0,01; 0,05; 0,1 мкг/см³ для построения калибровочного графика и для внесения в образцы, которые могут храниться в холодильнике не более 30 суток.

7.4. Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Хлороталонила в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 0,005; 0,01; 0,05; 0,1 мкг/см³.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования (п. 9.2). Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ от концентрации Хлороталонила в растворе в мкг/см³ (рисунок 1).

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,

пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.79 г., а также с ГОСТ 25892-83 – «Сок виноградный натуральный, ТУ» и ГОСТ 656-79 «Соки плодовые и ягодные натуральные. ТУ».

Пробы соков хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре +4⁰С не более 10 суток.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

9.1. Виноградный и яблочный соки.

9.1.1. Экстракция Хлороталонила из анализируемой пробы

Пробу сока 10 г помещают в полипропиленовую банку с крышкой на 250 см³, добавляют 10 см³ насыщенного раствора хлористого натрия, 2 г кристаллического хлористого натрия и приливают 30 см³ ацетонитрила. Банку с содержимым встряхивают на встряхивателе в течение 15 мин. После встряхивания все содержимое банки переносят в делительную воронку емкостью 250 см³. После разделения фаз нижний слой сливают в стакан емкостью 100 см³, а ацетонитрил – в чистую колбу емкостью 250 см³.

Водно-солевую фазу из стакана возвращают в делительную воронку и повторяют перекстракцию Хлороталонила в ацетонитрил еще 2 раза, используя каждый раз по 20 см³ ацетонитрила и встряхивая смесь в течение двух минут. Водную фракцию отбрасывают. Объединенный ацетонитрильный экстракт переносят в делительную воронку, оставляют стоять 15 мин. Отделившийся водный слой отбрасывают.

Экстракт в воронке промывают двумя порциями гексана по 15 см³ каждая, гексан отбрасывают. Оставшийся ацетонитрильный экстракт переносят в концентратор и выпаривают его на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре 40⁰С.

К водному остатку в концентраторе прибавляют 25 см³ воды, перемешивают содержимое концентратора и переносят в делительную воронку емкостью 250 см³. Обмывают концентратор еще

двумя порциями воды по 25 см³ каждая и сливают в ту же делительную воронку. Приливают в делительную воронку 40 см³ гексана и встряхивают содержимое воронки в течение 1-2 минут. После расслоения фаз нижний водный слой сливают в стакан объемом 150 см³, а гексан - через воронку с безводным сульфатом натрия в концентратор емкостью 250 см³. Повторяют экстракцию еще два раза, используя каждый раз по 40 см³ гексана. Объединенный гексановый экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40°С.

Далее проводят очистку пробы на колонке с Флоризилом.

9.1.2. Очистка экстракта на патроне Дианак С

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 10 см³ гексана, отбирают пипеткой аликвоту объемом 5 см³ и наносят на патрон, подготовленный как указано в п. 7.1.1.

Промывают патрон 10 см³ гексана, смыв отбрасывают. Пропускают через патрон 15 см³, собирают смыв в концентратор и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°С досуха.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 см³ ацетона и вводят в хроматограф 1 мм³ пробы.

9.2. Условия хроматографирования

Хроматограф газовый «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} г/см³ и приспособлениями для капиллярной колонки.

Колонка хроматографическая, капиллярная кварцевая НР-5 длина 15 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирма J&W Scientific.

Температура термостата колонки программированная: начальная температура - 120° С, выдержка 4 минуты, нагрев колонки по 10° С в минуту до 170° С, затем по 25° С в минуту до 210° С; время анализа - 11 мин.

Температура испарителя - 250° С, детектора - 340° С.

Газ 1 – гелий (газ-носитель), давление на входе – 6 кПа, линейная скорость – 22,984 см/сек, давление на выходе – 101,3 кПа; поток через колонку – 2,504 см³/мин; мертвое время – 0,73 мин.

Газ 2 – гелий, режим - Splitless, деление потока - 1:40 (сброс пробы), начало сброса – 30 секунд, длительность сброса – 2 минуты, расход во время анализа – 10 см³/мин;

Регулятор давления гелия – РРГ-10;

Регулятор расхода гелия – РРГ-11;

Газ 3 – азот (поддув в детектор), расход во время анализа – 45 см³/мин.

Продувка детектора и испарителя азотом после анализа – по 50 см³/мин в течение 3 минут при температуре колонки 250° С. Расход газов: Г1 – 50; Г2 – 40; Г4 – 40 см³/мин.

Абсолютное время удерживания Хлороталонила - 10 мин 05 сек.

Минимально детектируемое количество Хлороталонила в анализируемом объеме – 0,005 нг

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,005 – 0,1 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Хлороталонила 0,1 мкг/см³ соответственно, разбавляют.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Для определения содержания Хлороталонила в пробах методом ГЖХ используют следующую формулу:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \times P$$

где X - содержание Хлороталонила в пробе, мг/кг;

S_{ст} - площадь пика стандарта, мВ;

S_{пр} - площадь пика образца, мВ;

- A** - концентрация стандартного раствора, мкг/см³;
V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;
D - коэффициент пересчета на аликвоту, равный 2-м;
m - масса анализируемого образца, г;
P - содержание Хлороталонила в аналитическом стандарте, %.

11. ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

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

$$\frac{2|X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r \quad (1)$$

где X_1, X_2 - результаты параллельных определений, мг/кг;
 r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом $r = 2.8 \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предел 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;
 $\Delta = \delta \cdot \bar{X} / 100$,
 δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

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

*«содержание вещества в пробе менее 0,005 мг/кг»**

** - 0.005 мг/кг - предел обнаружения.*

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 методом добавок.

Величина добавки C_d должна удовлетворять условию:

$$C_d = \Delta_{\lambda, \bar{X}} + \Delta_{\lambda, \bar{X}'},$$

где, $\pm \Delta_{\lambda, \bar{X}} (\pm \Delta_{\lambda, \bar{X}'})$ – 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:

$\Delta_{\lambda} = \pm 0,84 \Delta$, где Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta * \bar{X} / 100,$$

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

Результат контроля процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_d$, где \bar{X}' , \bar{X} , C_d среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми

по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг;
 Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{x,\bar{x}}^2 + \Delta_{x,\bar{x}}^2}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_k| \leq K, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R \quad (3)$$

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

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

14. РАЗРАБОТЧИКИ

Калинин В.А., Калинина Т.С., Калинин А.В., Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К.А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов».

Адрес: 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1.

Телефон: (495) 976-37-68, факс: (495) 976- 43-26.