

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств  
гекситиазокса в зеленой массе, бобах и  
масле сои методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.3324—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  
гекситиазокса в зеленой массе, бобах и  
масле сои методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3324—15**

ББК 51.23  
О-62

О-62 **Определение остаточных количеств гекситазоксида в зеленой массе, бобах и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—14 с.

ISBN 978—5—7508—1473—2

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

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 17 декабря 2015 г. № 2).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 28 декабря 2015 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

ISBN 978—5—7508—1473—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

28 декабря 2015 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств гекситиазокса  
в зеленой массе, бобах и масле сои методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3324—15**

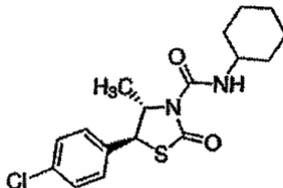
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.196/01.00043/  
2015 от 01.06.2015

Настоящие методические указания устанавливают порядок приме-  
нения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для оп-  
ределения остаточных количеств гекситиазокса в диапазонах: в бобах и  
масле сои 0,05—0,5 мг/кг, в зеленой массе 0,1—1,0 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Гекситиазокс**

(4*RS*,5*RS*)-5-(4-Clorophenyl)-*N*-cyclohexyl-4-methyl-2-oxothiazolidine-  
3-carboxamide (ИЮПАК)



$C_{17}H_{21}ClN_2O_2S$

Молекулярная масса: 352,6.

Химически чистое вещество представляет собой бесцветные кри-  
сталлы.

Температура плавления: 108,0—108,5 °С.

Давление пара при 20 °С: 0,0034 мПа.

Растворимость: в воде – 0,5 мг/дм<sup>3</sup> (при 20 °С), в хлороформе – 1 379, метаноле – 206, ацетоне – 160, ацетонитриле – 28,6, гексане – 4 (г/дм<sup>3</sup>, при 20 °С).

Стабильность: стабилен к воздействию света, воздуха, нагревания до 300 °С, в кислых и щелочных средах. Для водных растворов на свету DT<sub>50</sub> = 16,7 дней.

*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая пероральная токсичность LD<sub>50</sub> для крыс и мышей > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD<sub>50</sub> для крыс превышает 5 000 мг/кг. Ингаляционная токсичность LC<sub>50</sub> (4 часа) для крыс – более 2 мг/м<sup>3</sup> воздуха. Оказывает раздражающее действие на слизистую глаз, не оказывает – на кожу. Класс опасности по ВОЗ – У. Не токсичен для пчел.

*Область применения препарата.* Акарицид с овицидной, ларвицидной и нимфацидной активностью в отношении многих видов фитофаговых клещей на плодовых, цитрусовых, овощных культурах, винограде и хлопке.

Гигиенические нормативы для гекситиазокса в России: ВМДУ хлопчатник (семена – 0,5, масло – 0,1 мг/кг), 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

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, % (P = 0,95)	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>г</sub> , %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>Р</sub> , %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, % (P = 0,95)
Бобы сои	0,05—0,5	22	7	11	20	31
Масло сои	0,05—0,5	22	7	11	20	31
Зеленая масса	0,1—1,0	23	8	12	22	34

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

Таблица 2

Полнота извлечения гекситиазокса, стандартное отклонение,  
доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95, n = 20$				
	предел количественного определения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, $\pm$ , %
Бобы сои	0,05	0,05—0,5	84,6	1,27	3,36
Масло сои	0,05	0,05—0,5	83,0	1,83	4,85
Зеленая масса	0,1	0,1—1,0	82,5	2,21	5,85

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении гекситиазокса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов зеленой массы, бобов и масла сои ацетонитрилом, очистки в системе несмешивающихся растворителей и на патронах для твердофазной экстракции.

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

ГОСТ 53228—08

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

ГОСТ 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—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Гекситазокс с содержанием основного вещества 99,9 %	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Магний сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4523—67
n-Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 90 : 10	
Смесь № 1: гексан—этилацетат в соотношении 4 : 1 по объему	
Смесь № 2: гексан—этилацетат в соотношении 90 : 10 по объему	
Этилацетат, хч	ГОСТ 22300—76

**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 бифункциональными полярными группами С18, (250 × 4,6) мм, 5 мкм	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции	
Воронки делительные вместимостью 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 25, 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737—93
Патроны для твердофазной экстракции, заполненные слабокислым сорбентом на основе силикагеля с постоянной активностью, 0,4 г	ТУ 4215-002-05451931—94
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см <sup>3</sup>	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, с пределом вакуума до 10 мбар	
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	ТУ 4389-007-44330709—11

Центрифуга со скоростью вращения  
4 000 об./мин

**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 выполняются 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 аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы ( $1,0 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) до стабилизации нулевой линии.

### 7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают  $3 \text{ см}^3$  смеси № 1, затем  $3 \text{ см}^3$  гексана.

### 7.3. Приготовление растворов

7.3.1.  $0,005 \text{ М}$  раствор ортофосфорной кислоты: ( $0,5 \pm 0,01$ ) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом  $1 \text{ дм}^3$ , растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 месяца.

7.3.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с  $0,005 \text{ М}$  раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 90 : 10 по объему, используя мерные цилиндры. Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 месяца.

7.3.3. Для приготовления ацетонитрила, насыщенного гексаном, в делительной воронке интенсивно встряхивают гексан и ацетонитрил в соотношении 1 : 5 по объему и после разделения отбирают нижний слой. Используют непосредственно после приготовления.

### 7.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.4.1. Основной раствор с концентрацией  $0,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$ : точную навеску гекситиазокса ( $50 \pm 0,5$ ) мг помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями гекситиазокса  $0,25$ ,  $0,5$ ,  $1,0$ ,  $2,5$  и  $5,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$  готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и  $0,005 \text{ М}$  ортофосфорной кислоты в соотношении 90 : 10).

7.4.2. Раствор № 1 с концентрацией  $5,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$ : в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $1,0 \text{ см}^3$  основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.3. Раствор № 2 с концентрацией  $2,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$ : в мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $4 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.4. Раствор № 3 с концентрацией  $1,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$ : в мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $2 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.5. *Раствор № 4 с концентрацией 0,5 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.

7.4.6. *Раствор № 5 с концентрацией 0,25 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.

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 гекситазокса 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 гекситазокса в растворе) в хроматограф вводят по 20 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 гекситазокса в градуировочном растворе.

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

$$C = K S, \text{ где}$$

$S$  — 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 гекситазокса в градуировочном растворе,

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

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

#### **7.6. Проверка хроматографического поведения гекситиазокса на патроне для твердофазной экстракции**

В круглодонную колбу емкостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора гекситиазокса с концентрацией 1 мкг/см<sup>3</sup>. Растворитель удаляют в вакууме. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> гексана и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см<sup>3</sup> гексана и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 см<sup>3</sup> гексана и 3 см<sup>3</sup> смеси № 2, элюат отбрасывают. Затем элюируют гекситиазокс смесью № 1 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. 9.4.

Фракции, содержащие гекситиазокс, объединяют и вновь анализируют.

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

**Примечание.** Проверку хроматографического поведения гекситиазокса следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может измениться 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 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Пробы зеленой массы хранят в морозильной камере при температуре –18 °С. Для длительного хранения зерно сои подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного 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 закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

### **9. Проведение определения**

#### **9.1. Экстракция гекситиазокса из бобов и масла сои**

Навеску измельченных бобов (10 г) или масла (10 г) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, до-

бавляют 30 см<sup>3</sup> ацетонитрила, насыщенного гексаном, пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют (скорость вращения центрифуги — 4 000 об./мин.). Ацетонитрил декантируют в делительную воронку. Экстракцию повторяют 20 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Объединенные ацетонитрильные фракции дважды, порциями по 10 см<sup>3</sup>, промывают гексаном, и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке на патроне по п. 9.3.

### **9.2. Экстракция гекситиазокса из зеленой массы сои**

Навеску измельченной зеленой массы (5 г) помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 40 см<sup>3</sup> ацетонитрила, 4 г безводного сульфата магния и 1 г хлорида натрия, пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют. Ацетонитрил декантируют и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток подвергают очистке на патроне по п. 9.3.

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

Сухой остаток, полученный по пп. 9.1–9.2, растворяют в 1 см<sup>3</sup> гексана, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см<sup>3</sup> гексана и также наносят на патрон. Патрон промывают 10 см<sup>3</sup> гексана и 3 см<sup>3</sup> смеси № 2, элюат отбрасывают. Гекситиазокс элюируют 5 см<sup>3</sup> смеси № 1, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С, остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 20 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

### **9.4. Условия хроматографирования**

Высокоэффективный жидкостный хроматограф с УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми бифункциональными полярными группами C18, (250 × 4,6) мм, 5 мкм. Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: ацетонитрил и 0,005 М ортофосфорная кислота в соотношении 90 : 10. Скорость потока элюента: 1,0 см<sup>3</sup>/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора — 225 нм. Объем вводимой пробы — 20 мм<sup>3</sup>. Время удерживания гекситиазокса — (6,1 ± 0,1) мин.

### 10. Обработка результатов анализа

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

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

$S_x$  – площадь пика гекситаiazокса на хроматограмме испытуемого образца, мм<sup>2</sup> (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 гекситаiazокса в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор гекситаiazокса с концентрацией 5,0 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 ( $r = 2,8\sigma$ ).

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;

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

$\delta$  – 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 менее нижней границы определения» (например: менее 0,05 мг/кг\*, где \* – 0,05 мг/кг – предел обнаружения гекситиазокса 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  $C_d$  должна удовлетворять условию:

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

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

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

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:

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

$\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_d$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,\bar{x}}^2 + \Delta_{n,\bar{r}}^2} \quad (1)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ( $K_n$ ) с нормативом контроля ( $K$ ).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

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

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, выполненными 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 гекситиазокса в зеленой массе,  
бобах и масле сои методом высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3324—15**

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редакторы Н. В. Кожока, Ю. А. Паршина  
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 31.10.2016

Формат 60x88/16

Тираж 125 экз.

Печ. л. 1,0  
Заказ 58

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