

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
ципроконазола и эпоксиконазола в зерне и
масле сои методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

Методические указания
МУК 4.1.3134—13

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств
ципроконазола и эпоксиконазола в зерне и
масле сои методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3134—13**

ББК 51.23

О60

О60 **Определение остаточных количеств ципроконазола и эпоксиконазола в зерне и масле сои методом капиллярной газо-жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.**

ISBN 978—5—7508—1338—4

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, О. К. Остроухова).

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 51.23

ISBN 978—5—7508—1338—4

© 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 ципроконазола
и эпоксиконазола в зерне и масле сои методом
капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3134—13**

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.144/01.
00043/2013.

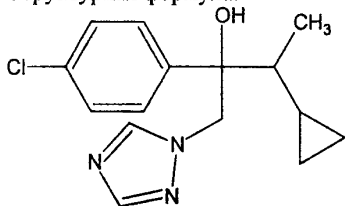
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации ципроконазола в зерне сои в диапазоне 0,025—0,25 мг/кг, масле сои – в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг и эпоксиконазола в зерне и масле сои в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: ципроконазол.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-(1H-1,2,4-триазол-1-ил)-2-(4-хлорфенил)-3-циклопропилбутан-2-ол.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{18}ClN_3O$.

Молекулярная масса: 291,8.

Ципроконазол представляет собой смесь двух диастереоизомеров (в соотношении 1 : 1).

Бесцветная жидкость.

Температура плавления: 106,2—106,9 °С; давление пара при 25 °С: $2,6 \times 10^{-2}$ мПа.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: $K_{ow} \log P = 3,1$.

Растворимость: в воде — 93 мг/дм³ (22 °С); в гексане — 1,3, метаноле — 410, этаноле — 230, толуоле — 100, октаноле — 100, ксилоле — 120, ацетоне — 360, этилацетате — 240, дихлорметане — 430, диметилсульфоксиде — 180 (все в г/дм³, 25 °С).

Вещество разлагается: 5 % при хранении в течение 2 лет. Вещество стабильно в водном растворе при pH 1—9 в течение 35 дней при 50 °С, 14 дней при 80 °С; медленно гидролизуется в 1N HCl и NaOH.

В почвах ципроконазол не аккумулируется и умеренно быстро разлагается, DT₅₀ около 3 месяцев.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD₅₀ для крыс 1 020—1 333, мышей 200—218 мг/кг, острая дермальная токсичность LD₅₀ для крыс и кроликов > 2 000 мг/кг; не оказывает раздражающего действия на кожу и глаза кролика.

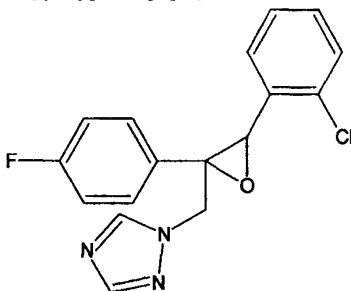
Область применения. Системный фунгицид, действует на грибной патоген внутри растения за счет нарушения процесса биосинтеза стеролов в клеточной мембране.

Гигиенические нормативы для ципроконазола в России. МДУ для сои не установлен.

Название действующего вещества по ИСО: эпоксиконазол.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-{2-(4-фторфенил)-[3-(2-хлорфенил)оксиран-2-ил]метил}-1H-1,2,4-триазол.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₁₇H₁₃ClFN₃O.

Молекулярная масса: 329,8.

Эпоксиконазол представляет собой 2R,3S - 2S,3R энантиомерную пару. Бесцветные кристаллы без запаха.

Температура плавления: 136,2 °С; давление пара при 20 °С: 0,01 мПа.

Коэффициент распределения н-октанол–вода: $K_{ow}, \log P = 3,44$ (рН 7).

Растворимость: в воде – $6,63 \times 10^{-4}$ г/100 см³ (20 °С); в гептане 0,04; ацетоне – 14,4; дихлорметане – 29,1 (г/100 см³).

Вещество не гидролизует при рН 5—7 в течение 12 дней.

В биологически активных почвах эпоксиконазол разлагается почвенными микроорганизмами – DT₅₀ около 2—3 месяцев, в растениях экстенсивно деградирует.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD₅₀ для крыс > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD₅₀ для крыс > 2 000 мг/кг; не оказывает раздражающего действия на кожу и глаза кролика.

Область применения. Системный фунгицид широкого спектра действия, обладает профилактическим и лечебным свойствами, эффективен против возбудителей ржавчины, мучнистой росы и пятнистости на зерновых и сое.

Гигиенические нормативы для эпоксиконазола в России. МДУ для сои 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 среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, σ_{Ri} , %	Показатель воспроизводимости, σ_R , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, %
<i>ципроконазол</i>					
Зерно сои	0,025—0,25	7	9	12	25
Масло сои	0,05—0,5	7	8	11	24
<i>эпоксиконазол</i>					
Зерно сои	0,05—0,5	7	9	12	25
Масло сои	0,05—0,5	7	8	11	24

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

**Полнота извлечения ципроконазола и эпоксиконазола,
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	Среднее значение полноты извлечения, %	Стандартное отклонение, S , %	Доверительный интервал среднего результата, \pm %
<i>ципроконазол</i>					
Зерно сои	0,025	0,025—0,25	90	6,6	3,3
Масло сои	0,05	0,05—0,5	82	7,8	3,9
<i>эпоксиконазол</i>					
Зерно сои	0,05	0,05—0,5	80	9,2	4,6
Масло сои	0,05	0,05—0,5	76	7,9	3,9

2. Метод измерений

Методика основана на определении ципроконазола и эпоксиконазола в одной пробе методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора после их извлечения из образцов зерна сои водным ацетоном, из масла после его растворения в гексане ацетонитрилом и очистки экстракта в системе двух несмешивающихся растворителей.

Идентификация ципроконазола и эпоксиконазола 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
Пишетки градуированные объемом 1, 2, 5 и 10 см ³	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные на 50 и 100 см ³	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Ципроконазол, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,9 %	
Эпоксиконазол, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,9 %	
Азот осч, в баллонах с редуктором	ГОСТ 9293—74
Ацетонитрил хч	ТУ 6-09-3534—82
Вода для лабораторного анализа (бидистиллят, деионизованный)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-3716—80
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Натрий серно-кислый безводный, чда, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Воронки делительные объемом 250 и 500 см ³	ГОСТ 8613—75
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные конические вместимостью 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50, 100 и 250 см ³	ГОСТ 9737—93
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц	
Фильтры бумажные быстрой 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/см²) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов 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 капиллярную колонку кондиционируют в токе азота при температуре термостата колонок 250 °С до стабилизации нулевой линии.

7.2. Подготовка растворителей

Растворители, используемые для анализа, специальной подготовки не требуют. Рекомендуется проверить чистоту применяемых растворителей. Для этого 100 см³ растворителя испаряют при помощи вакуумного ротационного испарителя при температуре 40 °С до объема 1 см³ и хроматографируют. При обнаружении примесей, которые могут мешать определению, растворители очищают общепринятыми методами.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1, 7.3.2. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см³: точную навеску ципроконазола или эпоксиконазола (50 ± 0,1) мг помещают в мерную колбу на 100 см³, растворяют в ацетоне и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы ципроконазола с концентрациями 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя гексан.

7.3.1.1. Раствор № 1 с концентрацией ципроконазола 5 мкг/см³: в мерную колбу на 100 см³ вносят 1 см³ основного раствора и доводят объем до метки гексаном.

7.3.1.2. Раствор № 2 с концентрацией ципроконазола 2,0 мкг/см³: в мерную пробирку вместимостью 10 см³ вносят 4 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

7.3.1.3. Раствор № 3 с концентрацией ципроконазола 1,0 мкг/см³: в мерную пробирку вместимостью 10 см³ помещают 2 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

7.3.1.4. Раствор № 4 с концентрацией ципроконазола 0,5 мкг/см³: в мерную пробирку вместимостью 10 см³ вносят 1 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

Градуировочные растворы эпоксиконазола с концентрациями 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя гексан.

7.3.2.1. Раствор № 1 с концентрацией эпоксиконазола 10 мкг/см³: в мерную колбу на 100 см³ вносят 2 см³ основного раствора и доводят объем до метки гексаном.

7.3.2.2. Раствор № 2 с концентрацией эпоксиконазола 5,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

7.3.2.3. Раствор № 3 с концентрацией эпоксиконазола 2,0 мкг/см³: в мерную пробирку вместимостью 10 см³ помещают 4 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

7.3.2.4. Раствор № 4 с концентрацией эпоксиконазола 1,0 мкг/см³: в мерную пробирку вместимостью 10 см³ вносят 2 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы — в течение 2 недель.

Для внесения в образец зерна или масла сои при определении полноты извлечения используют соответствующие градуировочные растворы ципроконазола или эпоксиконазола.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика — концентрация ципроконазола или эпоксиконазола в растворе) в хроматограф вводят по 1 мм³ 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 определяемого компонента в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

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 хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C — аттестованное значение массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном растворе;

C_k — результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном растворе;

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

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 микроклимата пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Для длительного хранения зерно сои подсушивают при комнатной температуре в отсутствие света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы зерна доводят до стандартной влажности и измельчают. Пробы масла хранят в холодильнике при 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Экстракция ципроконазола и эпоксиконазола

9.1.1. Экстракция ципроконазола и эпоксиконазола из семян сои

Навеску измельченного зерна сои ($20 \pm 0,1$) г вносят в колбу вместимостью 250 см³, добавляют 70 см³ смеси ацетон—вода (8 : 2) и помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу для упаривания. Экстракцию повторяют еще раз с 50 см³ смеси ацетон—вода (8 : 2) в ультразвуковой ванне в течение 10 мин. К объединенному фильтрату добавляют 50 см³ дистиллированной воды и упаривают полученный раствор до полного удаления ацетона на ротационном испарителе при температуре бани не выше 30 °С. Водный остаток очищают переэкстракцией по п. 9.2.

9.1.2. Экстракция ципроконазола и эпоксиконазола из масла сои

Навеску масла сои ($10 \pm 0,1$) г помещают в плоскодонную коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ гексана и 100 см³ ацетонитрила, колбу встряхивают и оставляют на ночь. Затем гексано-ацетонитрильный раствор переносят в делительную воронку, после разделения слоев гексановый слой отбрасывают. К ацетонитрильному раствору добавляют 50 см³ дистиллированной воды и фильтруют полученный раствор через двойной бумажный фильтр (предварительно смоченный водой) в круглодонную колбу-концентратор. Полученный фильтрат упаривают до полного удаления ацетонитрила при температуре бани не выше 40 °С. Водный остаток помещают на 2 ч в холодильник, затем снова фильтруют через двойной бумажный фильтр (предварительно смоченный водой). Водный остаток очищают переэкстракцией по п. 9.2.

9.2 Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К водному остатку, полученному по пп. 9.1.1 или 9.1.2 и помещенному в делительную воронку на 250 см³, добавляют 10 см³ насыщенного раствора хлористого натрия и экстрагируют ципроконазол и эпоксиконазол дихлорметаном трижды по 30 см³, интенсивно встряхивая воронку в течение 2—3 мин. После полного разделения слоев дихлорметановый слой собирают, сушат над безводным серно-кислым натрием (10 г) и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см³ гексана и 1 мм³ раствора вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с термоионным детектором. Капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя полярной неподвижной фазы 0,25 мкм. Температура колонки: программирование от 180 °С (1 мин) до 300 °С (4 мин) со скоростью 25 °С/мин. Температура испарителя 300 °С. Температура детектора 380 °С. Расход газов: газа-носителя (азот) – 6,7 см³/мин (170 кПа), водорода и воздуха к детектору – 13 и 200 см³/мин соответственно, дополнительного газа (азот) к детектору – 20 см³/мин, сброс 4,2 см³/мин. Деление потока 1 : 2,7. Объем конечного экстракта 1 см³, хроматографируемый объем 1 мм³.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание ципроконазола или эпоксиконазола 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 определяемого компонента на хроматограмме испытуемого образца, мм² (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

V – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения определяемого компонента, приведенная в табл. 2, %.

Содержание остаточных количеств ципроконазола или эпоксиконазола в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ципроконазола с концентрацией 5 мкг/см³ или раствор эпоксиконазола с концентрацией 10 мкг/см³, разбавляют гексаном.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости ($r = 2,8\sigma$).

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 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел обнаружения ципроконазола и эпоксиконазола в масле сои).

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_{δ} должна удовлетворять условию:

$$C_{\delta} = \Delta_{n,X} + \Delta_{n,X'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{n,X}$, ($\pm \Delta_{n,X'}$) – 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:

$$\Delta_n = \pm 0,84 \Delta, \text{ где}$$

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_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = X' - X - C_{\delta},$$

X' , X , C_{δ} – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,X'}^2 + \Delta_{n,X}^2}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

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

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 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):

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

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

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

**Определение остаточных количеств ципроконазола и
эпоксиконазола в зерне и масле сои методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3134—13**

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

Подписано в печать 21.11.14

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 72

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