Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

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

gost.e-ecolog.ru

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 гекситиазокса 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

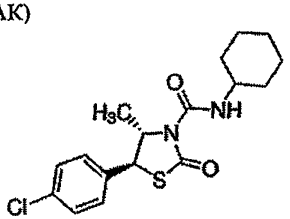
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.196/01.00043/ 2015 от 01.06.2015

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения 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 кристаллы.

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

Давление пара при 20 °С: 0,0034 мПа.

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

Стабильность: стабилен к воздействию света, воздуха, нагревания до 300 °С, в кислых и щелочных средах. Для водных растворов на свету DT_{50} = 16,7 дней.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс и мышей > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для крыс превышает 5 000 мг/кг. Ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 2 мг/м^3 воздуха. Оказывает раздражающее действие на слизистую глаз, не оказывает – на кожу. Класс опасности по ВОЗ – U. 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_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_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)
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 $U_{отн.}$ 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, ±, %
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 $см^3$ — ГОСТ 23932—90

Микродозаторы одноканальные переменного объема от 100 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$

Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$ — 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
Гекситиазокс с содержанием основного вещества 99,9 %	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Магний сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4523—67
н-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 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 25, 100 $см^3$	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 $см^3$	
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 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 (1,0 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патрон промывают 3 $см^3$ смеси № 1, затем 3 $см^3$ гексана.

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 $дм^3$, 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 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 мг/$см^3$: точную навеску гекситиазокса (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, 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 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 90 : 10).

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

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

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

7.4.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,5 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,25 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 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 гекситиазокса 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 гекситиазокса в растворе) в хроматограф вводят по 20 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 гекситиазокса 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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации гекситиазокса в градуировочном растворе,

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации гекситиазокса в градуировочном растворе,

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

7.6. Проверка хроматографического поведения гекситиазокса на патроне для твердофазной экстракции

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 стандартного раствора гекситиазокса с концентрацией 1 мкг/см^3. Растворитель удаляют в вакууме. Остаток растворяют в 1 см^3 гексана и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см^3 гексана и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 10 см^3 гексана и 3 см^3 смеси № 2, элюат отбрасывают. Затем элюируют гекситиазокс смесью № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см^3, упаривают досуха, растворяют в 1 см^3 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 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 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^3, до-

бавляют 30 см^3 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^3 ацетонитрила. Объединенные ацетонитрильные фракции дважды, порциями по 10 см^3, 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^3, добавляют 40 см^3 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^3 гексана, наносят на предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают 1 см^3 гексана и также наносят на патрон. Патрон промывают 10 см^3 гексана и 3 см^3 смеси № 2, элюат отбрасывают. Гекситиазокс элюируют 5 см^3 смеси № 1, элюат собирают, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С, остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и 20 мм^3 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 С18, (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^3/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора – 225 нм. Объем вводимой пробы – 20 мм^3. Время удерживания гекситиазокса – (6,1 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

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

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

S_x – площадь пика гекситиазокса на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

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

V – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см^3;

P – навеска анализируемого образца, г.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор гекситиазокса с концентрацией 5,0 мкг/см^3, 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:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ 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 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 $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,X} + \Delta_{л,X'}, \text{ где}$$

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

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

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 $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – 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:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (2)$$

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):

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

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 Печ. л. 1,0
Тираж 125 экз. 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

gost.e-ecolog.ru