**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентрации флуопирама в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.3348—16**

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

# Измерение концентрации флуопирама в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.3348—16**

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентрации флуопирама в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1514—2

1. Разработаны сотрудниками ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, Л. В. Горячева).

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 3 марта 2016 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 978—5—7508—1514—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
3 марта 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентрации флуопирама в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.3348—16

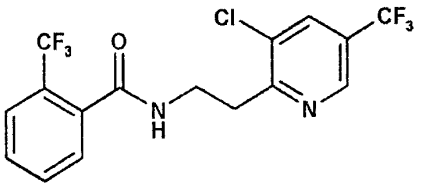
Свидетельство об аттестации № РОСС RU.0001.310430/0229.06.04.15.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе населенных мест массовой концентрации флуопирама в диапазонах 0,00008—0,0016 мг/м$^3$.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Флуопирам**

N-{2-[3-хлор-5(трифторметил)-2-пиридил]этил}-α,α,α-трифтор-*о*-толуамид (IUPAC)




$C_{16}H_{11}ClF_6N_2O$

Молекулярная масса: 396,72.

Белое кристаллическое вещество без запаха. Плотность: 1,53 (при 20 °С). Температура плавления: 117,5 °С. Давление паров: $3,1 \cdot 0^{-3}$ МПа (при 25 °С). Растворимость в органических растворителях при 20 °С (в г/дм$^3$): ацетон > 250; диметилсульфоксид > 250; дихлорметан > 250; н-гептан – 0,66; метанол > 250; толуол – 62,2; этилацетат > 250. Раство-

римость в воде при 20 °С (в мг/дм$^3$): 16,0. Коэффициент распределения н-октанол/вода $K_{ow}$ logP = 3,3 (40 °С). Стабилен в водной среде при pH 4—9. При 23 °С $pK_a$ = 0,5.

*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая пероральная токсичность ($LD_{50}$) для крыс > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность ($LD_{50}$) для крыс > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ($LC_{50}$) для крыс > 5 112 мг/дм$^3$ (4 ч).

*Область применения.* Флуопирам – системный фунгицид широкого спектра действия, относится к классу пиридинэтиланилидов, эффективен против поверхностной и внутренней семенной инфекции, защищает проростки от плесневения, почвенных патогенов и аэрогенной инфекции.

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,0001 мг/м$^3$.

## 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 табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

**Метрологические параметры**

| Анализируемый объект | Диапазон определяемых концентраций, мг/м$^3$ | Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ %, $P = 0,95$ | Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$, % | Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $r$, % | Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Атмосферный воздух | 0,00008–0,0016 | 16 | 3,8 | 5,3 | 11 | 15 |

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$ | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | предел обнаружения, мг/м$^3$ | диапазон определяемых концентраций, мг/м$^3$, | полнота извлечения вещества, % | стандартное отклонение, % | доверительный интервал среднего результата, ±, % |
| Атмосферный воздух | 0,00008 | 0,00008–0,0016 | 95,7 | 5,3 | 3,0 |

## 2. Метод измерения

Измерение концентрации флуопирама выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронно-захватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование вещества из атмосферного воздуха осуществляют на пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных бумажного фильтра высокой плотности и пенополиуретанового фильтра, экстракцию с фильтров проводят ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,005 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 95,7 %.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### *3.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Газовый хроматограф, снабженный ЭЗД с пределом детектирования по линдану $3,5 \cdot 10^{-14}$ г/с и автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой | |
| Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. | ТУ 2504-1797—75 |
| Весы аналитические с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,001 г | ГОСТ Р 53228—08 |
| Гигрометр психометрический с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 % | ТУ 25-11-1645—84 |
| Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см$^3$ | ГОСТ 1770—74 |
| Меры массы | ГОСТ OIML R 111-1—09 |
| Микрошприц вместимостью 10 мм$^3$ | |

| | |
|---|---|
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$ | ГОСТ 29227—91 |
| Пробоотборное устройство 2-канальное, с диапазонами расхода 0,2—1,0 и 5,0—1,0 $дм^3$/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 % | |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-11, цена деления 1 °С, пределы измерения –35—55 °С | ТУ 25-2021.055—83 |

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

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Флуопирам, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,4 % | |
| Азот газообразный (чистота 99,999 %) в баллонах | ТУ 6-21-39—96 |
| Ацетон, осч | ГОСТ 2603—79 |
| Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная) | ГОСТ Р 52501—05 |
| Калий марганцовокислый (перманганат калия), хч | ГОСТ 20490—75 |
| Калий углекислый (карбонат калия), хч, прокаленный | ГОСТ 4221—76 |
| Спирт этиловый (этанол) ректификованный | ГОСТ Р 51652—2000 |

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

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| Аппарат для встряхивания или орбитальный шейкер, диапазон регулировки оборотов 50—200 об./мин, орбита до 10 мм | |
| Бумажные фильтры высокой плотности, обеззоленные | ТУ 2642-001-05015242—07 |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 9147—80 |
| Воронки конусные диаметром 40—45 мм | ГОСТ 25336—82 |
| Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 $см^3$ | ГОСТ 9737—93 |
| Насос водоструйный | ГОСТ 25336—82 |
| Стаканы химические с носиком вместимостью 150 $см^3$ | ГОСТ 25336—82 |

| | |
|---|---|
| Стекловата | |
| Стеклянные палочки | |
| Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающий вакуум до 10 мбар | |
| Фильтродержатель | |
| Установка для перегонки растворителей | |
| Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30 | ГОСТ 25336—82 |
| Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент: 35 % – фенилполисилоксан и 65 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,5 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 не должно превышать норм, установленных 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. Запрещается 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.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

## 6. Условия измерения

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 измерения

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров, 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. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения*

*7.2.1. Исходный раствор флуопирама для градуировки (концентрация 100 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,01 г флуопирама, растворяют в 50—60 см$^3$ ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

*7.2.2. Рабочий раствор № 1 флуопирама для градуировки и внесения (концентрация 1,0 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 1,0 см$^3$ исходного градуировочного раствора с концентрацией 100,0 мкг/см$^3$ (п. 7.2.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 1 с концентрацией флуопирама 1,0 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» и контроля качества результатов измерений методом «добавок».

*7.2.3. Рабочие растворы № 2—6 флуопирама для градуировки (концентрация 0,005—0,1 мкг/см$^3$).* В 5 мерных колб вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см$^3$ рабочего раствора № 1 с концентрацией 1,0 мкг/см$^3$ (п. 7.2.2), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—6 с концентрациями флуопирама 0,005; 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см$^3$.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 14 дней.

### *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации флуопирама в растворе (мкг/см$^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм$^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.4. 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 10 % от параметров градуировочной характеристики, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

### *7.4. Условия хроматографирования*

Газовый хроматограф, снабженный ЭЗД.

Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент: 35 % – фенилполисилоксан и 65 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,5 мкм).

Температура: детектора – 320 °С;
испарителя – 260 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 160 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 25 градусов в минуту до температуры 235 °С, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 275 °С, выдержка 8 мин.

Газ 1 (азот): давление 72,2 кПа, 32,5 см/с, поток 1,5 см$^3$/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 3 ; сброс 4,5 $см^3$/мин.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования: 0,005—0,1 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор флуопирама с концентрацией 0,1 мкг/$см^3$, разбавляют ацетоном не более чем в 50 раз.

### *7.5. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха*

Из блока пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2—2,5 мм, диаметром 48—50 мм, соответствующим внутреннему диаметру фильтродержателя. Диаметр бумажного фильтра высокой плотности также должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры из пенополиуретана и бумаги последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетоном порциями 25—30 $см^3$, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

## 8. Отбор и условия хранения проб

### *8.1. Атмосферный воздух*

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».

Воздух с объемным расходом 5 $дм^3$/мин аспирируют через пробоотборную систему – последовательно соединенные бумажный фильтр высокой плотности и фильтр из пенополиуретана, помещенные в фильтродержатель.

Для определения вещества на уровне предела обнаружения (0,00008 мг/$м^3$) необходимо отобрать 125 $дм^3$ воздуха.

Экспонированные фильтры, помещают в полиэтиленовые пакеты. Срок хранения отобранных проб в морозильнике при температуре –18 °С – 30 дней.

## 9. Выполнение измерения

Экспонированную пробоотборную систему (бумажный фильтр высокой плотности и пенополиуретановый фильтр) переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 20 $см^3$ ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, фильтры еще дваж-

ды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 15 см$^3$, выдерживая на встряхивателе по 5 мин.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 см$^3$ ацетона и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.4.

## 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 атмосферного 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.

**Примечание.** Идентификация и расчет концентрации вещества в пробах могут быть проведены с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

## 11. Оформление результатов измерения

Результат количественного анализа представляют в виде: результат анализа $\overline{X}$ в мг/м$^3$, характеристика погрешности δ, % (таблица), P = 0,95 или

$$\overline{X} \pm \Delta \text{ мг/м}^3, P = 0{,}95, \text{ где}$$

$\overline{X}$ – 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, таблица), %.

Результат измерения должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

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

*«содержание флуопирама в пробе атмосферного воздуха – менее 0,00008 мг/м$^3$»*[*].

[*] 0,00008 мг/м$^3$ – предел обнаружения при отборе 125 дм$^3$ атмосферного 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 проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов растворов для градуировки, содержание флуопирама в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,005 до 0,1 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 флуопирама в пробе при контрольном измерении, мкг/см$^3$;

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

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

Если величина расхождения ($A$) превышает 10 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов флуопирама, 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 воздушной среды. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с пробоотборной системы 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 $C_д$ 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), мг/м$^3$, мкг/смыв.

Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать с последующим уточнением по мере накопления информации на основе выражения: $\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$, где $\Delta$ – 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, таблица), %.

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 $K$ рассчитывают по формуле:

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

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 (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости ($R$):

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

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

$R = 0{,}15 \cdot \bar{X}$.

$\bar{X} = {}^1/_2(X_1 + X_2)$, где $X_1$, $X_2$ – результаты измерений в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/м$^3$.

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

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

**Измерение концентрации флуопирама в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания**
**МУК 4.1.3348—16**

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Л С Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 27.12.16

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 125 экз. 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
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