

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств  
пропилентиомочевины в воде, почве,  
винограде и виноградном соке методом  
высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.3267—15

Издание официальное

Москва • 2016

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
пропиленгликолевой кислоты в воде, почве,  
винограде и виноградном соке  
методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3267—15**

ББК 51.23  
О62

**О62** **Определение остаточных количеств пропиленгликоля в воде, почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1431—2

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ Всероссийский НИИ защиты растений и ООО «Инновационный центр защиты растений» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, А. С. Комарова, Т. Д. Черменская, В. В. Человечкова, А. А. Далинова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 мая 2015 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 9 июня 2015 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

ISBN 978—5—7508—1431—2

© Роспотребнадзор, 2016  
© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

**УТВЕРЖДАЮ**

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

А. Ю. Попова

9 июня 2015 г.

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
пропиленгликольсукцината в воде, почве, винограде и  
виноградном соке методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3267—15**

---

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.191/  
01.00043/2015 от 12.02.2015.

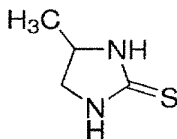
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения остаточных количеств пропиленгликольсукцината в диапазоне: в воде 0,001—0,01 мг/дм<sup>3</sup>, в почве 0,01—0,1 мг/кг, в винограде и виноградном соке 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Пропиленгликольсукцинат**

4-Метил-2-имидазолидинтион (ИЮПАК)

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>S.

Молекулярная масса: 116,2.

Пропилентиомочевина является основным метаболитом при деградации пропионеба.

Белое кристаллическое вещество без запаха.

Растворима в ацетонитриле и метаноле.

$K_{ow} \log P = -0,26$  (20 °С); константа Генри  $8 \cdot 10^{-8}$  Па·м<sup>3</sup>/моль (20 °С).

Период полураспада в почве:  $DT_{50}$  (20 °С, аэробные условия) – 2,1 дня.

Гигиенические нормативы для пропиленглиомочевины в России не установлены.

### 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 <sup>3</sup> (мг/м <sup>3</sup> , мг/дм <sup>3</sup> )	Показатель точности* (границы относительной погрешности ( $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , %)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Предел погрешности (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r$ , %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$ , % ( $P = 0,95$ )
Вода	0,001—0,01	22	6	10	17	28
Почва	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Ягоды винограда	0,01—0,1	23	7	11	20	31
Сок винограда	0,01—0,1	23	7	11	20	31

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

Таблица 2

Полнота извлечения пропиленглиоцимочевины, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95, n = 20$				
	предел количественного определения, мг/кг (мг/м <sup>3</sup> , мг/дм <sup>3</sup> )	диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/м <sup>3</sup> , мг/дм <sup>3</sup> )	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,001	0,001—0,01	92,3	3,32	4,65
Почва	0,01	0,01—0,1	87,5	3,84	5,39
Виноград	0,01	0,01—0,1	87,5	4,65	6,52
Виноградный сок	0,01	0,01—0,1	83,4	5,01	7,03

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении пропиленглиоцимочевины методом высокoeffективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после ее экстракции из образцов ацетонитрилом или водным метанолом и очистки на патронах для твердофазной экстракции.

Идентификация пропиленглиоцимочевины 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

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки

Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 мг

ГОСТ Р 53228—08

Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г

ГОСТ Р 53228—08

Колбы мерные на 10, 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 23932—90

Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 мм<sup>3</sup> и от 1 до 5 см<sup>3</sup>

Цилиндры мерные на 50 и 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 23932—90

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

### 3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ

ТУ 2634-002-04715285-2012.

Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)

ГОСТ Р 52501-2005.

Кислота ортофосфорная, хч

ГОСТ 6552-80.

Метанол, хч

ГОСТ 6995-77.

Пропилентниомочевина с содержанием основного вещества 99,3 %

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 1 : 99

Смесь № 1: метанол–вода в соотношении 1 : 1 по объему

Смесь №2: метанол – вода в соотношении 1 : 9 по объему

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

### 3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами C18, полностью закрытыми и связанными этилен-гибридными мостиками, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм

Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 25 см<sup>3</sup>

ГОСТ 9737—93

Колбы плоскодонные на шлифе вместимостью 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 9737—93

Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофобным сорбентом с привитыми гексадецильными группами, по 0,4 г

ТУ 4215-002-0545-931—94

Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см<sup>3</sup>

Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар

Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4000 об./мин

Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц

Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в мин)

ТУ4389-007-44330709—11

**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 жидкостный 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), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

#### 5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной 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 ( $20 \pm 5$ ) °С и относительной влажности не более 80 %;



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

## **7. Подготовка к определению**

### **7.1. Кондиционирование колонки**

Перед началом анализа колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 см<sup>3</sup>/мин) до стабилизации нулевой линии.

### **7.2. Кондиционирование патрона**

Патрон промывают 3 см<sup>3</sup> метанола, затем 3 см<sup>3</sup> воды.

### **7.3. Приготовление растворов**

7.3.1. 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.3.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 1 : 99 по объёму, используя мерные цилиндры.

### **7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов**

7.4.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup>: точную навеску пропиленглиомиочевины (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

#### **7.4.2. Приготовление градуировочных растворов**

Градуировочные растворы с концентрациями пропиленглиомиочевины 0,02, 0,05, 0,1, 0,5 и 2,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят методом последовательного разбавления по объёму, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 43 : 57).

7.4.2.1. Раствор № 1 с концентрацией 2,0 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 0,4 см<sup>3</sup> основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.2.2. Раствор № 2 с концентрацией 0,5 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 5,0 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией 0,1 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.4. *Раствор № 4 с концентрацией 0,05 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 0,5 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.5. *Раствор № 5 с концентрацией 0,02 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 0,2 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 7 дней, градуировочные растворы использовать в день приготовления.

При изучении полноты определения пропилентиомочевины используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

### 7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика — концентрация пропилентиомочевины в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм<sup>3</sup> 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 пропилентиомочевины 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 пропилентиомочевины в градуировочном растворе,

$C_k$  — результат контрольного измерения массовой концентрации пропилентиомочевины в градуировочном растворе,

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

### **7.6. Проверка хроматографического поведения пропилентиомочевины на патроне**

В круглодонную колбу емкостью  $10\text{ см}^3$  отбирают  $1\text{ см}^3$  стандартного раствора пропилентиомочевины с концентрацией  $1\text{ мкг/см}^3$ . Растворитель удаляют в вакууме. Остаток растворяют в  $1\text{ см}^3$  воды и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон  $1\text{ см}^3$  воды, элюат отбрасывают. Затем элюируют пропилентиомочевину смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по  $2\text{ см}^3$ , упаривают досуха, растворяют в  $1\text{ см}^3$  подвижной фазы и анализируют по п. 9.5.

Фракции, содержащие пропилентиомочевину, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

**Примечание.** Проверку хроматографического поведения пропилентиомочевины следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

## **8. Отбор проб и хранение**

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), а также в соответствии с ГОСТ 31861—12 «Вода. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб». Отбор проб винограда производят в соответствии с ГОСТ 32786—14 «Виноград свежий столовый. Технические условия». Пробы ягод винограда хранят до анализа в герметично закрытом двойном полиэтиленовом пакете в морозильной камере при температуре не выше  $-18\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 месяцев. Пробы виноградного сока хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше  $-18\text{ }^\circ\text{C}$  в течение месяца, в холодильнике при температуре  $0\text{—}4\text{ }^\circ\text{C}$  в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую

почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Определение пропиленглиоцимочевины в воде

50 см<sup>3</sup> воды упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

### 9.2. Определение пропиленглиоцимочевины в почве

Навеску почвы (10 г) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси № 1, пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют. От верхнего слоя отбирают аликвоту 4 см<sup>3</sup> (соответствующую 2 г почвы), переносят в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

### 9.3. Определение пропиленглиоцимочевины в винограде

Навеску винограда 50 г помещают в плоскодонную колбу, добавляют 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила и экстрагируют в ультразвуковой ванне 10 мин. Растворитель декантируют и экстракцию повторяют еще 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Объединенный ацетонитрильный экстракт переносят в мерный цилиндр и по объему отбирают аликвоту, соответствующую 5 г винограда. Аликвоту упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

### 9.4. Определение пропиленглиоцимочевины в виноградном соке

Из представительной пробы виноградного сока отбирают 5 г и переносят на предварительно подготовленный по п. 7.2 патрон. Патрон промывают 2 см<sup>3</sup> воды, элюат отбрасывают. Пропиленглиоцимочевину элюируют 5 см<sup>3</sup> смеси № 2. Элюат собирают и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 10 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

**Примечание.** Ввиду неустойчивости аналита к гидролизу хранение приготовленных проб не допускается.

### 9.5. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами C18, полностью закрытыми и связанными этилен-гибридными мостиками, (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: ацетонитрил и 0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 1 : 99. Скорость потока элюента: 0,2 см<sup>3</sup>/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 233 нм. Объем вводимой пробы 10 мм<sup>3</sup>. Время удерживания пропиленглициомочевина (3,6 ± 0,1) мин.

### 10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание пропиленглициомочевина в пробе ( $X$ , мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V \cdot n \cdot 100}{P \cdot f}, \text{ где}$$

$S_x$  – площадь пика пропиленглициомочевина на хроматограмме испытуемого образца, (AU);

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

$V$  – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см<sup>3</sup>;

$P$  – навеска анализируемого образца, г;

$f$  – полнота извлечения пропиленглициомочевина, приведенная в табл. 2, %;

$n$  – коэффициент, учитывающий отбор аликвоты экстракта.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор пропиленглициомочевина с концентрацией 1.0 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

### 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

$X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мг/кг;  
 $r$  – значение предела повторяемости ( $r = 2,8\sigma_r$ ).

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

## 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}$$

$\delta$  – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

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

*«содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения» (например: менее 0,01 мг/кг\*, где \* – 0,01 мг/кг – предел обнаружения пропиленгликольсоединения в винограде).*

## 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  $C_0$  должна удовлетворять условию:

$$C_0 = \Delta_{i,x} + \Delta_{i,x'}, \text{ где}$$

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

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

$\delta$  – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

Результат контроля процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_{\delta}, \text{ где}$$

$\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_{\delta}$  – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{\alpha, X'}^2 + \Delta_{\alpha, X}^2} \quad (1)$$

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 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 предела 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 пропиленгликольсоединения в воде,  
почве, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**МУК 4.1.3267—15**

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Н. В. Кожока  
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 25.01.16

Формат 60x84/16

Тираж 125 экз.

Печ. л. 1,0  
Заказ 4

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  
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89