Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ацетохлора в воде методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3030—12

Издание официальное

Москва
2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ацетохлора в воде методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3030—12

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств ацетохлора в воде методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—16 с.

ISBN 978—5—7508—1200—4

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Т. В. Юдина, Л. В. Горячева, С. К. Рогачева).

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 3 июля 2012 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Н. В. Кожока

Технический редактор А. А. Григорьев

Подписано в печать 27.03.13

Формат 60×88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз. Заказ 22

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

© **Роспотребнадзор, 2013**
© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013**

Содержание

1. Погрешность измерений 5
2. Метод измерений 6
3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 6
4. Требования безопасности 9
5. Требования к квалификации операторов 9
6. Условия измерений 9
7. Подготовка к выполнению измерений 9
8. Отбор и хранение проб 12
9. Выполнение определения 12
10. Обработка результатов измерений 13
11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений 13
12. Оформление результатов 14
13. Контроль качества результатов измерений 14

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,
Г. Г. Онищенко
3 июля 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ацетохлора в воде методом капиллярной газожидкостной хроматографии

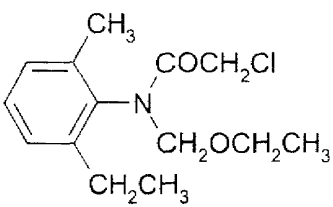
Методические указания
МУК 4.1.3030—12

Свидетельство о метрологической аттестации № 00119.22.05.12 от 22.05.2012.

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения остаточных количеств ацетохлора в воде в диапазоне 0,0005—0,005 мг/дм³.

Ацетохлор

2-Хлор-N-этоксиметил-6'-этилацет-о-толуидид (IUPAC)



$C_{14}H_{20}ClNO_2$

Мол. масса 240,4

Бесцветная вязкая жидкость. Температура плавления 10,6 °С. Плотность — 1,22 (при 20 °С). Давление паров — $2{,}2 \cdot 10^{-2}$ мПа (при 20 °С). Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, диэтиловом эфире, хлороформе, этаноле, этилацетате, толуоле. Растворимость в воде (при 25 °С) — 223 мг/дм³. Коэффициент распределения н-октанол—вода: $K_{ow}\log P = 4{,}14$.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс — 2 148 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 4 166 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс > 3,0 мг/дм³ (4 ч).

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения 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, %	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/дм^3, (P = 0,95, m = 2)
Вода	от 0,0005 до 0,005 вкл.	50	2,3	6	9	$0{,}59\times\overline{X}$ *

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

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений (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	Полнота извлечения вещества, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,0005	0,0005—0,005	94,5	2,6	1,4

2. Метод измерений

Методика основана на определении ацетохлора с помощью капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронно-захватным детектором (ЭЗД) после концентрирования анализируемой пробы воды на патрон для твердофазной экстракции Sep Pak Classic C18 с последующим элюированием смесью гексан—изо-пропанол.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный электронно-захватным детектором с пределом детектирования по линдану $3,5 \cdot 10^{-14}$ г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой.	Номер Госреестра 14516—08
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные вместимостью 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ 7328—2001
Микрошприц SGE-Cromatec, вместимостью 10 мм^3	Номер в Госреестре СИ 39206—08
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Ацетохлор, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98,8%, аттестованное значение погрешности ±1,2% (НПК «Блок-1»)	ГСО 7702—99

Азот газообразный нулевой, марка А (99,999%), в баллонах	ТУ 6-21-39—96
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Вода для лабораторного анализа (деионизованная, бидистилированная)	ГОСТ Р 52501—2005
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-06-657—84
Изо-пропанол (пропанол-2, изопропиловый спирт) для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4522—77
Калий марганцово-кислый (перманганат калия)	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (калия карбонат, поташ) безводный, хч	ГОСТ 4221—76
Кислота серная (концентрированная), хч	ГОСТ 4204—77
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995—77

Примечание. Возможно использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные средства измерений, устройства и материалы

Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Баня водяная	ТУ 46-22-603—75
Баня (ванна) ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Барометр-анероид с диапазоном измерений от 79,5 до 106,5 и ценой деления 0,1 кПа, типа М-98	ТУ 25-11-1316—76
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 2642-001--05015242—07
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80

Воронки стеклянные конусные типа В-56-80 ХС	ГОСТ 25336—82
Гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 %, типа ВИТ-2	ТУ 25-11-1645—84
Груша резиновая	ТУ 9398-05-0576--9082—03
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 25336—82
Патроны для твердофазной экстракции Sep Pak ClassicC18 (Waters, США), объем сорбента 0,3 $см^3$	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	
Стаканы химические с носиком, вместимостью 200—300 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	
Термометр с диапазоном измерений от 0 до 55 °С и ценой деления 0,1 °С	ГОСТ 28498—90
Установка для перегонки растворителей	
Хроматографическая колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм	
Шприцы медицинские с разъемом Льюера вместимостью 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 22090

Примечание. Допускается использование других вспомогательных средств измерений и устройств аналогичного назначения, технические характеристики которых не уступают указанным, а также материалов, обеспечивающих нормативы точности при проведении измерений.

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 12.1.019—2009, 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 ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07. 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/см²), 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 оператора

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе, освоивших данную методику и подтвердивших экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

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

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов и раствора внесения, установление гра-

дуировочной характеристики, приготовление смеси растворителей для очистки экстрактов на патроне, подготовка патрона Sep Pak Classic C18.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. н-Гексан

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 безводным карбонатом калия.

7.1.2. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшим количеством $KMnO_4$ и безводным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.2. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.2.1. Исходный раствор ацетохлора для градуировки (концентрация 100 мкг/см³)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,01 г ацетохлора, растворяют в 50—60 см³ ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

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

7.2.2. Раствор № 1 ацетохлора для градуировки (концентрация 5,0 мкг/см³)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 5,0 см³ исходного раствора ацетохлора с концентрацией 100 мкг/см³ (п. 7.2.1), разбавляют ацетоном до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

7.2.3. Рабочие растворы № 2—5 ацетохлора для градуировки (концентрация 0,025—0,25 мкг/см³)

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 см³ градуировочного раствора № 1 с концентрацией 5,0 мкг/см³ (п. 7.2.2), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрациями ацетохлора 0,025; 0,05; 0,1 и 0,25 мкг/см³.

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

7.2.4. Рабочий раствор № 6 ацетохлора для внесения (концентрация 0,5 мкг/см³)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10,0 см³ градуировочного раствора № 1 с концентрацией 5,0 мкг/см³ (п. 7.2.2), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 6 для внесения с концентрацией ацетохлора 0,5 мкг/см³.

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

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено—найдено» и контроля качества результатов измерений методом добавок.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую линейную (с угловым коэффициентом) зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации ацетохлора в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.2. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков (мВ · с) ацетохлора, на основании которых стоят градуировочную зависимость.

7.4. Приготовление смеси гексан—изо-пропанол для экстракции с патрона (объемное соотношение 3 : 1)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 25 см³ изопропанола, доводят до метки гексаном, перемешивают.

7.5. Подготовка патрона Sep Pak Classic C18 для очистки экстрактов

Патрон Sep Pak Classic C18 устанавливают на аллонж с прямым отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом Льюера объемом не менее 10 см³, используемый в качестве емкости для элюента.

Концентрирующий патрон промывают последовательно 5 см³ метанола, затем 3 см³ деионизованной воды. Процедуру проводят с использованием вакуума, скорость потока растворителей через патрон не должна превышать 5 см³/мин, при этом нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

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

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб» и «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 хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 7 дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре −18 °С.

Перед анализом образцы воды фильтруют через неплотный бумажный фильтр.

9. Выполнение определения

9.1. Подготовка проб к определению

Образец отфильтрованной воды объемом 100 см³ помещают в химический стакан вместимостью 200—300 см³. Затем с помощью медицинского шприца (или разряжения, создаваемого водоструйным насосом) пробу наносят на концентрирующий патрон Sep Pak Classic C18, подготовленный по п. 7.5, со скоростью пропускания раствора 1—2 капли в секунду. Патрон освобождают от следов влаги (осушают) с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом.

Ацетохлор элюируют с патрона 3 см³ смеси гексан—изо-пропанол (3 : 1, по объему), собирая элюат в круглодонную колбу вместимостью 50 см³, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см³ гексана и анализируют на содержание ацетохлора в условиях хроматографирования по п. 9.2.

9.2. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф, снабженный электронно-захватным детектором.

Колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм.

Температура: детектора – 300 °С, испарителя – 250°С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 150 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со

скоростью 10 °/мин до температуры 220 °С, выдержка 3 мин, затем нагрев колонки со скоростью 25 °/мин до температуры 270 °С, выдержка 2 мин.

Газ 1 (азот): давление 70,0 кПа, 32,1 см/с, поток 1,5 см³/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 6,8; сброс 10,2 см³/мин.

Ориентировочное время выхода ацетохлора ~ 9,2 мин.

Хроматографируемый объем: 1 мм³.

Линейный диапазон детектирования: 0,025—0,25 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор ацетохлора с концентрацией 0,25 мкг/см³, разбавляют гексаном (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов измерений

Содержание ацетохлора в пробе (X, мг/дм³) рассчитывают по формуле:

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

X – содержание ацетохлора в пробе, мг/дм³;

A – концентрация ацетохлора, найденная по градуировочной характеристике в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;

$V_{обр}$ – объем образца, взятого для анализа, см³.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/дм³;

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

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

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$ мг/дм³ при вероятности P = 0,95, где

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм³;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/дм³.

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

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

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

*«содержание вещества в пробе воды менее – 0,0005 мг/дм³»**.

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. 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 образцов концентраций для градуировки, содержание ацетохлора в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,025 до 0,25 мкг/см³.

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

* 0,0005 мг/дм³ – предел обнаружения в воде.

$$A = \frac{(X - C) \times 100}{C} \leq 2, \text{ где}$$

X – концентрация ацетохлора в пробе при контрольном измерении, мкг/см³;

C – известная концентрация градуировочного раствора ацетохлора, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см³;

2 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (А) превышает 2 %, 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 ацетохлора, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.3.

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа

Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,\bar{X}}\left(\pm\Delta_{л,\bar{X}'}\right)$ – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/дм³, при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/дм³:

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

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

Контрольный параметр 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/дм³.

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 условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), 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, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм³;

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

gost.e-ecolog.ru