ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58481— 2019

СРЕДСТВА РОДЕНТИЦИДНЫЕ

Методы определения физико-химических показателей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным учреждением науки «Научно-исследовательский институт дезинфектологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителя и благополучия человека (ФБУН НИИДезинфектологии Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 462-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СРЕДСТВА РОДЕНТИЦИДНЫЕ

Методы определения физико-химических показателей

Rodenticides. Methods for the determination of the physical and chemical properties

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические родентицидные средства и устанавливает методы определения внешнего вида, плотности, массы, а также содержания действующего вещества (бродифакума, бромадиолона, варфарина, дифенакума, дифенацина и куматетралила) в родентицидных средствах, выпускаемых в форме растворов и твердых брикетов, а также содержания бродифакума, бромадиолона и дифенакума в родентицидных средствах, выпускаемых в форме зерновых приманок и мягких брикетов.

Настоящий стандарт предназначен для применения при проведении исследований химических дератизационных средств.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 18995.1 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно поверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана дати-

Издание официальное

рованная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования безопасности

3.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по [1], требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

3.2 Помещение должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать предельно допустимые концентрации (ПДК) и ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ), установленные [2] и [3]. Организация обучения работников по безопасности труда — в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

4 Отбор проб

Пробы отбирают в соответствии с документом по стандартизации на испытуемое родентицидное средство.

Объем средней пробы родентицидных средств, выпускаемых в форме растворов, должен быть не менее 0,25 дм^3; в форме зерновых приманок, мягких и твердых брикетов — не менее 0,3 кг.

5 Определение органолептических и физико-химических показателей

5.1 Определение внешнего вида

Внешний вид родентицидных средств определяют визуально. Для этого пробу переносят в химический стакан Н-1-25 ТС по ГОСТ 25336.

5.2 Определение плотности

Плотность родентицидных средств, выпускаемых в форме растворов, определяют по ГОСТ 18995.1.

5.3 Определение средней массы

Среднюю массу одной единицы родентицидного средства определяют для препаративных форм массой от 1 до 50 г.

5.3.1 Аппаратура и материалы

5.3.1.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

5.3.1.2 Стакан Н-2-250 ТХС по ГОСТ 25336.

5.3.2 Проведение испытания

Случайным образом отбирают 10 единиц готовой формы родентицидного средства и взвешивают их с точностью до второго десятичного знака. Среднюю массу одной единицы готовой формы родентицидного средства M, г, вычисляют по формуле

$$M = \frac{M_{10}}{10}, \quad (1)$$

где M_{10} — масса десяти единиц готовой формы родентицидного средства, г.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением с точностью до первого десятичного знака.

За результат вычислений принимают среднеарифметическое значение результатов всех измерений. Результат вычислений записывают с точностью до первого десятичного знака.

6 Определение массовой доли действующих веществ

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы

6.1.1 Хроматограф жидкостный, оснащенный термостатом колонки, устройством ввода пробы с петлевым дозатором объемом 20 мкл, диодно-матричным детектором и градиентным насосом со смешиванием на стороне низкого давления для четырехкомпонентного градиента со встроенным дегазатором. Управление оборудованием, сбор и обработка хроматографических данных осуществляется с помощью программного обеспечения.

6.1.2 Колонка аналитическая длиной 250 мм, диаметром 4,6 мм, заполненная силикагелем с привитой фазой С18 или сферическим ультрачистым силикагелем, с диаметром частиц не более 5 мкм и с размером пор 120 Å.

6.1.3 Весы лабораторные общего назначения высокого класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6.1.4 Система очистки воды, обеспечивающая получение деионизованной воды с удельным сопротивлением не менее 18,2 МОм · см.

6.1.5 Ванна ультразвуковая.

6.1.6 Испаритель вакуумно-роторный, позволяющий проводить упаривание в колбах вместимостью до 1 $дм^3$ включительно и снабженный вакуумным насосом, обеспечивающим остаточное давление не более 25 мм рт. ст.

6.1.7 Дозаторы одноканальные механические с варьируемым объемом дозирования 100—1000 мкл и 1—5 мл.

6.1.8 Колбы Кн-1–50–14/23 ТС и Кн-1–100–29/32 ТС по ГОСТ 25336.

6.1.9 Колба К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

6.1.10 Колбы мерные 2–25–2, 2–50–2 и 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

6.1.11 Пробирки центрифужные полипропиленовые с винтовой крышкой вместимостью 50 $см^3$.

6.1.12 Воронки фильтровальные ВФ-1-32-пор 40 ТХС и ВФ-1-32-пор 16 ТХС по ГОСТ 25336.

6.1.13 Ацетон для хроматографии по [4].

6.1.14 Гексан для хроматографии по [5].

6.1.15 Ацетат аммония для ВЭЖХ.

6.1.16 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

6.1.17 Стандарт аналитический бродифакума (CAS 56073-10-0) с содержанием основного вещества не менее 98 %.

6.1.18 Стандарт аналитический бромадиолона (CAS 28772-56-7) с содержанием основного вещества не менее 90 %.

6.1.19 Стандарт аналитический варфарина (CAS 81-81-2) с содержанием основного вещества не менее 98 %.

6.1.20 Стандарт аналитический дифенакума (CAS 56073-07-5) с содержанием основного вещества не менее 98 %.

6.1.21 Стандарт аналитический дифенацина (CAS 82-66-6) с содержанием основного вещества не менее 90 %.

6.1.22 Стандарт аналитический куматетралила (CAS 5836-29-3) с содержанием основного вещества не менее 98 %.

6.1.23 Кислота уксусная химически чистая ледяная по ГОСТ 61.

Допускается применение других средств измерений и оборудования, не уступающим вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, обеспечивающих необходимую точность измерений, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

6.2 Подготовка к выполнению измерения

6.2.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией изготовителя. Подготовку колонки к работе проводят в соответствии с рекомендациями изготовителя. Ежедневно перед началом работы колонку кондиционируют не менее 30 мин при следующих условиях: скорость потока элюента 1,0 мл/мин, элюент — ацетонитрил/0,1 М раствор ацетата аммония с pH = 5,4 (1:1). Температура термостата колонки — 25 °С.

6.2.2 Например, для колонки длиной 250 мм, диаметром 4,6 мм, заполненной сферическим диоксидом кремния, с размером частиц не более 5 мкм соблюдают следующие условия хроматографического анализа:

Элюент А — ацетонитрил.

Элюент В — 0,1 М раствор ацетата аммония с pH = 5,4 (готовят растворением 7,8 г ацетата аммония в 1000 $см^3$ деионизованной воды с последующим доведением pH раствора до 5,4 уксусной кислотой или ацетатом аммония).

Элюент С — вода деионизованная.

Анализ проводят в режиме градиентного элюирования в соответствии с таблицей 1, при следующих условиях:

объем вводимой пробы, мкл..... 10;

температура термостата колонки, °С..... 35;

длина волны диодно-матричного детектора, нм..... 265.

Таблица 1 — Условия хроматографического анализа

Параметр	Время, мин	Доля элюента В, % об	Доля элюента С, % об.	Скорость потока, мл/мин
Градиентное элюирование	0	50,0	0	1,1
	5,0	40,0	0	1,1
	10,0	5,0	0	1,1
	15,0	30,0	0	0,58
	18,0	20,0	25,0	0,56
	20,0	30,0	5,0	0,58
	23,0	30,0	5,0	0,58
	27,0	50,0	0	0,8
	27,1	50,0	0	0,1
	30,0	50,0	0	0,1
Примечание — В зависимости от типа используемого хроматографа и хроматографической колонки допускается изменение условий анализа, обеспечивающих необходимое разделение компонентов пробы.				

6.3 Градуировка хроматографа

6.3.1 Приготовление градуировочных растворов

Для построения градуировочной зависимости используют градуировочные растворы действующего вещества (бродифакума, бромадиолона, варфарина, дифенакума, дифенацина и куматетралила) в ацетонитриле с концентрациями 0,0003 %, 0,001 %, 0,006 %, 0,05 %, и 0,100 %. Растворы хранят в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С не более трех месяцев.

6.3.2 Построение градуировочной зависимости

Каждый градуировочный раствор хроматографируют не менее трех раз в условиях по 6.2.1. Вычисляют площади хроматографических пиков и строят градуировочную зависимость площади хроматографического пика от концентрации действующего вещества вида $y = ax + b$ с помощью программного обеспечения.

6.3.3 Проверка пригодности хроматографической системы

6.3.3.1 Приготовление холостого раствора смеси растворителей деионизованная вода/ацетонитрил (1:1)

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ вносят 12,5 $см^3$ ацетонитрила и 12,5 $см^3$ деионизованной воды, раствор тщательно перемешивают и выдерживают 10 мин. Затем доводят объем раствора до метки ацетонитрилом и тщательно перемешивают.

6.3.3.2 Определение пригодности хроматографической системы

Холостой раствор смеси растворителей деионизованная вода/ацетонитрил (1:1), приготовленный по 6.3.3.1, хроматографируют не менее трех раз в условиях по 6.2.1.

Растворители считают пригодными для использования, если на хроматограммах холостого раствора отсутствуют пики в диапазоне времени удерживания действующего вещества ($t_R \pm 2$ %) с площадью более чем 1 % площади пика определяемого компонента с концентрацией 0,0003 % на хроматограммах градуировочных растворов по 6.3.2.

Коэффициент корреляции для градуировочной зависимости площади хроматографического пика действующего вещества от концентрации, полученной по 6.3.2, должен быть не менее 0,995.

Для хроматограмм градуировочной зависимости, полученных по 6.3.2, среднеквадратическое отклонение (СКО) времени удерживания действующего вещества [СКО (t_R)] должно быть не более 2 %, среднеквадратическое отклонение площади хроматографического пика действующего вещества [СКО (S_i)] должно быть не более 5 %.

На хроматограммах градуировочных растворов значение коэффициента асимметрии A_s хроматографических пиков действующего вещества должно быть от 0,8 до 1,5 и разрешение хроматографических пиков R_s — не менее 1,5.

При выполнении требований пригодности хроматографической системы приступают к выполнению измерений.

6.4 Выполнение измерений

6.4.1 Подготовка пробы

6.4.1.1 Приготовление пробы родентицидного средства, выпускаемого в виде раствора

Отбирают навеску родентицидного средства, содержащую приблизительно 2,5 мг действующего вещества (бродифакума, бромадиолона, варфарина, дифенакума, дифенацина или куматетралила), взвешивают ее с точностью до четвертого десятичного знака и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3 с притертой пробкой. В колбу приливают 50 см^3 ацетонитрила, взвешивают полученный раствор с точностью до четвертого десятичного знака, затем помещают колбу на 10 мин в ультразвуковую ванну. Готовят не менее двух растворов пробы.

6.4.1.2 Подготовка пробы родентицидных средств, выпускаемых в виде зерновых приманок, гранул и мягких брикетов

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 с притертой пробкой помещают навеску родентицидного средства, содержащую приблизительно 0,5 мг действующего вещества (бродифакума, бромадиолона или дифенакума), взятую с точностью до четвертого десятичного знака, прибавляют 50 см^3 ацетона и помещают на 3 ч в ультразвуковую ванну. Затем с помощью фильтровальной воронки отделяют зерно, муку и/или иной наполнитель. Фильтрат помещают в круглодонную колбу и упаривают на роторном испарителе под вакуумом при температуре 55 °С. Остаток из круглодонной колбы количественно, с помощью 7—10 см^3 ацетонитрила, переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см^3. Полученный раствор взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Перед вводом пробы в хроматограф ее фильтруют через PTFE-фильтр с диаметром пор не более 1 мкм. Готовят не менее двух проб.

6.4.1.3 Подготовка пробы родентицидных средств, выпускаемых в виде твердых брикетов

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 с притертой пробкой помещают навеску средства, содержащую приблизительно 0,7 мг действующего вещества (бродифакума, бромадиолона, варфарина, дифенакума, дифенацина или куматетралила), взятую с точностью до четвертого десятичного знака, прибавляют 50 см^3 ацетонитрила и 50 см^3 гексана и перемешивают 12 ч на магнитной мешалке при температуре окружающей среды. Затем отфильтровывают механические примеси с помощью фильтровальной воронки. Фильтрат переносят в делительную воронку, собирают нижнюю ацетонитрильную фракцию и взвешивают ее с точностью до четвертого десятичного знака (M_1). Перед вводом в хроматограф раствор дважды фильтруют с помощью PTFE-фильтра с диаметром пор не более 1 мкм. Гексановую фракцию утилизируют.

6.4.1.4 Подготовка пробы родентицидных средств, выпускаемых в виде твердых брикетов с наполнителем

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 с притертой пробкой помещают навеску родентицидного средства, содержащую приблизительно 1 мг действующего вещества (бродифакума, бромадиолона или дифенакума), взятую с точностью до четвертого десятичного знака, прибавляют 50 см^3 ацетонитрила и 50 см^3 гексана и перемешивают 12 ч на магнитной мешалке при температуре окружающей среды. Затем отфильтровывают механические примеси (наполнитель) с помощью фильтровальной воронки по 6.4.1.3. Фильтрат переносят в делительную воронку, собирают нижнюю ацетонитрильную фракцию и взвешивают ее с точностью до четвертого десятичного знака (M_1). Перед вводом в хроматограф раствор дважды фильтруют с помощью PTFE-фильтра с диаметром пор не более 1 мкм. Гексановую фракцию утилизируют.

Остаток на фильтре (наполнитель) переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3 с притертой пробкой, прибавляют 50 см^3 ацетона и помещают на 3 ч в ультразвуковую баню. Затем с помощью фильтровальной воронки отделяют механические примеси. Фильтрат помещают в круглодонную колбу и упаривают на роторном испарителе под вакуумом при температуре 55 °С. Остаток из круглодонной

колбы количественно, с помощью 7—10 см^3 ацетонитрила, переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см^3. Полученный раствор взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака (M_2). Перед вводом в хроматограф его фильтруют через PTFE-фильтр с диаметром пор не более 1 мкм.

Готовят не менее двух растворов пробы.

6.4.2 Хроматографический анализ

Хроматографический анализ растворов проб выполняют в условиях, приведенных в 6.2.1. Для каждого раствора пробы проводят три параллельных определения. Анализируют не менее двух растворов пробы средств, приготовленных по 6.4.1.

6.5 Обработка результатов

Содержание действующего вещества в растворе анализируемой пробы вычисляют по площади хроматографического пика, используя соответствующую градуировочную зависимость по 6.3.2.

Массовую долю действующего вещества X, %, в родентицидном средстве, выпускаемом в виде раствора, зерновой приманки, гранул, мягкого брикета или твердого брикета, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot M}{m}, \quad (2)$$

где C — вычисленное по 6.3.2 содержание действующего вещества в растворе анализируемой пробы родентицидного средства, %;

M — масса раствора родентицидного средства, полученного по 6.4.1, г;

m — масса навески родентицидного средства, взятая для анализа, г.

Массовую долю действующего вещества X, %, в родентицидных средствах, выпускаемых в виде твердого брикета с наполнителем, приготовленных для анализа по 6.4.1.4, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_1 \cdot M_1 + C_2 \cdot M_2}{m}, \quad (3)$$

где C_1 — вычисленное по 6.3.2 содержание действующего вещества в ацетонитрильной фракции раствора пробы, %;

M_1 — масса ацетонитрильной фракции раствора пробы, г;

C_2 — вычисленное по 6.3.2 содержание действующего вещества в растворе, полученном после обработки наполнителя на фильтре, %;

M_2 — масса раствора, полученного после обработки наполнителя на фильтре, г;

m — масса навески твердого брикета с наполнителем, взятая для анализа, г.

6.6 Оформление результатов анализа

Результат анализа представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta\ \%,\ \text{при}\ P = 0{,}95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли действующего вещества, %;

Δ — граница абсолютной погрешности, %, вычисляемая по формуле

$$\Delta = \delta \cdot \overline{X}/100, \quad (4)$$

где δ — граница относительной погрешности метода, приведенная в таблице 2, %.

Результат измерений и относительная погрешность должны иметь одно и то же число десятичных знаков.

Таблица 2 — Показатели точности результатов измерений

Действующее вещество и анализируемое средство	Диапазон концентрации, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (СКО повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (СКО воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %, при $P = 0,95$	Предел воспроизводимости R, %, при $P = 0,95$
Бродифакум, бромадиолон, варфарин, дифенакум, дифенацин и куматетралил в органических растворителях	От 0,001 до 0,100 включ.	3,0	$0,022\overline{X}$	$0,073\overline{X}$	$0,031\overline{X}$	$0,102\overline{X}$
Бродифакум в мягких брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	15,3	$0,105\overline{X}$	$0,147\overline{X}$	$0,347\overline{X}$	$0,485\overline{X}$
Бродифакум в зерновых приманках	От 0,001 до 0,010 включ.	7,0	$0,052\overline{X}$	$0,073\overline{X}$	$0,172\overline{X}$	$0,240\overline{X}$
Бродифакум в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	5,2	$0,042\overline{X}$	$0,058\overline{X}$	$0,137\overline{X}$	$0,192\overline{X}$
Бродифакум в твердых брикетах с наполнителем	От 0,001 до 0,010 включ.	7,2	$0,055\overline{X}$	$0,077\overline{X}$	$0,182\overline{X}$	$0,254\overline{X}$
Бромадиолон в мягких брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	5,2	$0,042\overline{X}$	$0,058\overline{X}$	$0,137\overline{X}$	$0,192\overline{X}$
Бромадиолон в зерновых приманках	От 0,001 до 0,010 включ.	7,0	$0,052\overline{X}$	$0,073\overline{X}$	$0,172\overline{X}$	$0,240\overline{X}$
Бромадиолон в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	7,8	$0,058\overline{X}$	$0,081\overline{X}$	$0,191\overline{X}$	$0,268\overline{X}$
Бромадиолон в твердых брикетах с наполнителем	От 0,001 до 0,010 включ.	9,3	$0,069\overline{X}$	$0,097\overline{X}$	$0,228\overline{X}$	$0,319\overline{X}$
Варфарин в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	8,5	$0,051\overline{X}$	$0,071\overline{X}$	$0,167\overline{X}$	$0,234\overline{X}$
Дифенакум в мягких брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	20,6	$0,153\overline{X}$	$0,214\overline{X}$	$0,505\overline{X}$	$0,707\overline{X}$
Дифенакум в зерновых приманках	От 0,001 до 0,010 включ.	15,3	$0,105\overline{X}$	$0,147\overline{X}$	$0,347\overline{X}$	$0,485\overline{X}$
Дифенакум в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	11,2	$0,077\overline{X}$	$0,107\overline{X}$	$0,253\overline{X}$	$0,354\overline{X}$
Дифенакум в твердых брикетах с наполнителем	От 0,001 до 0,010 включ.	18,3	$0,126\overline{X}$	$0,176\overline{X}$	$0,415\overline{X}$	$0,581\overline{X}$
Дифенацин в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	10,3	$0,065\overline{X}$	$0,092\overline{X}$	$0,216\overline{X}$	$0,302\overline{X}$
Куматетралил в твердых брикетах	От 0,001 до 0,010 включ.	12,6	$0,084\overline{X}$	$0,117\overline{X}$	$0,276\overline{X}$	$0,386\overline{X}$

Примечание — $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации определяемого компонента в пробе, %.

6.7 Проверка приемлемости результатов измерений

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных измерений действующего вещества, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости:

$$2 \cdot \frac{|X_{max} - X_{min}|}{X_{max} + X_{min}} \le r, \quad (5)$$

где X_{max} — значение наибольшего результата измерения действующего вещества, %;

X_{min} — значение наименьшего результата измерения действующего вещества, %;

r — значение предела повторяемости по таблице 2.

При невыполнении условия приемлемости (5) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют анализ. При необходимости проводят замену аналитической колонки.

6.8 Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляют в соответствии с [6].

6.8.1 Контроль методики

Для контроля методики используют контрольный раствор (см. ниже), содержащий 0,005 % действующего вещества в ацетонитриле.

Анализ раствора проводят по 6.4. Вычисляют массовую долю действующего вещества в контрольном растворе по 6.5 и проверяют выполнение условия приемлемости результатов анализа.

Результаты контроля признают положительными, если выполняется условие

$$|X - X_{St}| \cdot 100/X_{St} \le K,$$

где X — массовая доля действующего вещества в контрольном растворе, полученная по хроматограмме, %;

X_{St} — массовая доля действующего вещества, введенная в контрольный раствор, %;

K — норматив контроля, вычисляемый по 6.8.2.

6.8.2 Алгоритм контрольной процедуры контроля погрешности при оперативном контроле процедуры анализа с использованием метода добавок

Для контроля процедуры измерений используют растворы анализируемых образцов дератизационного средства с внесенным в них известным количеством действующего вещества (добавки).

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата контрольной процедуры K_K с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры K_K вычисляют по формуле

$$K_K = |\overline{C'} - \overline{C} - C_д|, \quad (6)$$

где $\overline{C'}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений массовой доли действующего вещества в пробе с известным количеством добавки, полученное в условиях повторяемости, %;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений массовой доли действующего вещества в пробе без добавки, полученное в условиях повторяемости, %;

$C_д$ — массовая доля дополнительно введенного действующего вещества (добавка), %.

Норматив контроля K вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{C'}} + \Delta^2_{\overline{C}}}, \quad (7)$$

где $\Delta^2_{\overline{C}}$, $\Delta^2_{\overline{C}}$ — значения погрешности результатов измерений, соответствующие массовой концентрации действующего вещества в пробе с известным количеством добавки и в исходной пробе соответственно, вычисленные по формулам:

$$\Delta^2_{\overline{C}} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}; \quad (8)$$

$$\Delta^2_{\overline{C}} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}. \quad (9)$$

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_K \le K.$$

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, устраняют их и повторяют анализ. При необходимости проводят замену аналитической колонки.

Библиография

[1]	Методические рекомендации ПНД Ф 12.13.1-03	Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)
[2]	Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.3532—18	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[3]	Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.2308—07	Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[4]	ТУ 6-09-1707—77	Ацетон для хроматографии (диметилкетон, метилкетон, пропанон-2) химически чистый
[5]	ТУ 2631-158-44493179—13	Гексан химически чистый (ХЧ) без хлора и серы (БХС)
[6]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2014	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 615.478.74:006.354 ОКС 13.02.01

Ключевые слова: средства дератизационные, методы определения физико-химических показателей

БЗ 7—2019/102

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 28.08.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru