

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

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


Тираж 100 экз.

Печ. л. 9,25

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 индоксиакарба 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. Газохроматографическое 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 хлорсульфурана 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  
М.П.  З.И. Щенко  
« 4 » апреля 2006 г.  
Дата введения: 2 апреля 2007 г.

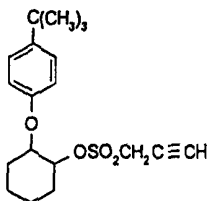
### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**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<sup>3</sup>.

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<sub>19</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>S

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<sup>o</sup>C). Коэффициент распределения н-октанол/вода K<sub>OW</sub> log P = 3.73. Плотность 1.1130 (20<sup>o</sup>C). Практически не растворим в воде (около 2 мг/дм<sup>3</sup>). Смешивается с большинством органических растворителей, такими как, ацетон, бензол, этанол, гексан, гептан и метанол. Стабильность: DT<sub>50</sub> 80 дней (рН 7); разрушается в сильных кислотах и щелочах (рН >10). Не разрушается во время хранения при 20<sup>o</sup>C в течение года. Отмечено разложение около 1% вещества в воде, насыщенной воздухом, через 14 дней при 55<sup>o</sup>C.

114

*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<sup>3</sup>.

*Область применения препарата*

Препарат ОМАЙТ, ВЭ (570 г/л) - акарицид контактного действия для борьбы с клещами, в том числе паутиным, 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<sup>3</sup>.

**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 <sup>3</sup>	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % $P=0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ, %	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 <sup>3</sup>	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	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 $5 \times 10^{-14}$ 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 $1 \times 10^{-12}$ 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 $\pm 0,038$ 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 <sup>3</sup>	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 серноокислый, 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 <sup>3</sup>	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Генератор водорода	
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 200 – 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	ГОСТ 25336

Стекловата

Стекланные 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  $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$  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 n-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°C (стеклянная колонка), 200 °C (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<sup>3</sup>)** В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,01 г пропаргита, растворяют в 50-70 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>)**

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0 и 10 см<sup>3</sup> исходного с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.3.1.), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 1 - 6 с концентрацией пропаргита 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 5.0 и 10 мкг/см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>)** В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> исходного раствора пропаргита с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> (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 ( $\text{мВ} \cdot \text{сек}$ ) от концентрации пропаргита в растворе ( $\text{мкг}/\text{см}^3$ ), 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  $1 \text{ мм}^3$  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  $150^\circ\text{C}$  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  $40 \text{ см}^3$  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  $10 \text{ см}^3$  помещают  $2 \text{ см}^3$  раствора для внесения (п. 7.3.3.), упаривают досуха, добавляют  $10 \text{ см}^3$  бензола, перемешивают и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.5. Проходящий через колонку раствор (элюат) полностью собирают в колбу для упаривания вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Обмывают колбу 2-мя порциями бензола по  $3 \text{ см}^3$ , которые также наносят на колонку. После сбора первой порции элюата, приемную колбу меняют. Промывают колонку еще  $50 \text{ см}^3$  бензола со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по  $10 \text{ см}^3$ ) отбирают элюат, упаривают их отдельно (включая первую порцию), остатки растворяют в  $1 \text{ см}^3$  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 пропаргита 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  $4^{\circ}\text{C}$  в течение 5-ти дней. Для длительного хранения пробы замораживают, помещая в морозильную камеру при  $-18^{\circ}\text{C}$ .

Непосредственно перед анализом образцы воды фильтруют через неплотный бумажный фильтр.

## 9. Выполнение определения

### 9.1. Экстракция

Образец анализируемой воды объемом  $500\text{ см}^3$  помещают в делительную воронку вместимостью  $1000\text{ см}^3$ , добавляют  $70\text{ см}^3$  гексана, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз верхний органический слой переносят в круглодонную колбу вместимостью  $250\text{ см}^3$ , 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  $50\text{ см}^3$ . Отстоявшийся слой гексана (верхняя фаза) фильтруют в колбу с ранее полученным экстрактом.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше  $40^{\circ}\text{C}$ , подвергают очистке в соответствии с п. 9.2.

### 9.2. Очистка экстракта

Остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в  $10\text{ см}^3$  бензола и наносят в колонку, подготовленную по п. 7.6, проходящий через колонку раствор (элюат) собирают полностью в колбу для упаривания вместимостью  $100\text{ см}^3$ . Скорость прохождения растворителя через колонку - 1-2 капли в сек. Обмывают колбу 2-мя порциями бензола по  $3\text{ см}^3$ , которые также наносят на колонку. Затем колонку дополнительно промывают еще  $40\text{ см}^3$  бензола. Объединенный элюат (около  $56\text{ см}^3$ ), собранный в круглодонной колбе, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше  $40^{\circ}\text{C}$  досуха. Сухой остаток растворяют в  $1\text{ см}^3$  гексана (измерение по п. 9.3.1.) или в  $0,5\text{ см}^3$  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) -  $30 \pm 1$  см<sup>3</sup>/мин

Объем вводимой пробы - 1 мм<sup>3</sup>

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<sup>3</sup>, 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) -  $50 \pm 1$  см<sup>3</sup>/мин

Объемный расход водорода – 14 см<sup>3</sup>/мин

воздуха – 140 см<sup>3</sup>/мин

Объем вводимой пробы - 10 мм<sup>3</sup>

Ориентировочное время удерживания пропаргита: 1 мин 30 сек

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup>, 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:

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

- $X$  – содержание пропаргита в пробе, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $A$  – концентрация пропаргита в градуировочном растворе, мкг/см<sup>3</sup>;  
 $S_{\text{пр.}}$  – площадь пика исследуемой пробы, мВ\*сек;  
 $S_{\text{ст.}}$  – площадь пика аналитического стандарта, мВ\*сек;  
 $V_{\text{пр.}}$  – объем раствора пробы, введенного в испаритель хроматографа, мм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ст.}}$  – объем градуировочного раствора, введенного в испаритель хроматографа, мм<sup>3</sup>;  
 $W$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>.  
 $P$  – объем анализируемого образца воды, см<sup>3</sup>.

### 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

где  $X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мг/дм<sup>3</sup>;

$r$  – 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:

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

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/дм<sup>3</sup>;

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

$\delta$  - 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<sup>3</sup>»\**  
 \* - 0.001 мг/дм<sup>3</sup> - 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 внутрिलाбораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки  $C_0$  должна удовлетворять условию:

$$C_0 = \Delta_{\bar{X}} + \Delta_{\bar{X}'},$$

где  $\pm \Delta_{\bar{X}} (\pm \Delta_{\bar{X}'})$  - характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/дм<sup>3</sup>, при этом:

$$\Delta_n = \pm 0,84 \Delta,$$

где  $\Delta$  - граница абсолютной погрешности, мг/дм<sup>3</sup>;

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

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

Результат контроля процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле:

$$K_x = \bar{X}' - \bar{X} - C_0,$$

где  $\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_0$  среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{\bar{X}', \bar{X}} + \Delta^2_{\bar{X}, C_0}}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (2)$$

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 ( $R$ )

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

где  $X_1$ ,  $X_2$  – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/дм<sup>3</sup>;

$R$  – 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»).