Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2138—4.1.2151—06

Издание официальное

Москва, 2009

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—146с.

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-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 9,25

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по измерению концентраций 2,4-Д в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2138-06.....4
2. Методические указания индоксакарба в воздухе рабочей зоны методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2139-06.....14
3. Методические указания по определению остаточных количеств бромадиолона в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2140-06 23
4. Методические указания по измерению концентраций манкоцеба в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2141-06....34
5. Методические указания по измерению концентраций металаксила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2142-06.....45
6. Методические указания по измерению концентраций МЦПА в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2143-06.....56
7. Газохроматогрофическое определение 1-метоксипропан-2-ол ацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1. 2144-06.....65
8. Фотометрическое определение натрия перкарбоната в атмосферном воздухе. МУК 4.1. 2145-06.....77
9. Методические указания по газохроматографическому определению концентраций 1,1 диметилгидразина в почве. МУК 4.1. 2146-06.....85
10. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурона в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2147-06.....94
11. Методические указания по измерению концентраций проквиназида в воздухе рабочей зоны методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2148-06.....106
12. Методические указания по определению остаточных количеств пропаргита в воде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2149-06.....114
13. Методические указания по измерению концентраций цимоксанила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2150-06.....126
14. Методические указания по измерению концентраций метомила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2151-06.....138

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав потребителей и
благополучия человека
Г.Г. Онищенко
МУ 2142-06
«4» апреля 2006 г.
Дата введения: с 1 января 2007 г.

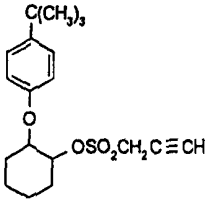
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств пропаргита в воде методом газожидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в воде массовой концентрации пропаргита в диапазоне 0,001 - 0,01 мг/дм^3.

Пропаргит - действующее вещество препарата ОМАЙТ, ВЭ (570 г/л), фирма «Кромптон Юроп Б.В.» (Нидерланды)

2-(4-трет-бутилфенокси)циклогексилпроп-2-инил сульфит (IUPAC)



$C_{19}H_{26}O_4S$

Мол. масса 350,5

Пропаргит технической чистоты (90,6%) - вязкая жидкость красно-коричневого цвета с характерным серным запахом. Разлагается до температуры кипения. Давление паров 0.006 мПа (25^{0}С). Коэффициент распределения н-октанол/вода KOW logP = 3.73. Плотность 1.1130 (20^{0}С). Практически не растворим в воде (около 2 мг/дм^3). Смешивается с большинством органических растворителей, такими как, ацетон, бензол, этанол, гексан, гептан и метанол. Стабильность: DT50 80 дней (pH 7); разрушается в сильных кислотах и щелочах (pH >10). Не разрушается во время хранения при 20^{0}С в течение года. Отмечено разложение около 1% вещества в воде, насыщенной воздухом, через 14 дней при 55^{0}С.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс - 2800 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 4000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс – 50 мг/м^3.

Область применения препарата

Препарат ОМАЙТ, ВЭ (570 г/л) - акарицид контактного действия для борьбы с клещами, в том числе паутинным, рекомендуется для применения на яблоне, винограде, сое, свекле сахарной и цветочных культурах в период вегетации, на вишне – после сбора урожая.

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 таблице 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 0,01	100	5,7	16	19

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в таблице 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	92,3	3,6 (ДЭЗ) 5,5 (ПФД)	2,5 (ДЭЗ) 3;7 (ПФД)

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором электронного захвата ионов (ДЭЗ) или пламенно-фотометрическим детектором, специфичным на серу. (ПФД) после экстракции из анализируемой пробы воды гексаном и последующей очистки экстракта колоночной 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 «Кристалл-2000М», снабженный детектором электронного захвата ионов с пределом детектирования по линдану $5x10^{-14}$ г/с, предназначенный для работы с насадочной колонкой.	Номер Госреестра 14516-95
Газовый хроматограф «Перкин-Элмер», снабженный пламенно-фотометрическим детектором с пределом детектирования по сере $1x10^{-12}$ г/с, предназначенный для работы с насадочной колонкой.	Номер Госреестра 15946-97
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 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц МШ-1	ГОСТ 20292
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 250, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Пропаргит, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 91,5% (ф. «Юнирояль Кемикал»)	
Алюминий оксид, активированный, нейтральный, для колоночной хроматографии, 50-200 мкм («Акрос Органикс», Бельгия)	
Бензол, хч	ГОСТ 5955
Вода деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166

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
Воронки делительные вместимостью 1000 $см^3$	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 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка для газового хроматографа, стеклянная, длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм	
Колонка для газового хроматографа, фторопластовая, длиной 50 см, внутренним диаметром 2 мм	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 13-15 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

Хромасорб W-HP (12-16 мм) с 3% OV-101

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 $(20\pm5)^0$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 гексана (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с оксидом алюминия.

7.1. 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 и кондиционирование колонки

Готовую насадку (Хромасорб W-HP с 3% OV-101) засыпают в стеклянную (или тефлоновую) 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 270°С (стеклянная колонка), 200 °С (фторопластовая колонка) в течение 6-8 часов.

7.3. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.3.1. Исходный раствор пропаргита для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3) В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г пропартита, растворяют в 50-70 см^3 ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

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

7.3.2. Рабочие растворы № 1 -6 пропаргита для градуировки (концентрация 0.5 - 10.0 мкг/см^3)

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0 и 10 см^3 исходного с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.3.1.), доводят до метки генсаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 1 - 6 с концентрацией пропаргита 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0 и 10 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более 10-ти дней.

7.3.3. Раствор пропаргита для внесения и проверки хроматографического поведения на колонке (концентрация 10 мкг/см^3) В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного растьора пропаргита с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.3.1.), разбавляют ацетоном до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Этот раствор используют для оценки полноты извлечения пропаргита из исследуемых образцов методом «внесено-найдено», контроля качества результатов измерений методом добавок, а также проверки хроматографического поведения вещества на колонке с оксидом алюминия.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*сек) от концентрации пропаргита в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 1, 2, 4,5 (измерение по п. 9.3.1.) или №№ 2, 3, 5, 6 (измерение по п. 9.3.2).

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.5. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Оксид алюминия сушат в сушильном шкафу при 150^{0}С в течение 12-ти часов, охлаждают в эксикаторе, затем дезактивируют 6% воды по массе, получая сорбент III степени активности по Брокману.

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 13 мм уплотняют тампоном из стекловаты, насыпают в колонку 8 г дезактивированного оксида алюминия, промывают колонку 40 см^3 бензола. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента.Колонка готова к работе.

7.6. Проверка хроматографического поведения пропаргита на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора для внесения (п. 7.3.3.), упаривают досуха, добавляют 10 см^3 бензола, перемешивают и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.5. Проходящий через колонку раствор (элюат) полностью собирают в колбу для упаривания вместимостью 100 см^3. Обмывают колбу 2-мя порциями бензола по 3 см^3, которые также наносят на колонку. После сбора первой порции элюата, приемную колбу меняют. Промывают колонку еще 50 см^3 бензола со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают их раздельно (включая первую порцию), остатки растворяют в 1 см^3 гексана, анализируют содержание пропаргита по п. 9.3.1 или 9.3.2.

Фракции, содержащие пропаргит, объединяют и вновь анализируют.

Рассчитывают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения попаргита следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбента и растворителя.

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 4^0С в течение 5-ти дней. Для длительного хранения пробы замораживают, помещая в морозильную камеру при -18^0С.

Непосредственно 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 1000 $см^3$, добавляют 70 $см^3$ гексана, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз верхний органический слой переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, фильтруя его через 2-х 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 гексана по 50 $см^3$. Отстоявшийся слой гексана (верхняя фаза) фильтруют в колбу с ранее полученным экстрактом.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40^0С, подвергают очистке в соответствии с п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта

Остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в 10 $см^3$ бензола и наносят в колонку, подготовленную по п. 7.6, проходящий через колонку раствор (элюат) собирают полностью в колбу для упаривания вместимостью 100 $см^3$. Скорость прохождения растворителя через колонку - 1-2 капли в сек. Обмывают колбу 2-мя порциями бензола по 3 $см^3$, которые также наносят на колонку. Затем колонку дополнительно промывают еще 40 $см^3$ бензола. Объединенный элюат (около 56 $см^3$), собранный в круглодонной колбе, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40^0С досуха. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ гексана (измерение по п. 9.3.1.) или в 0,5 $см^3$ гексана (измерение по п. 9.3.2.), анализируют содержание пропаргита по п. 9.3.

9.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

9.3.1. Хроматограф газовый «Кристалл-2000М» с детектором электронного захвата ионов.

Колонка стеклянная длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная Хромасорбом W-HP (0,12 – 0,16 мм) с 3% OV-101

Температура термостата колонки - 230° С

детектора - 320° С

испарителя - 240° С

Скорость газа-носителя (азота) - 30 ± 1 $см^3$/мин

Объем вводимой пробы - 1 $мм^3$

Ориентировочное время удерживания пропаргита: 4 мин 47 сек – 4 мин 50 сек

Линейный диапазон детектирования: 0,5 – 5,0 нг

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 5,0 мкг/$см^3$, разбавляют гексаном.

9.3.2. Газовый хроматограф «Перкин-Элмер», снабженный пламенно-фотометрическим детектором

Колонка стеклянная длиной 50 см, внутренним диаметром 2 мм, заполненная Хромасорбом W-HP (0,12 – 0,16 мм) с 3% OV-101

Температура термостата колонки - 180° С

детектора - 250° С

испарителя - 220° С

Скорость газа-носителя (азота) - 50 ± 1 $см^3$/мин

Объемный расход водорода – 14 $см^3$/мин

воздуха – 140 $см^3$/мин

Объем вводимой пробы - 10 $мм^3$

Ориентировочное время удерживания пропаргита: 1 мин 30 сек

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/$см^3$, разбавляют гексаном.

Содержание пропаргита в пробе сопоставительно оценивают по площади хроматографического пика градуировочного раствора аналитического стандарта (введен-

ного в испаритель непосредственно после хроматографирования исследуемого образца).

10. Обработка результатов анализа

Содержание пропаргита в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A * S_{пр.} * W * V_{ст.}}{S_{ст.} \times V_{пр} \times P}, \text{ где}$$

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

A – концентрация пропаргита в градуировочном растворе, мкг/см^3;

$S_{пр.}$ – площадь пика исследуемой пробы, мВ*сек;

$S_{ст}$ – площадь пика аналитического стандарта, мВ*сек;

$V_{пр.}$ – объем раствора пробы, введенного в испаритель хроматографа, мм^3;

$V_{ст.}$ – объем градуировочного раствора, введенного в испаритель хроматографа, мм^3;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3.

P – 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):

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

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

r- значение предела повторяемости (таблица 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:

$$(\overline{X} \pm \Delta) \text{ мг/дм}^3 \text{ при вероятности P= 0.95,}$$

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

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

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

δ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 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»**
** - 0.001 мг/дм^3 - предел обнаружения.*

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.

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

где $\pm \Delta_{,\overline{X}} \left(\pm \Delta_{,\overline{X'}}\right)$ – 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:

$\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$,

где Δ- граница абсолютной погрешности, мг/дм^3;

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д,$$

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 К рассчитывают по формуле

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

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

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)

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

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

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

14. Разработчики.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Рогачева С.К. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»).

gost.e-ecolog.ru