Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3127—13

Издание официальное

Москва • 2014

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3127—13

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014. —15 с.

ISBN 978—5—7508—1272—1

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Т. В. Юдина, М. В. Ларькина, О. Е. Егорченкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г. № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 6 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1272—1

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ
Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации
А. Ю. Попова
6 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3127—13

Свидетельство об аттестации МВИ № 01.00282-2008/0165.29.04.13 от 29.04.13.

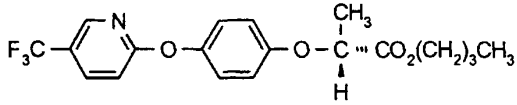
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе в диапазонах 0,0008—0,008 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: Флуазифоп-П-бутил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (R)-2-[4-(5-трифторметил-2-пиридилокси)-феноксиJпропионовая кислота, бутиловый эфир.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{19}H_{20}F_3NO_4$.

Молекулярная масса: 383,4.

Жидкость бледно-желтого цвета. Температура плавления: –20 °С. Температура кипения 154 °С (при 0,02 мм рт. ст.). Давление паров при 20 °С – 0,033 мПа. Плотность 1,22 (20 °С). Растворимость в воде при 25 °С – 1,1 мг/дм^3. Смешивается с ацетоном, гексаном, метанолом, дихлорметаном, этилацетатом, толуолом и ксилолом. Фотостабилен.

Устойчивость к гидролизу: DT_{50} > 30 дней (pH 5), 78 дней (pH 7), 29 ч (pH 9). Водные растворы подвержены фотолизу: DT_{50} – 6 дней (pH 5).

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 3 680—2 451 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность для крыс (LC_{50}) > 5,24 мг/дм^3 (4 ч).

Область применения

Флуазифоп-П-бутил – послевсходовый гербицид, рекомендуемый для уничтожения однолетних и многолетних злаковых сорняков в посевах широколистных культур: льне-долгунце, свекле (сахарной, столовой, кормовой), моркови, луке, подсолнечнике, томатах, капусте, огурцах, сое, горохе, плодовых семечковых, виноградной лозе, картофеле, петрушке, рапсе, бобах кормовых, люпине, клевере, эфиромасличных, лекарственных культурах. Норма расхода на всех культурах против однолетних злаковых сорняков – 0,75—1,0 л/га, против многолетних злаковых сорняков – 1,5—2,0 л/га.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в таблице для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица

Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности, $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, мг/м^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/м^3	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, мг/м^3	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, мг/м^3 ($P = 0,95$)
Атмосферный воздух	0,0008–0,008 мг/м^3	16	$0,015 \cdot \bar{X}$	$0,021 \cdot \bar{X}$	$0,04 \cdot \bar{X}$	$0,06 \cdot \bar{X}$

$\bar{X}$ – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/м^3).

2. Метод измерений

Измерения концентраций флуазифоп-П-бутила выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование флуазифоп-П-бутила из воздушной среды осуществляют на пробоотборные трубки, заполненные пористым полимерным сорбентом, экстракцию с трубок проводят ацетоном. Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,10 нг. Средняя полнота извлечения с трубок – 96,29 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану $3,5 \cdot 10^{-14}$ г/с и масс-селективным детектором 5975 С, предназначенный для работы с капиллярными колонками	
Весы лабораторные, аналитические, наибольший предел взвешивания 110 г, предел допустимой погрешности ± 0,2 мг	ГОСТ Р 53228—08
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Микрошприц вместимостью 10 мм^3	
Пробоотборное устройство 2-канальное, с диапазонами расхода 0,2—1,0 дм^3/мин и 5,0—1,0 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ± (5—7) %	
Колбы мерные вместимостью 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Термометр лабораторный шкальный, диапазон измерения: –35—55 °С, предел допустимой погрешности ± 1 °С (в диапазоне 0—50 °С)	ТУ 25-1102.055—83
Барометр-анероид, диапазон измерений 5—790 мм рт. ст., предел допустимой погрешности ± 1,5 мм рт. ст. (в диапазоне – более 100 мм рт. ст)	Л62.832.001-01ПС
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0, 5,0 и 10,0 см^3	ГОСТ 29227—91 (ИСО 835)

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Флуазифоп-П-бутил, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 94,8 %	
Азот газообразный нулевой, (99,999 %) в баллонах	ТУ 6-21-39—96
Гелий газообразный вч, в баллонах	ТУ 0271-001-45905715—02
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Н-гексан (гексан), для ВЭЖХ	ТУ 6-09-06-657—84
Калий марганцово-кислый (перманганат калия)	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий углекислый (карбонат натрия), хч	ГОСТ 83—79
Спирт этиловый (этанол) ректификованный	ГОСТ Р51652—2000 или ГОСТ 18300—87

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующей дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные средства измерений, устройства, материалы

Аппарат для встряхивания или орбитальный шейкер, диапазон регулировки оборотов 50—200 об./мин, орбита до 10 мм	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	ТУ 4622603—75
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ГОСТ 25336—82
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-9082—03
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Линейка	ГОСТ 427—75
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82
Ножницы	ГОСТ Р 51268—99
Пинцет медицинский нержавеющий	ГОСТ 21241—89
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стеклянные емкости вместимостью 100 $см^3$ с герметичной металлической крышкой	
Стеклянные палочки	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающий вакуум до 10 мбар	

Трубки для отбора проб воздуха 2-секционные (длиной 100 мм, внутренним диаметром 8 мм), заполненные пористым полимерным сорбентом на основе 2,6-дифенил-п-фениленоксида (100 мг сорбента во фронтальной секции, 50 мг – в задней) – (пробоотборные)
Установка для перегонки растворителей
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30
Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 14 % – цианпропилфенил; 86 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 мкм)
Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилполисилоксан; 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 мкм)

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 Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе на должно превышать нормы, установленные ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». 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^2), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576—03. Запре-

щается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалиста, прошедшего обучение, освоившего методику, владеющего техникой, имеющего опыт работы на газовом хроматографе и подтвердившего соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка сорбционных трубок для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.2. Очистка н-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.3. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.3.1. *Исходный раствор флуазифопа-П-бутила для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г *флуазифопа-П-бутила*, растворяют в 50—60 см^3 ацетона, доводят растворителем до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

7.3.2. *Рабочий раствор № 1 флуазифопа-П-бутила для внесения и градуировки (концентрация 10,0 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10,0 см^3 исходного градуировочного раствора с концентрацией 100,0 мкг/см^3 (п. 7.3.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 1 с концентрацией флуазифопа-П-бутила 10,0 мкг/см^3.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

7.3.3. *Рабочие растворы № 2—5 флуазифопа-П-бутила для градуировки (концентрация 0,1—1,0 мкг/см^3).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора № 1 для внесения и градуировки с концентрацией 10,0 мкг/см^3 (п. 7.3.2), доводят до метки н-гексаном, тщательно перемешивают. Получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией *флуазифопа-П-бутила* 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см^3 соответственно.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 7 дней.

7.4. Установление градуировочной характеристики и условия хроматографирования

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации *флуазифопа-П-бутила* в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.4.1. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пика мВ · с, на основании которых строят градуировочную зависимость. Градуировочный график проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более чем на 11 % от параметров градуировочной характеристики, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

Условия хроматографирования

7.4.1. Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором.

Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 14 % – цианпропилфенил; 86 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 мкм).

Температура: детектора 300 °С;

испарителя 270 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 180 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 5 градусов в минуту до температуры 240 °С, выдержка 5 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 260 °С, выдержка 4 мин.

Газ-носитель – азот, поток 1,3 $см^3$/мин, средняя линейная скорость 36 см/с, давление 153 кПа.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования – 0,1—1,0 нг.

7.4.2. Газовый хроматограф, снабженный масс-селективным детектором (метод подтверждения)

Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилполисилоксан; 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0.25 мкм).

Температура: детектора 320 °С;

испарителя 250 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 100 °С, выдержка 5 мин; нагрев колонки со скоростью 5 градусов в минуту до температуры 160 °С, выдержка 2 мин; нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 220 °С.

Газ-носитель – азот, поток 1,3 $см^3$/мин, средняя линейная скорость: 43 см/с, давление 96,9 кПа.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

8. Отбор и хранение проб воздуха

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02—81 «ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест».

9. Выполнение определения

Содержимое экспонированных сорбционных трубок (сорбент и стекловату) переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 20 $см^3$ ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Раство-

ритель сливают, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 20 см^3, выдерживая на встряхивателе по 10 мин.

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 1 см^3 н-гексана и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.4.1 или 7.4.2.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию флуазифоп-П-бутила в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 1,0 мкг/см^3, разбавляют н-гексаном (не более, чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Концентрацию вещества в пробе атмосферного воздуха (X), мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot B}{V_t}, \text{ где}$$

C – концентрация вещества в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочным характеристикам в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см^3;

B – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

V_t – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм^3:

$$V_t = \frac{R \cdot P \cdot ut}{273 + T}, \text{ где}$$

T – температура воздуха при отборе проб (на входе в аспиратор), °С;

P – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

u – расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;

t – длительность отбора пробы, мин;

R – коэффициент, равный 0,357 для атмосферного воздуха.

11. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ мг/м^3, при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, мг/м^3;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м^3:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, табл.), %.

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание вещества в пробе атмосферного воздуха – менее 0,0008 мг/м^3*».*

* – 0,0008 мг/м^3 – предел обнаружения вещества в пробе атмосферного воздуха (при отборе 125 дм^3 воздуха).

12. 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».

12.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех концентраций образцов для градуировки, содержание вещества в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,0008 до 0,008 мкг/см^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{|X - C| \cdot 100}{C} \leq B, \text{ где}$$

X – концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора вещества, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

B – норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % (B = 10 % при P = 0,95).

Если величина расхождения (А) превышает 10 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для даль-

нейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов вещества, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.4.

Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

12.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом «добавок».

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с экспонированных трубок делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – X. Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (величина добавки $X_д$ должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой – X'. Результаты анализа исходной рабочей пробы (X) и рабочей пробы с добавкой (X') получают в условиях повторяемости (один аналитик, использование одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{X}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/м^3.

Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации, где Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м^3:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл.), %.

Контроль проводят путем сравнения результата контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно (мг/м^3).

Норматив оперативного контроля точности К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (1)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (1) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), не должно превышать предел воспроизводимости (R):

$$|X_1 - X_2| \le R, \text{ где} \qquad (2)$$

R – предел воспроизводимости (табл.), мг/м^3,

$R = 0{,}06 \cdot \bar{X}$;

$\bar{X} = ½ (X_1 + X_2)$, где X_1, X_2 – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), мг/м^3.

Если выполняется условие (2), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

При превышении норматива контроля вопроизводимости эксперимент повторяют, при повторном превышении указанного норматива выясняют причины и по возможности их устраняют.

Измерение концентраций флуазифоп-П-бутила в атмосферном воздухе методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3127—13

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 21.03.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 200 экз. Заказ 25

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
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru