

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств  
клатианидина в зерне гороха, капусте,  
томатах и томатном соке, плодах и соке  
косточковых, ягодах и соке черной  
смородины методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.3511—17

Издание официальное

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
клотридиона в зерне гороха, капусте, томатах  
и томатном соке, плодах и соке косточковых,  
ягодах и соке черной смородины методом  
высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3511—17**

ББК 51.23

О-60

О-60 **Определение остаточных количеств клотиамидина в зерне гороха, капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке косточковых, ягодах и соке черной смородины методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—14 с.

ISBN 978–5–7508–1668–2

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская, Е. Ю. Алексеев, Д. Р. Салимов), Санкт-Петербург, Пушкин.

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 978–5–7508–1668–2

## 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 клотианидина  
в зерне гороха, капусте, томатах и томатном соке,  
плодах и соке косточковых, ягодах и соке черной  
смородины методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3511—17**

Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений  
№ 01.5.04.236/01.00043/2016.

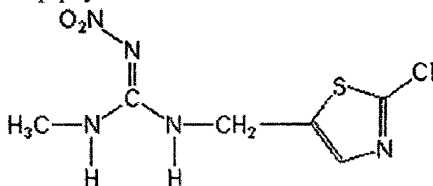
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации клотианидина в зерне гороха, капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке плодовых косточковых, ягодах и соке черной смородины в диапазоне концентраций 0,02—0,2 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Клотианидин**

(Е)-1-(2-хлор-1,3-тиазол-5-илметил)-3-метил-2-нитрогуанидин (IUPAC).

Структурная формула:



Молекулярная масса: 249,7.

Брутто формула: C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>5</sub>O<sub>2</sub>S.

Клотианидин представляет собой порошок без цвета и запаха.

Температура плавления: 176,8 °С. Давление пара:  $1,3 \times 10^{-4}$  МПа (25 °С). Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода  $K_{ow} \lg P = 0,7$  (25 °С),  $pK_a = 11,09$  (20 °С).

Растворимость в воде (20 °С): 0,304 (рН 4), 0,34 (рН 10) г/дм<sup>3</sup>. Растворимость (г/дм<sup>3</sup>, 25 °С): в гептане < 0,001, в ксилоле – 0,013, дихлорметане – 1,32, метаноле – 6,26, октаноле – 0,94, ацетоне – 15,2, этилацетате – 2,03.

*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая оральная токсичность для крыс  $LD_{50} > 5\,000$  мг/кг, ингаляционная токсичность для крыс  $LC_{50}$  (4 ч)  $> 6,1$  мг/дм<sup>3</sup>. Не мутаген, не онкоген для крыс и мышей, не тератоген для крыс и кроликов. При прямом контакте опасен для пчел, но не опасен при использовании в качестве протравителя и в случае обработок не непосредственно на цветущие культуры.

*Область применения.* Инсектицид из группы неоникотиноидов для борьбы с сосущими и грызущими насекомыми на рисе, кукурузе, рапсе, овощных и фруктовых культурах. Используется для протравливания семян, обработки почвы и вегетирующей культуры.

Гигиенические нормативы для клотианидина в России: МДУ в томатах – 0,05; капусте – 0,2; плодовых косточковых – 0,2; ягодах и других мелких фруктах – 0,07 мг/кг; в зерне гороха 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 ( $P = 0,95$ ), $\pm\delta$ , %)	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_p$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое 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), $R$ , % ( $P = 0,95$ )
1	2	3	4	5	6	7

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6	7
Зерно гороха	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Капуста	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Томаты	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Томатный сок	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Плоды косточковых (вишня)	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Сок косточковых (сок вишни)	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Ягоды смородины	0,02—0,2	25	10	13	28	36
Сок смородины	0,02—0,2	25	10	13	28	36

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

Таблица 2

Полнота извлечения клотианидина, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для  $n = 20$ ,  $P = 0,95$

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Зерно гороха	0,02	0,02—0,2	84,3	3,45	1,52
Капуста	0,02	0,02—0,2	82,2	3,01	1,32
Томаты	0,02	0,02—0,2	84,0	3,71	1,62
Томатный сок	0,02	0,02—0,2	83,4	3,83	1,68
Плоды косточковых (вишня)	0,02	0,02—0,2	80,0	2,82	1,24
Сок косточковых (сок вишни)	0,02	0,02—0,2	84,8	3,80	1,67
Ягоды смородины	0,02	0,02—0,2	86,1	3,76	1,65
Сок смородины	0,02	0,02—0,2	79,6	2,69	1,18

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении клотианидина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после извлечения из образцов ацето-

нитрилом в присутствии цитратного буфера, насыщенного сульфатом магния, и обеспечивающего разделение водной и органической фаз; очистке ацетонитрильного экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции при одновременном удалении воды безводным сульфатом магния.

Идентификация клотианидина 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

Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Кислота ортофосфорная 98 %, хч	ГОСТ 6552—80
Клотианидин, с содержанием основного вещества 95,0 %	
Динатрия цитрат сесквигидрат, 99 %	
Магний сернокислый безводный, 99 %	
Натрий сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77

Натрия цитрат двуводный, 99 %  
 Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005М ортофосфорной кислоты в соотношении 30 : 70 или 25 : 75  
 Смесь первичных и вторичных аминов,  
 № 5982-5753.

**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  
 Воздушный испаритель с термостатом  
 Мельница зерновая  
 Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 и 15 см<sup>3</sup>  
 Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)  
 Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин.

ТУ 4389-007-44330709—11

**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—90.

**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 ( $20 \pm 5$ ) °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 ( $0,5—1,0 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) до стабилизации нулевой линии.

### **7.2. Приготовление растворов**

7.2.1. *0,005M раствор ортофосфорной кислоты*:  $0,5 \pm 0,01 \text{ г}$  98% ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом  $1 \text{ дм}^3$ , растворяют в деионизированной воде и доводят объем до метки.

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

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

7.3.2. *Приготовление градуировочных растворов*. Градуировочные растворы с концентрациями клотианидина 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2 и

1,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят методом последовательного разбавления по объему, используя ацетонитрил).

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

7.3.2.2. *Раствор № 2 с концентрацией 0,2 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.

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

7.3.2.4. *Раствор № 3 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.

7.3.2.5. *Раствор № 4 с концентрацией 0,02 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 1,0 см<sup>3</sup> раствора № 2 и доводят объем до подвижной фазой.

7.3.2.6. *Раствор № 5 с концентрацией 0,01 мкг/см<sup>3</sup>*: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 1,0 см<sup>3</sup> раствора № 3 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

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

#### 7.4. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика — концентрация клотианидина 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 клотианидина 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 клотианидина в градуировочном растворе;

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

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

## 8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79). Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 6201—68 «Горох шлифованный. Технические условия». Пробы гороха хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Пробы капусты отбирают в соответствии с ГОСТ 1724—85 «Капуста белокочанная свежая, заготавливаемая и поставляемая. Технические условия (с Изменениями № 1—4)»; томатов – в соответствии с ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Технические условия». Отбор проб вишни производят в соответствии с ГОСТ 21921—76 «Вишня свежая. Технические условия» и ГОСТ Р 56672—15 «Вишня свежая для промышленной переработки. Технические условия»; смородины – в соответствии с ГОСТ 6829—15 «Смородина черная свежая. Технические условия». Пробы капусты, томатов и томатного сока, вишни и вишневого сока, смородины и смородинового сока хранят до анализа в герметичной таре в морозильной камере при температуре не выше  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , в холодильнике сок хранят при температуре  $0\text{—}4\text{ }^{\circ}\text{C}$  в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Определение клотианидина в зерне гороха, в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке плодовых косточковых (вишня), ягодах и соке черной смородины

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> и упаривают растворитель в токе воздуха. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют ВЭЖХ по п. 9.2.

### 9.2. Условия хроматографирования

Высокоэффективный жидкостной 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 – 0,005М Н<sub>3</sub>РO<sub>4</sub> в соотношении 30 : 70 (для проб плодов и сока вишни, ягод и сока смородины); в соотношении 25 : 75 (для проб гороха, капусты, плодов и сока томатов). Скорость потока элюента 1 см<sup>3</sup>/мин. Длина волны 270 нм. Объем вводимой пробы 20 мм<sup>3</sup>.

## 10. Обработка результатов анализа

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

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

*S<sub>x</sub>* – площадь пика клотианидина 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.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор клоптианидина с концентрацией 0,2 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, мг/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:

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

$\bar{X}$  – 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 0,02 мг/кг\*, где \* 0,02 мг/кг – предел обнаружения клотианидина в капусте).

### 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  $C_{\delta}$  должна удовлетворять условию:

$$C_{\delta} = \Delta_{a,x} + \Delta_{a,x'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{a,x} (\pm \Delta_{a,x'})$  – 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:

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

$\Delta$  – 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:

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

$X'$ ,  $X$ ,  $C_{\delta}$  – 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:

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

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 клотиаидина в зерне гороха,  
капuste, томатах и томатном соке, плодах и соке косточковых,  
ягодах и соке черной смородины методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3511—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 80

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