

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств  
азоксистробина и его метаболита  
Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах  
сахарной свеклы методом  
высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.3510—17

Издание официальное

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
азоксистрибина и его метаболита  
Z-азоксистрибина в ботве и корнеплодах  
сахарной свеклы методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3510—17**

ББК 51.23  
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств азоксисробина и его метаболита Z-азоксисробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—15 с.

ISBN 978–5–7508–1669–9

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская, А. А. Далинова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 ноября 2017 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 29 декабря 2017 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

ISBN 978–5–7508–1669–9

© Роспотребнадзор, 2018

## УТВЕРЖДАЮ

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

А. Ю. Попова

29 декабря 2017 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств азоксистробина и  
его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах  
сахарной свеклы методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3510—17**

Свидетельство об аттестации методики измерений № 01.5.04.237/  
01.00043/2016.

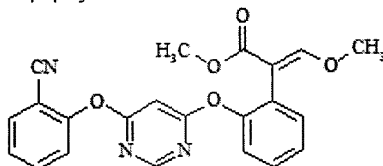
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации азоксистробина и его метаболита Z-азоксистробина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Азоксистробин**

Метил (E)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Структурная формула:



Молекулярная масса: 403,4.

Брутто формула: C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>.

Бесцветное кристаллическое вещество без цвета и запаха.

Температура плавления: 116 °С. Давление паров:  $1,1 \times 10^{-7}$  МПа (20 °С). Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода  $K_{ow} \log P = 2,5$  (20 °С).

Растворимость в воде (20 °С): – 6 мг/дм<sup>3</sup>. Растворимость (г/дм<sup>3</sup>, 20 °С): в гексане – 0,057, в толуоле – 55, ацетонитриле – 340, метаноле – 20, октаноле – 20, ацетоне – 86. Гидролитически стабилен при комнатной температуре при pH 3—10. Фотолиз азоксистробина протекает с образованием Z-изомера.

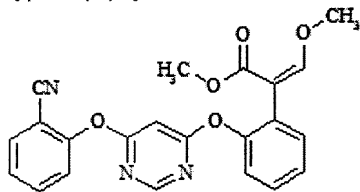
*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая пероральная токсичность для крыс ЛД<sub>50</sub> > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность ЛД<sub>50</sub> > 2 000 мг/кг, ингаляционная токсичность ЛК<sub>50</sub> > 0,7 мг/м<sup>3</sup>. Малотоксичен для пчел и шмелей.

*Область применения.* Фунгицид системного и контактного действия, имеет длительный защитный эффект, высокоэффективен против возбудителей ложной и мучнистой настоящей росы, пятнистости листьев зерновых, ржавчины и корневых гнилей на рисе, томате, картофеле и др.

#### Z-азоксистробин

Метил (Z)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Структурная формула:



Молекулярная масса: 403,4.

Брутто формула: C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>.

Кристаллическое вещество желтого цвета, физико-химические свойства близки к свойствам азоксистробина.

Гигиенические нормативы для азоксистробина в России: МДУ в овощах со съедобными клубнями и корнями (кроме картофеля) – 1,0 мг/кг.

### 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

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	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 повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r$ , %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$ , % ( $P = 0,95$ )
<b>Азоксистробин</b>						
Ботва	0,05—0,5	25	11	15	31	42
Корнеплоды	0,05—0,5	25	11	15	31	42
<b>Z-азоксистробин</b>						
Ботва	0,05—0,5	25	11	15	31	42
Корнеплоды	0,05—0,5	25	11	15	31	42

\*) соответствует расширенной неопределенности  $U_{\text{отн}}$  (в относительных единицах) при коэффициенте охвата  $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения азоксистробина и Z-азоксистробина, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для  $n = 20$ ,  $P = 0,95$

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
<b>Азоксистробин</b>					
Ботва	0,05	0,05—0,5	88,5	4,73	2,07
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	85,6	3,68	1,61
<b>Z-азоксистробин</b>					
Ботва	0,05	0,05—0,5	88,4	5,77	2,53
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	84,3	4,24	1,86

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении азоксистробина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после извлечения из образцов ацетонитрилом в присутствии цитратного буфера, насыщенного сульфатом магния, и обеспечивающего разделение водной и органической фаз; очистке ацетонитрильного экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции и на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация азоксистробина 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 УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 150 г, предел допустимой погрешности 5 мг	ГОСТ 53228—08
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 81/210 г, предел допустимой погрешности 0,1/0,3 мг	ГОСТ 53228—08
Дозаторы пипеточные переменного объема от 10 до 100 мм <sup>3</sup> и от 100 до 1 000 мм <sup>3</sup>	ГОСТ 23932—90
Колбы мерные на 100, 500 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 23932—90
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

Z-азоксистробин, с содержанием основного вещества 97,3 %

Азоксистробин, с содержанием основного вещества 99,3 %

Ацетон, осч

Ацетонитрил для ВЭЖХ

ТУ 2633-048-7811997

ТУ 2634-002-04715285—12

Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Гексан, чда	ТУ 2631-001-54260861—13
Динатрия цитрат сесквигидрат, 99 %	
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Магний серноокислый безводный, 99 %	
Натрий серноокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия цитрат двуводный, 99 %	
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, с постоянной активностью 0,6 г	ТУ 4215-002-0545-931—94
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005М ортофосфорной кислоты в соотношении 45 : 55	
Смесь первичных и вторичных аминов, № 5982-5753	
Элюент № 1: гексан–ацетон в соотношении 4 : 1 по объему	
Элюент № 2: гексан–ацетон в соотношении 2 : 1 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 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Воздушный испаритель	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 и 15 см <sup>3</sup>	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	ТУ 4389-007-44330709—11
Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин	

**Примечание.** Допускается использование вспомогательных устройств и материалов 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—15.

**4.3.** При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см<sup>2</sup>), необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утв. Приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

#### **5. Требования к квалификации операторов**

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

#### **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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к определению

### 7.1. Кондиционирование колонки

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

### 7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают 2,5 см<sup>3</sup> элюента № 2, затем 3 см<sup>3</sup> элюента № 1.

### 7.3. Приготовление растворов

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

### 7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

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

7.4.3. *Приготовление градуировочных растворов*. Градуировочные растворы с концентрациями азоксистробина и Z-азоксистробина 0,05 + 0,05; 0,1 + 0,1; 0,2 + 0,2; 0,5 + 0,5 мкг/см<sup>3</sup> соответственно, готовят методом последовательного разбавления по объему, используя подвижную фазу.

7.4.3.1. *Раствор № 1 с концентрацией 0,5 + 0,5 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 0,1 см<sup>3</sup> основного раствора азоксистробина и 0,1 см<sup>3</sup> основного раствора Z-азоксистробина и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.3.2. *Раствор № 2 с концентрацией 0,2 + 0,2 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 4,0 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.4.3.4. Раствор № 4 с концентрацией  $0,05 + 0,05 \text{ мкг/см}^3$ : в мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $1 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до подвижной фазой.

Основные растворы азоксиробина и Z-азоксиробина можно хранить в холодильнике при температуре  $0—4 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения азоксиробина и Z-азоксиробина используют ацетонитрильные растворы веществ, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

### 7.5. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация азоксиробина и его метаболита в растворе) в хроматограф вводят по  $10 \text{ мм}^3$  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 азоксиробина и его метаболита 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 азоксиробина в градуировочном растворе;

$C_k$  – результат контрольного измерения массовой концентрации азоксиробина в градуировочном растворе;

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

### **7.6. Проверка хроматографического поведения азоксистробина и его метаболита на патроне для твердофазной экстракции**

В круглодонную колбу емкостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора азоксистробина и его метаболита с концентрацией 0,5 + 0,5 мкг/см<sup>3</sup>. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> ацетона, добавляют 9 см<sup>3</sup> гексана и переносят на подготовленный патрон. Промывают патрон 3 см<sup>3</sup> элюента № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют азоксистробин и его метаболит 10 см<sup>3</sup> элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см<sup>3</sup>, упаривают досуха, растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют по п. 9.3.

Фракции, содержащие азоксистробин и его метаболит объединяют и вновь анализируют. Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

## **8. Отбор проб и хранение**

Отбор проб свеклы производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79), а также в соответствии с ГОСТ Р 52647—06 «Свекла сахарная. Технические условия». Для длительного хранения аналитические пробы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С и хранят до анализа в герметичной полиэтиленовой упаковке.

## **9. Проведение определения**

### **9.1. Определение азоксистробина и его метаболита в ботве и корнеплодах свеклы**

Навеску измельченной матрицы 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, последовательно добавляют 10 см<sup>3</sup> ацетонитрила, 4 г безводного сульфата магния, 1 г хлористого натрия, 1 г цитрата натрия двуводного и 0,5 г динатрия цитрата сесквигидрата. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают 5 см<sup>3</sup>, переносят в центрифужную пробирку вместимостью

15 см<sup>3</sup>, содержащую 150 мг смеси первичных и вторичных аминов и 900 мг безводного сульфата магния. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают 1 см<sup>3</sup>, упаривают досуха в токе воздуха при температуре не более 40 °С. Сухой остаток чистят на патроне для твердофазной экстракции Диапак С (п. 9.2).

### **9.2. Очистка на патроне для твердофазной экстракции**

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов (п. 9.1), растворяют в 1 см<sup>3</sup> ацетона, добавляют 9 см<sup>3</sup> гексана и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Промывают патрон 3 см<sup>3</sup> элюента № 1. Азоксиэробин и его метаболит элюируют 5 см<sup>3</sup> элюента № 2. Элюат переносят в круглодонную колбу емкостью 25 см<sup>3</sup> и упаривают досуха при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют по п. 9.3.

### **9.3. Условия хроматографирования**

Ультразффективный жидкостной хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 45 : 55. Скорость потока элюента: 0,2 см<sup>3</sup>/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 245 нм. Объем вводимой пробы 10 мм<sup>3</sup>.

## **10. Обработка результатов анализа**

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

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

$S_x$  – площадь пика азоксиэробина или его метаболита на хроматограмме испытуемого образца (AU);

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

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

$P$  – навеска анализируемого образца, г.

Содержание остаточных количеств азоксистробина и его метаболита в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор азоксистробина с концентрацией 0,05 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной фазой.

### 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

$X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мкг/кг;

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

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

### 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

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

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

$\delta$  – 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 «меньше нижней границы определения» (например: менее 0,05 мкг/кг\*, где \* 0,05 мкг/кг – предел обнаружения азоксистробина в корнеплодах свеклы).*

### 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  $C_d$  должна удовлетворять условию:

$$C_d = \Delta_{s,X} + \Delta_{s,X'}, \text{ где}$$

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

$$\Delta_l = \pm 0,84 \Delta$$

$\Delta$  – 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:

$$K_k = X' - X - C_d, \text{ где}$$

$X$ ,  $X'$ ,  $C_d$  – 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:

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

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 азоксистеробина и его  
метаболита Z-азоксистеробина в ботве и корнеплодах сахарной  
свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3510—17**

Редактор Л. С. Кучурова  
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 24.12.18

Формат 60x88/16

Тираж 100 экз.

Печ. л. 1,0  
Заказ 79

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  
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Реализация печатных изданий, тел.: 8 (495) 633-86-59