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 этилфенацина в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2294—07

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств этилфенацина в воде методом высокоэффективной жидкостной 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. Федорова, В. Н. Волкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 10 октября 2007 г.

4. Введены в действие с 25 декабря 2007 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
10 октября 2007 г.
Дата введения: 25 декабря 2007 г.

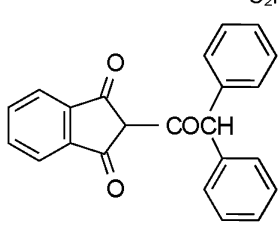
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств этилфенацина в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2294—07

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воде массовой концентрации этилфенацина в диапазоне 0,0002—0,004 мг/дм^3.

2-(α-фенил-α-(4-этилфенил)-ацетил)-индан-1,3-дион (IUPAC)



$C_{25}H_{20}O_3$

Мол. масса 368,12

Твердое вещество светло-желтого цвета с цветочным запахом. Температура плавления 180—181 °С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей (ацетоне, этаноле, диэтиловом эфире и др.). Практически не растворим в воде – $1{,}29 \cdot 10^{-3}$ мг/дм^3.

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 1 мг/кг.

Область применения

Этилфенацин – ротентицид класса индандионов, обладающий антикоагулянтной активностью, рекомендуется для борьбы с грызунами в открытом грунте (осень, зима, весна) на зимующих культурах (зерновые, пастбищные травы, древесные, кустарниковые насаждения и др.), в защищенном грунте на всех культурах независимо от сезона. Применяется в виде приманки.

ОДУ этилфенацина в воде водоемов – 0,0008 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/кг (дм^3)	Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, % P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	от 0,004 до 0,001 вкл.	100	5,3	15	18
	менее 0,001 до 0,0002	150	5,4	15	19

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

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

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	0,0002	0,0002—0,004	75,3	3,6	2,5

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из анализируемой пробы воды дихлорметаном и последующей очистки экстракта на патроне для твердофазной экстракции Sep-Pak Silica.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Waters, США)	Номер в Государственном реестре средств измерений 15311—02
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2 класса точности, вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные, вместимостью 5 или 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2 класса точности, вместимостью 10, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Этилфенацин, аналитический стандарт с содержанием основного вещества (сумма изомеров) 97,9 %, в том числе пара-изомер – 61,48 %, орто-изомер – 36,42 % (ЗАО «Щелково Агрохим»)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	ГОСТ 6709
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-33—75
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Кислота орто-фосфорная, хч, 85 %	ГОСТ 6552
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат) эталонный	ГОСТ 4166

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Воронки делительные вместимостью 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 200—250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Патроны для твердофазной экстракции типа Sep-Pak Sillica Cartridges (масса сорбента 690 г)	
Пробирки центрифужные	ГОСТ 25336
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917—74
Стаканы химические, вместимостью 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Symmetry® C18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 $мм^3$	
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090

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 жидкостный 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 жидкостном 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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка патронов для твердофазной экстракции, проверка хроматографического поведения вещества на них, отбор проб.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5 % водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.1.3. Очистка н-гексана

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. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 870 $см^3$ ацетонитрила, 130 $см^3$ бидистиллированной или деионизованной воды и 1 $см^3$ ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 1,0 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. Исходный раствор этилфенацина для градуировки (концентрация 100 мкг/$см^3$)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,01 г этилфенацина, добавляют 50—70 $см^3$ ацетонитрила, перемешивают, доводят ацетонитрилом до метки, вновь перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.4.2. Раствор № 1 этилфенацина для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного раствора этилфенацина с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки, перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено», а также контроле качества результатов измерений методом добавок.

7.4.3. Рабочие растворы № 2—5 этилфенацина для градуировки (концентрация 0,05—1,0 мкг/см^3)

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0; 2,5 и 10,0 см^3 градуировочного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.4.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией этилфенацина 0,05; 0,1; 0,25 и 1,0 мкг/см^3 соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике в течение недели.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую линейную (с угловым коэффициентом) зависимость суммы площадей 2 пиков орто- и параизомеров этилфенацина (мкВ · с) от концентрации вещества в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки №№ 2—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.1. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков изомеров действующего вещества, рассчитывают сумму площадей орто- и параизомеров этилфенацина.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу 2 растворов для градуировки различной концентрации. Если значения площадей отличаются более чем на 10 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.6. Приготовление 1 % раствора уксусной кислоты в этилацетате

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50—70 см^3 этилацетата, вносят 2 см^3 ледяной уксусной кислоты, доводят до метки этилацетатом, тщательно перемешивают.

7.7. Подготовка концентрирующего патрона Sep-Pak Silica для очистки экстракта

Патрон Sep-Pak Silica устанавливают на аллонж с прямым отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом Льюера объемом не менее 10 см^3, используемый в качестве емкости для элюента.

Концентрирующий патрон промывают последовательно 5 см^3 этилацетата, затем 5 см^3 смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему). Процедуру проводят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин, при этом нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

Примечание: В отсутствии специального аллонжа, жидкость продавливают через патрон с помощью шприца, скорость продавливания раствора не должна превышать 1—2 капли в сек.

7.8. Проверка хроматографического поведения этилфенацина на концентрирующем патроне Sep-Pak Silica

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,2 см^3 градуировочного раствора № 1 этилфенацина (п. 7.4.2), растворитель упаривают досуха при температуре не выше 35 °С, остаток растворяют в 2 см^3 этилацетата, помещают на 30 с в ультразвуковую баню. Затем в колбу добавляют 2 см^3 гексана, смесь тщательно перемешивают и вносят на концентрирующий патрон, подготовленный по п. 7.7. Колбу обмывают 5 см^3 смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему) и также вносят на патрон. Патрон дополнительно промывают 15 см^3 смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему), 20 см^3 смеси этих же растворителей в объемном соотношении 3 : 7, затем 20 см^3 этилацетата. Скорость прохождения раствора через патрон не должна превышать 1—2 капли в сек. Элюат отбрасывают.

Этилфенацин элюируют с патрона 40 см^3 1 % уксусной кислоты в этилацетате (п. 7.6), собирая 5 порций элюата по 5 см^3 каждая непосредственно в круглодонные колбы. Растворы в колбах упаривают досуха при температуре не выше 35 °С. Остаток в каждой колбе растворяют в 2 см^3 подвижной фазы (приготовленной по п. 7.2) и анализируют содержание этилфенацина по п. 9.3. Фракции, содержащие этилфенацин, объединяют и вновь анализируют. Рассчитывают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание: Проверку хроматографического поведения этилфенацина следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

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).

Пробы воды анализируют в день отбора, при необходимости хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 10 недель. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильной камере при температуре –18 °С.

Перед анализом образцы воды фильтруют через неплотный бумажный фильтр.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец анализируемой воды объемом 500 $см^3$ помещают в делительную воронку, вместимостью 1 000 $см^3$, добавляют 75 $см^3$ хлористого метилена, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2 мин. После полного разделения фаз нижний органический слой переносят в круглодонную колбу, вместимостью 250 $см^3$, фильтруя его через 2 см слой безводного сульфата натрия, помещенный в конусную химическую воронку диаметром 60 мм, снабженную бумажным фильтром «красная лента». Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды порциями этилацетата по 50 $см^3$. Отстоявшийся слой хлористого метилена (нижняя фаза) фильтруют в колбу с ранее полученным экстрактом.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С, подвергают очистке в соответствии с п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта

Сухой остаток в колбе, полученный по п. 9.1, растворяют в 2 $см^3$ этилацетата, помещают на 30 с в ультразвуковую баню. Затем в колбу добавляют 2 $см^3$ гексана, смесь тщательно перемешивают и вносят на концентрирующий патрон Sep-Pak Silica, подготовленный по п. 7.7. Колбу обмывают 5 $см^3$ смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему) и также вносят на патрон. Патрон дополнительно промывают 15 $см^3$ смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему), 20 $см^3$ смеси этих же растворителей в объемном соотношении 3 : 7, затем 20 $см^3$ этилацетата. Скорость

прохождения раствора через патрон не должна превышать 1—2 капли в сек. Элюат отбрасывают.

Этилфенацин элюируют с патрона 35 $см^3$ 1 % уксусной кислоты в этилацетате (п. 7.6), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35 °С. Остаток в колбе растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы (приготовленной по п. 7.2) и анализируют содержание этилфенацина по п. 9.3.

9.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф «Breeze» с ультрафиолетовым детектором (фирма Waters, США).

Хроматографическая колонка стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Symmetry® C18, зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода–орто-фосфорная кислота (87 : 13 : 0,1, по объему).

Скорость потока элюента: 1,0 $см^3$/мин.

Рабочая длина волны: 312 нм.

Чувствительность: 0,005 ед. абсорбции на шкалу.

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$.

Ориентировочное время выхода этилфенацина:

орто-изомер: 8,18—8,24 мин

пара-изомер: 9,25—9,30 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1—20 нг.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор этилфенацина с концентрацией 1 мкг/$см^3$, разбавляют (не более чем в 50 раз) подвижной фазой для ВЭЖХ (подготовленной по п. 7.2).

10. Обработка результатов анализа

Содержание изопропилфенацина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot W}{V}, \text{ где}$$

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

A – концентрация этилфенацина, найденная по градуировочному графику, в соответствии с величиной суммы площадей хроматографических пиков орто- и параизомеров, мкг/$см^3$;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

V – объем анализируемого образца воды, $см^3$.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r \qquad (1)$$

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;

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

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 0,0002 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».

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

---

[*] 0,0002 мг/дм^3 – предел обнаружения.

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,\overline{X'}} + \Delta_{л,\overline{X}}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{л,\overline{X}}\left(\pm\Delta_{л,\overline{X'}}\right)$ – 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;

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

$\overline{X'}, \overline{X}$, $C_д$ – 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 K рассчитывают по формуле

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

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)

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

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