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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств химических веществ в воде

Сборник методических указаний МУК 4.1.2292—07; 4.1.2294—07; 4.1.2347—08; 4.1.2349—08

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств химических веществ в воде: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—64 с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технические редакторы Г. И. Климова, Е. В. Ломанова

Подписано в печать 23.07.08

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,0

Тираж 100 экз. Заказ 38

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом информационно-издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2008
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

Содержание

Определение остаточных количеств изопропилфенацина в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2292—07 4

Определение остаточных количеств этилфенацина в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2294—07 19

Определение остаточных количеств хлормекватхлорида в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2347—08 34

Определение остаточных количеств дифлубензурона в воде хроматогрфическими методами: МУК 4.1.2349—08 49

Определение остаточных количеств хлормекватхлорида в воде методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2347—07

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств хлормекватхлорида в воде методом газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—15 с.

ISBN 5—7508—0753—3

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (Т.В. Юдина, Н.Е. Федоров, С.И. Волчек, М.В. Ларькина).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 6 декабря 2007 г. № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 февраля 2008 г.

4. Введены в действие с 18 мая 2008 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 февраля 2008 г.
Дата введения: 18 мая 2008 г.

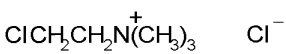
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств хлормекватхлорида в воде методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2347—08

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в воде массовой концентрации хлор в диапазоне 0,001—0,02 мг/дм^3.

2-хлорэтилтриметиламмония хлорид (IUPAC)



$C_5H_{13}Cl_2N$ Мол. масса 158.1

Бесцветное кристаллическое, гигроскопичное вещество со слабым запахом (технический продукт – желтые кристаллы с запахом рыбы). Температура плавления 235 °С. Разрушается при температуре около 245 °С. Давление паров – менее 0,01 мПа (20 °С). Коэффициент распределения н-октанол/вода K_{OW} logP = -1,59 (pH 7). Растворимость в воде – более 1 кг/кг (20 °С). Растворимость в органических растворителях (в г/кг, 20 °С): этанол – 320, дихлорметан, этилацетат, толуол, н-гексан – менее 0.1, ацетон – 0.2, хлороформ – 0.3. Водные растворы стабильны.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 807—966 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – > 4000 мг/кг, для кроликов > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс – > 5,2 мг/дм^3.

Область применения препарата

Хлормекватхлорид – регулятор роста растений класса четвертичного аммония, используемый для предотвращения полегания посевов зерновых культур путем опрыскивания растений в период с конца кущения до начала выхода в трубку.

ПДК в воде водоемов – 0,002 мг/дм^3.

1. Метрологические характеристики

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/дм^3	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	от 0,001 до 0,02	100	6,8	19	23

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

Таблица 2

Анализируемый объект	**Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20**				
	Предел обнаружения, мг/дм^3	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,001	0,001 – 0,01	77,2	4,6	3,2

2. Метод измерений

Методика основана на измерении концентрации ацетилена, выделяющегося при щелочном пиролизе хлормекватхлорида, с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) после его извлечения из анализируемой пробы воды

хлористым метиленом (в присутствии ион-парного реагента), переэкстракции в 2М раствор соляной кислоты и очистки экстракта колоночной адсорбционной хроматографией на оксиде алюминия.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «ЦВЕТ-560-02», снабженный пламенно-ионизационным детектором, с пределом обнаружения по н-нонану – $1{,}8 \cdot 10^{-12}$ г/см^3	Номер Госреестра 14516-95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Шприц медицинский одноразовый вместимостью 1 см^3	
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 250 и 500 см^3	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Хлормекват хлорид, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,0 % (ф. «БАСФ»)	
Алюминий оксид, активированный, нейтральный, для колоночной хроматографии, 50—200 мкм («Акрос Органикс», Бельгия)	
Ацетонитрил, для хроматоргафии, осч, сорт 0	ТУ-6-09-4326—76
Вода деионизованная	ГОСТ 6709
Кислота соляная (хлороводородная), концентрированная (37%), хч	ГОСТ 6552

Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Натрий гидроксид (натр едкий), чда	ГОСТ 4328
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ Р 51652 или ГОСТ 18300
Тетрафенилборат натрия, чда (ф. Мерк, Германия)	

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный из баллона, о.с.ч.	
Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Виалы стеклянные, термостойкие (23*46 мм), вместимостью 10 $см^3$, (фирмы «Alltech», США)	
Воронки делительные вместимостью 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Генератор водорода	
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 200—250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 150 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка для газового хроматографа, стеклянная, длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 20-25 см, внутренним диаметром 12—13 мм	
Колпачки алюминиевые диаметром 20 мм с отверстием и силиконовыми прокладками	
Кримпер, устройство для обжима колпачков, диаметром 20 мм	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917—74
Стаканы химические, вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	

Хроматон N-AW-DMCS (0,16—0,20 мм) с 15 %
Апиезона L (Чехия)

Допускается применение хроматографических колонок и другого 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, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. 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.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе.

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

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 хлористого метилена (при необходимости), приготовление растворов, градуировочных растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подго-

товка колонки для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с оксидом алюминия.

7.1. Очистка хлористого метилена

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

7.2. Приготовление 10%-ного раствора гидроксида натрия

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 г гидроксида натрия, растворяют в 60—70 $см^3$ деионизованной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.3. Приготовление 2 М раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 200—250 $см^3$ деионизованной воды, вносят 83 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.4. Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку (Хроматон N-AW-DMCS с 15 % Апиезона L) засыпают в стеклянную колонку, предварительно промытую последовательно этиловым спиртом, ацетоном и гексаном, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 120 °С (в течение 4-х часов.

7.5. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.5.1. *Исходный раствор хлормекватхлорида для градуировки (концентрация 1 мг/$см^3$)* В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,1 г хлормекватхлорида, растворяют в 50—70 $см^3$ этилового спирта, доводят им же до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

Растворы № 1—6 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.5.2. Раствор № 1 хлормекватхлорида для градуировки (концентрация 50 мкг/$см^3$) В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 5 $см^3$ исходного раствора хлормекватхлорида с концентрацией 1 мг/$см^3$ (п. 7.5.1), разбавляют этанолом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.5.3. Рабочие растворы № 2—6 хлормекватхлорида для градуировки и внесения (концентрация 0,25—5,0 мкг/см^3).

В 5 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 см^3 раствора № 1 с концентрацией 50 мкг/см^3 (п. 7.5.2), доводят до метки метанолом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 1—6 с концентрацией хлормекватхлорида 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 мкг/см^3, соответственно.

Растворы готовят перед проведением градуировки.

Эти растворы используют для оценки полноты извлечения хлормекватхлорида из исследуемых образцов методом «внесено-найдено», контроля качества результатов измерений методом добавок.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты или площади пика (мм или мВ · с) от концентрации хлормекватхлорида в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти растворам для градуировки №№ 2—6.

В 5 стеклянных флаконов (виал) вместимостью 10 см^3 помещают по 1 см^3 каждого градуировочного раствора, отдувают растворитель досуха потоком азота, помещая виалу в термостат, нагретый до 45—50 °С. Вносят в емкости по 50 мм^3 10 %-ного раствора гидроксида натрия. Виалы закрывают алюминиевыми колпачками с силиконовыми прокладками, обжимают колпачки кримпером и дополнительно укрепляют с помощью проволочного устройства во избежания потерь. Виалы помещают на 15 мин в термостат, нагретый до 200 °С. По истечении указанного времени, вынимают из термостата, охлаждают до комнатной температуры. Отбирают шприцом (прокалывая силиконовую прокладку) 0,5 см^3 газовой фазы и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4.

Возможно выполнение 2-х параллельных измерений.

7.7. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Оксид алюминия сушат в сушильном шкафу при 150 °С в течение 12-ти часов, охлаждают в эксикаторе, затем дезактивируют 3 % воды по массе, получая сорбент II степени активности по Брокману. С этой целью 97 г высушенного оксида алюминия (I-я степень активности) помещают в колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см^3, вносят по каплям 3 г деионизованной воды (при постоянном перемешивании сорбента), интенсивно встряхивают колбу в течение 1 мин, остав-

ляют на 2 ч, вновь интенсивно встряхивают. Подготовленный сорбент можно хранить в герметично закрытой стеклянной емкости не более 3-х дней.

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 13 мм уплотняют тампоном из стекловаты, насыпают в колонку 10 г дезактивированного оксида алюминия. Колонку готовят непосредственно перед работой.

7.8. Приготовление 1 % раствора тетрафенилбората натрия

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1 г тетрафенилбората натрия, растворяют в 50—60 $см^3$ деионизованной воды, затем доводят водой до метки, перемешивают.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов (№ 2051—79 от 21.08.79).

Отобранные пробы воды анализируют в день отбора или хранят при 4 °С в течение 10-ти дней. Для длительного хранения пробы замораживают, помещая в морозильную камеру при –18 °С.

Непосредственно перед анализом образцы воды фильтруют через неплотный бумажный фильтр.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец анализируемой воды объемом 250 $см^3$ помещают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ дихлорметана, интенсивно встряхивают в течение 1-й мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют и отбрасывают. В водную фазу, находящуюся в делительной воронке, вносят 1 $см^3$ раствора тетрафторбората натрия (приготовленного по п. 7.8), добавляют 30 $см^3$ дихлорметана, интенсивно встряхивают в течение 1-й мин, нижний органический слой отделяют, собирая в плоскодонную колбу вместимостью 200 $см^3$. Операцию экстракции водной фазы повторяют новой порцией дихлорметана объемом 30 $см^3$. Отстоявшийся органический слой (нижняя фаза) объединяют с ранее полученным экстрактом. Водную фазу отбрасывают.

Объединенный экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, вносят 25 $см^3$ 2 М раствора соляной кислоты, интенсивно встряхивают в течение 1-й мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют и отбрасывают. Затем в воронку вносят 25 $см^3$ дихлорметана, интенсивно встряхивают в течение 1-й мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют и также отбрасывают. Водную фазу переносят в круглодонную колбу вместимостью 150 $см^3$ и упаривают на ротационноом вакуумном испарителе при температуре 60 °С досуха. Вносят в колбу 25 $см^3$ деионизованной воды, вновь упаривают досуха. Для полного удаления соляной кислоты операцию упаривания с дополнительной порцией воды объемом 25 $см^3$ повторяют дважды. Затем пробу подвергают очистке на колонке в соответствии с п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия

Остаток в колбе, полученный по п. 9.1, растворяют в 10 $см^3$ смеси ацетонитрил-метанол (95 : 5, по объему), наносят в колонку, подготовленную по п. 7.6. Обмывают колбу 5 $см^3$ этой же смеси растворителей, которые также наносят на колонку. После полного впитывания растворителя вещество элюируют с колонки смесью ацетонитрил-метанол (95 : 5, по объему) объемом 85 $см^3$ со скоростью прохождения через колонку – 1—2 капли в сек, собирая элюат в колбу для упаривания вместимостью 250 $см^3$. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 45 °С, остаток подвергают пиролизу по п. 9.3.

9.3. Проведение пиролиза

Остаток в колбе, полученный по п. 9.2., с помощью 3-х порций метанола объемом 1 $см^3$, переносят в виалу, отдувая каждую порцию растворителя в виале потоком азота (виалу при этом помещают в термостат, нагретый до 45—50 °С). Вносят в емкость 50 $мм^3$ 10 %-ного раствора гидроксида натрия. Флакон закрывают алюминиевым колпачком с силиконовой прокладкой, обжимают колпачок кримпером и дополнительно укрепляют с помощью проволочного устройства. Виалу помещают на 15 мин в термостат, нагретый до 200 °С. По истечении указанного времени вынимают из термостата, охлаждают до комнатной температуры. Отбирают шприцем (через силиконовую прокладку) 0,5 $см^3$ газовой фазы и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Хроматограф газовый «Цвет 560—02» с пламенно ионизационным детектором.

Колонка стеклянная длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная Хроматоном N-AW-DMCS (0,12—0,16 мм) с 15 % Апиезона L

Температура термостата колонки – 50 °С

Температурные параметры испарителя и переходной камеры не задаются, при выходе прибора на режим устанавливаются следующие фактические показатели:

- переходная камера – (45 ± 2) °С
- испаритель (38 ± 1) °С

Скорость газа-носителя (азота) – (27 ± 1) $см^3$/мин

водорода – (30 ± 1) $см^3$/мин

воздуха – (285 ± 5) $см^3$/мин

Рабочая шкала электрометра – $256 \cdot 10^{10}$ ом

Объем вводимой пробы – 0,5 $см^3$

Ориентировочное время удерживания ацетилена (46 ± 2) сек

Линейный диапазон детектирования: 0,25— 5,0 мкг

Устанавливают высоты пиков продукта пиролиза хлормекватхлорида – ацетилена, с помощью градуировочного графика определяют содержание действующего вещества в пробе.

Для образцов, дающих пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 5,0 мкг/$см^3$, объем вводимой пробы уменьшают (не более чем в 5 раз).

10. Обработка результатов анализа

Содержание хлормекватхлорида в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot W_{пр.}}{V \cdot W_{ст.}}$$

X – содержание хлормекватхлорида в пробе, мг/$дм^3$;

A – содержание хлормекватхлорида, найденное по градуировочному графику, в соответствии с высотой (площадью) хроматографического пика, мкг;

$W_{пр.}$ – объем парогазовой фазы, введенной в испаритель хроматографа, $см^3$;

$W_{ст}$ – объем парогазовой фазы градуировочного раствора, введенной в испаритель хроматографа, см^3;

V – объем пробы воды, взятый для анализа, см^3.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r \text{ , где}$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/дм^3;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8\sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/дм^3;

$\Delta = \delta \cdot X/100$,

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«содержание вещества в пробе менее 0,001 мг/дм^3»[*]

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

---

[*] 0,001 мг/дм^3 – предел обнаружения.

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки C_{∂} должна удовлетворять условию:

$$C_{\partial} \geq \Delta_{л,\overline{X}} + \Delta_{л,\overline{X'}}, \text{ где}$$

$\pm\ \Delta_{л,\overline{X}} \left(\pm \Delta_{л,\overline{X'}}\right)$ – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/дм^3, при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/дм^3;

$\Delta = \delta \cdot X / 100$,

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_{\partial}, \text{ где}$$

$\overline{X'}$, $\overline{X}$, C_{∂} среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/дм^3;

Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta^2_{л,\overline{X'}} + \Delta^2_{л,\overline{X}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$| К_к | \leq К, \qquad (2)$$

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 по 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)

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

X_1, X_2 –результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/дм^3;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

gost.e-ecolog.ru