Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы

Методические указания
МУК 4.1.2552а—09

Издание официальное

Москва • 2010

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы

Методические указания
МУК 4.1.2552а—09

ББК 51.23
Х94

Х94 **Хроматомасс**-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в г. Москве» (А. В. Иваненко, С. Г. Сафонкина, Л. И. Иванова, А. Ю. Полторацкий, Е. В. Солопов, И. Е. Рамишвили).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 30 сентября 2009 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

© Роспотребнадзор, 20010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
30 сентября 2009 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы

Методические указания
МУК 4.1.2552а—09

1. Общие положения и область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают процедуру количественного хроматомасс-спектрометрического анализа мяса птицы для определения в нем содержания четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетра-

хлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/дм^3.

1.2. Настоящие методические указания разработаны в связи с необходимостью усовершенствования методов газохроматографического анализа продуктов питания в целях гармонизации национальных методов исследования с современными международными стандартами.

1.3. Методические указания предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, а также других испытательных лабораторий, аккредитованных в порядке, установленном Правительством Российской Федерации, осуществляющих деятельность по санитарно-эпидемиологической оценке продуктов питания.

1.4. Перечень определяемых соединений приведен в табл. 1.

Таблица 1

Вещество	№ CAS
1	2
четыреххлористый углерод	56-23-5
хлорбензол	108-90-7
1-хлорбутан	109-69-3
хлорэтан	75-00-3
хлороформ	67-66-3
хлорметан	74-87-3
2-хлортолуол	95-49-8
4-хлортолуол	106-43-4
1,2-дихлорбензол	95-50-1
1,3-дихлорбензол	541-73-1
1,4-дихлорбензол	106-46-7
1,1-дихлорэтан	75-34-3
1,2-дихлорэтан	107-06-2
1,1-дихлорэтилен	75-35-4
цис-1,2-дихлорэтилен	156-59-2
транс-1,2-дихлорэтилен	156-60-5
1,2-дихлорпропан	78-87-5
1,3-дихлорпропан	142-28-9
2,2-дихлорпропан	590-20-7
1,1-дихлорпропилен	563-58-6
1,1-дихлорпропанон	513-88-2
цис-1,2-дихлорпропилен	10061-01-5

Продолжение табл. 1

1	2
транс-1,2-дихлорпропилен	10061-02-6
гексахлорбутадиен	87-68-3
гексахлорэтан	67-72-1
метиленхлорид	75-09-2
пентахлорэтан	76-01-7
1,1,1,2-тетрахлорэтан	630-20-6
1,1,2,2-тетрахлорэтан	79-34-5
тетрахлорэтилен	127-18-4
1,2,3-трихлорпропан	96-18-4
1,2,3-трихлорбензол	87-61-6
1,2,4-трихлорбензол	120-82-1
1,1,1-трихлорэтан	71-55-6
1,1,2-трихлорэтан	79-00-5
трихлорэтилен	79-01-6

2. Погрешность измерений

Диапазон измерений, значение показателей точности и нижний предел детектирования приведены в табл. 2.

Таблица 2

Вещество	Диапазон измерений (мг/дм^3)	Предел детектирования (мг/дм^3)	Показатель точности (%)	Относительное стандартное отклонение (%)
1	2	3	4	5
четыреххлористый углерод	0,0005—0,01	0,0021	92,0	6,8
хлорбензол	0,0001—0,01	0,00004	91,0	5,8
1-хлорбутан	0,0005—0,01	0,0001		
хлорэтан	0,0005—0,01	0,0001	100,0	5,8
хлороформ	0,0005—0,01	0,00003	95,0	3,2
хлорметан	0,0005—0,01	0,00013	99,0	4,7
2-хлортолуол	0,0001—0,01	0,00004	99,0	4,6
4-хлортолуол	0,0001—0,01	0,00006	96,0	7,0
1,2-дихлорбензол	0,0001—0,01	0,00003	97,0	3,5
1,3-дихлорбензол	0,0005—0,01	0,00012	99,0	6,0
1,4-дихлорбензол	0,0002—0,02	0,00003	93,0	5,7
1,1-дихлорэтан	0,0005—0,01	0,00004	98,0	6,2
1,2-дихлорэтан	0,0001—0,01	0,00006	100,0	6,3

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5
1,1-дихлорэтилен	0,0001—0,01	0,00012	95,0	9,0
цис-1,2-дихлорэтилен	0,0005—0,01	0,00012	100,0	3,7
транс-1,2-дихлорэтилен	0,0001—0,01	0,00006	98,0	7,2
1,2-дихлорпропан	0,0001—0,01	0,00002	96,0	6,0
1,3-дихлорпропан	0,0001—0,01	0,00004	99,0	5,8
2,2-дихлорпропан	0,0005—0,01	0,00035	99,0	4,9
1,1-дихлорпропилен	0,0005—0,01	0,0001	98,0	7,4
1,1-дихлорпропанон	0,0005—0,01	0,00004		
цис-1,2-дихлорпропилен	0,0005—0,01	0,0001		
транс-1,2-дихлорпропилен	0,0005—0,01	0,0001		
гексахлорбутадиен	0,0005—0,01	0,00011	100,0	6,7
гексахлорэтан	0,0005—0,01	0,0001		
метиленхлорид	0,0001—0,01	0,00003	95,0	5,3
пентахлорэтан	0,0005—0,01	0,0001		
1,1,1,2-тетрахлорэтан	0,0005—0,01	0,00005	100,0	4,7
1,1,2,2-тетрахлорэтан	0,0001—0,01	0,00004	100,0	12,0
тетрахлорэтилен	0,0005—0,01	0,00014	96,0	5,0
1,2,3-трихлорпропан	0,0005—0,01	0,00032	96,0	6,5
1,2,3-трихлорбензол	0,0005—0,01	0,00003	98,0	8,9
1,2,4-трихлорбензол	0,0005—0,01	0,00004	91,0	16,0
1,1,1-трихлорэтан	0,0005—0,01	0,00008	100,0	4,0
1,1,2-трихлорэтан	0,0005—0,01	0,0001	98,0	4,9
трихлорэтилен	0,0005—0,01	0,00019	96,0	2,0

3. Метод измерения

Измерение концентраций летучих органических веществ в мясном гомогенате основано на хроматомасс-спектрометрическом анализе равновесной паровой фазы, идентификации веществ по времени удерживания, масс-спектру и количественному определению методом абсолютной градуировки.

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет 39 мин.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

*4.1. Средства измерений**

Хроматомасс-спектрометр «Clarus 600», дозатор равновесного пара «TurboMatrix» и программное обеспечение «TurboMass» (фирмы «Perkin Elmer», США).

Микрошприцы (фирмы «Гамильтон»):

7001КН (объем 1 мм^3)	СУ-20750
75RN (объем 5 мм^3)	СУ-26702
705RN (объем 50 мм^3)	СУ-20788
710RN (объем 100 мм^3)	СУ-20790-U
725RN (объем 250 мм^3)	СУ-24538-U

Весы лабораторные аналитические ГОСТ 24104—01

Колбы мерные вместимостью 100 см^3 ГОСТ 1770-74Е

*4.2. Вспомогательные устройства**

Кварцевая капиллярная колонка THERMO TR-V1 (фирмы «Thermo Electron Corporation», США) длиной 60 м, внутренним диаметром 0,32 мм, со слоем неподвижной фазы толщиной 1,8 мкм.

Флаконы стеклянные вместимостью 20 см^3 (фирмы «Perkin Elmer», США).

Система получения особо чистой воды Millipor (фирмы «Millipor», США).

4.3. Материалы

Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты марки «55» ТУ 0271-001-4590571—02

*4.4. Реактивы**

Вода деионизированная*

---

* Указанные средства измерения, вспомогательное оборудование и другие материалы могут быть заменены другими с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

Натрий серно-кислый безводный, х. ч. ГОСТ 4166—76
Метанол «ВЭЖХ» (фирмы «Merck», Германия)
Стандартные смеси летучих органических соединений (кат. №№ 4-8775, 4-8777, 4-8779, 4-8786, 4-8797, 4-8799 фирмы «Supelco», США).

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

5.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

5.5. К обслуживанию хроматографа допускаются лица, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

5.6. При установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать ПБ 10-115—96 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором России 18.04.95 № 20.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории и с хроматомасс-спектрометром.

Оператор должен быть знаком с устройством хроматомасс-спектрометра и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

7. Условия измерений

7.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу осуществляют в следующих условиях (категория работ IIа по СанПиН 2.2.4.548—96):

• температура окружающей среды 19—22 °С;
• относительная влажность от 40 до 60 %.

7.2. Выполнение измерений на хроматомасс-спектрометре производят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку хроматомасс-спектрометра и дозатора равновесного пара, капиллярных колонок, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочных характеристик.

8.1. Подготовка хроматографа и капиллярных колонок

Подготовку хроматографа и дозатора равновесного пара проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Кварцевые капиллярные колонки предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от 50 до 230 °С со скоростью 10 °С/мин и выдерживая при этой температуре в течение 2 ч. После охлаждения термостата устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

8.2. Проверка чистоты деионизированной воды, газового тракта дозатора равновесного пара и хроматографа

Перед началом серии анализов следует убедиться в отсутствии следовых количеств анализируемых веществ в газовых магистралях ДРП и хроматомасс-спектрометра при заглушенном обогреваемом трубопроводе, а также проверить чистоту газохроматографической системы в целом, проведя анализ кипяченой дистиллированной воды.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Исходный раствор с концентрацией 20 мкг/см^3: 1 см^3 стандартной смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят метанолом до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 1 неделя при 4 °С.

Раствор № 1 с концентрацией 0,2 мкг/дм^3: 1 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 2 с концентрацией 0,6 мкг/дм^3: 3 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень

дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 3 с концентрацией 2 мкг/дм^3: 10 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 4 с концентрацией 6 мкг/дм^3: 30 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 5 с концентрацией 20 мкг/дм^3: 100 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 6 с концентрацией 60 мкг/дм^3: 300 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 7 с концентрацией 200 мкг/дм^3: 1 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 8 с концентрацией 600 мкг/дм^3: 3 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 9 с концентрацией 2 000 мкг/дм^3: 10 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Во флаконы дозатора равновесного пара вводят по 10 мл каждой градуировочной смеси, флаконы герметизируют специальными крышками, помещают в дозатор равновесного пара и проводят исследования.

8.4. Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде.

Градуировочная характеристика выражает зависимость площади пика от концентрации (мг/дм^3) каждого вещества и строится по 6 сериям градуировочных растворов.

Градуировку хроматографа проводят сначала с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора.

Условия работы дозатора равновесного пара

Время термостатирования контейнера с пробой	30 мин
Температура термостата контейнера с пробой	80 °С;
Время наддува контейнера	1 мин
Избыточное давление в контейнере (давление наддува)	0,7 МПа
Температура крана-дозатора	135 °С
Время отбора пробы	4 с

Условия проведения газохроматографического анализа

Температура испарителя	250 °С
Для капиллярных колонок:	
Температура первого изотермического участка	45 °С
Длительность первого изотермического участка	7 мин
Скорость программирования температуры	5 °С/мин
Температура второго изотермического участка	180 °С
Длительность второго изотермического участка	0 мин
Скорость программирования температуры	20 °С/мин
Температура третьего изотермического участка	220 °С
Длительность третьего изотермического участка	3 мин
Линейная скорость газа-носителя (гелия)	70 см/с
Суммарный расход газа-носителя (гелий) через две колонки	12,0 см^3/мин
Давление на входе в капиллярную колонку	52,6 кПа
Сброс газа-носителя	8 см^3/мин

Масс-спектрометрический режим

Режим ионизации	электронный удар
Энергия электронов	70 эV
Температура источника	200 °С
Температура трансферной линии	200 °С
Сканирование по полному ионному току	
Диапазон масс	35—300 аем
Задержка	0 мин
Общее время анализа	39 мин

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков определяемых веществ и по средним результатам из пяти измерений строят градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади пика на хроматограмме от концентрации вещества в воде.

Проверку времен удерживания компонентов проводят ежемесячно.

Градуировку проводят раз в три месяца или после ремонта хроматографа.

8.5. Подготовка пробы для анализа

Мышечную ткань, кожу и подкожную жировую клетчатку тщательно гомогенизируют, 3 г полученного гомогената помещают во флакон дозатора равновесного пара, добавляют 0,5 г сульфата натрия для уменьшения давления водяного пара, перемешивают и флакон герметизируют. Далее проводят исследование по п. 8.4.

9. Обработка результатов измерений

Детектирование проводят по временам удерживания и масс-спектрам по выбранному иону.

В табл. 3 приведены характеристические ионы, по которым проводится детектирование.

Таблица 3

Вещество	Основной характеристический ион	Подтверждающий ион
2	3	4
четыреххлористый углерод	117	119
хлорацетонитрил	48	75
хлорбензол	112	77, 114
1-хлорбутан	56	49
хлорэтан	64	66
хлороформ	83	85
хлорметан	50	52
2-хлортолуол	91	126
4-хлортолуол	91	126
1,2-дихлорбензол	146	111, 148
1,3-дихлорбензол	146	111, 148
1,4-дихлорбензол	146	111, 148
1,1-дихлорэтан	63	65, 83
транс-1,4-дихлор-2-бутен	53	88, 75

Продолжение табл. 3

2	3	4
1,2-дихлорэтан	63	65, 83
1,1-дихлорэтилен	96	61, 63
цис-1,2-дихлорэтилен	96	61, 98
транс-1,2-дихлорэтилен	96	61, 98
1,2-дихлорпропан	63	112
1,3-дихлорпропан	76	78
2,2-дихлорпропан	77	97
1,1-дихлорпропилен	75	110, 77
1,1-дихлорпропанон	43	83
цис-1,2-дихлорпропилен	75	110
транс-1,2-дихлорпропилен	75	110
гексахлорбутадиен	225	260
гексахлорэтан	117	119, 201
метиленхлорид	84	86, 49
пентахлорэтан	117	119, 167
1,1,1,2-тетрахлорэтан	131	133, 119
1,1,2,2-тетрахлорэтан	83	131, 85
тетрахлорэтилен	166	168, 129
1,2,3-трихлорпропан	75	77
1,2,3-трихлорбензол	180	182
1,2,4-трихлорбензол	180	182
1,1,1-трихлорэтан	97	99, 61
1,1,2-трихлорэтан	83	97, 85
трихлорэтилен	95	130, 132

Концентрацию (С) каждого определяемого вещества, содержащегося в пробе, рассчитывают по установленным по п. 8.4 с помощью системы обработки данных индивидуальным градуировочным зависимостям.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

11. Контроль точности результатов измерений

11.1. Оперативный контроль погрешности

Проводится при смене реактивов, после ремонта прибора.

Образцами для контроля являются реальные пробы мяса, к которым делаются добавки измеряемых веществ в виде раствора. Отбирают

две пробы мяса и к одной из них делают добавку таким образом, чтобы содержание определяемых веществ увеличилось по сравнению с исходным на 50—150 %, но так, чтобы концентрация вещества в пробе не выходила за верхний предел диапазона градуировки. Анализируя каждую пробу в точном соответствии с прописью методики, получают результат анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх.}$ и рабочей пробы с добавкой – C'.

Результаты анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх.}$ и рабочей пробы с добавкой – C' получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|C' - C_{исх.} - C| < K_g, \text{ где}$$

C – добавка вещества, мкг/дм^3;

K_g – норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм^3.

При внешнем контроле ($P = 0,95$) принимают:

$$K_g = \sqrt{\Delta^2 C' + \Delta^2 C_{исх.}}, \text{ где}$$

$\Delta C'$ и $\Delta C_{исх.}$ – характеристика погрешности исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм^3:

$$\Delta C_{исх.} = 0,01 \cdot \Delta_{отн.} \cdot C$$

$$\Delta C' = 0,01 \cdot \Delta_{отн.} \cdot C'$$

При внутрилабораторном контроле ($P = 0,90$) принимают:

$$K_g = 0,84 \cdot K_g$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12. Оформление результатов измерений

Результаты измерений анализируемых веществ в водной вытяжке оформляют в виде протокола, в котором содержатся полученные результаты измерений, дата и время получения результата измерений, вид носителя полученной измерительной информации и при необходимости сведения о применяемых средствах измерений.

Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы

Методические указания
МУК 4.1.2552а —09

Редакторы Л. С. Кучурова, Е. В. Николаева
Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 09.03.10

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 200 экз. Заказ 21

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 952-50-89

gost.e-ecolog.ru