

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций ципроконазола  
в атмосферном воздухе населенных мест  
методом капиллярной газожидкостной  
хроматографии**

Методические указания  
МУК 4.1.3195—14

Издание официальное

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение концентраций ципроконазола  
в атмосферном воздухе населенных мест  
методом капиллярной газожидкостной  
хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3195—14**

ББК 51.21

ИЗ7

**ИЗ7 Измерение концентраций ципроконазола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—15 с.**

ISBN 978—5—7508—1390—2

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (Т. В. Юдина, М. В. Ларькина, С. К. Рогачева).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26 июня 2014 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 29 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 978—5—7508—1390—2

© Роспотребнадзор, 2015

© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

## УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

А. Ю. Попова

29 июля 2014 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Измерение концентраций ципроконазола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

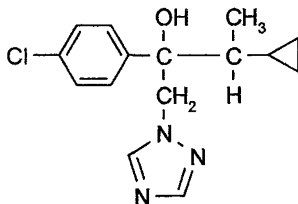
#### Методические указания МУК 4.1.3195—14

Свидетельство об аттестации МВИ № 01.00282-2008/0195.24.12.13  
от 24.12.13.

Настоящие методические указания устанавливают порядок приме-  
нения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измере-  
ния массовой концентрации ципроконазола в атмосферном воздухе на-  
селенных мест в диапазоне 0,0005—0,0050 мг/м<sup>3</sup>.

Методические указания носят рекомендательный характер.

(2 *RS*, 3*RS*; 2 *RS*, 3 *SR*)-2-(4-хлорфенил)-3-циклопропил-1-(1*H*-1,2,4-  
триазол-1-ил) бутан-2-ол.



Эмпирическая формула: C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>ClN<sub>3</sub>O.

Молекулярная масса: 291,8.

Бесцветное твердое вещество. Температура кипения  $> 250$  °С. Температура плавления  $106—109$  °С. Давление паров  $3,46 \times 10^{-2}$  мПа (при  $20$  °С). Растворимость в воде  $140,0$  мг/л ( $25$  °С, рН 7).  $K_{ow} \log P = 2,91$  (рН 7). Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Относительно стабилен в водной среде. Слабо гидролизуеться в  $1$  N HCl и NaOH.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс: самцы —  $1\ 020$  мг/кг; самки —  $1\ 333$  мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс, кроликов  $> 2\ 000$  мг/кг.

*Область применения*

Ципроконазол применяется в качестве системного фунгицида в сельском хозяйстве от комплекса болезней (мучнистая роса, различные виды ржавчины, пятнистости и др.) на зерновых культурах и сахарной свекле.

### 1. Погрешность измерений

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 для соответствующего диапазона концентраций.

Таблица

**Метрологические параметры значения характеристики погрешности, точности, повторяемости, воспроизводимости**

| Анализируемый объект | Показатель точности (границы относительной погрешности, $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , % | Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , мг/м <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> | Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , мг/м <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> | Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r$ , мг/м <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> | Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$ , мг/м <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> , мкг/см <sup>3</sup> ( $P = 0,95$ ) | Средняя полнота извлечения вещества, % |
|----------------------|--|--|--|--|--|--|
| Атмосферный воздух   | 16   | $0,03 \cdot \bar{X}$   | $0,023 \cdot \bar{X}$  | $0,06 \cdot \bar{X}$   | $0,09 \cdot \bar{X}$   | 97,1                                   |

## 2. Метод измерений

Измерения концентраций ципроконазола выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД).

Концентрирование ципроконазола из воздушной среды осуществляют на пробоотборные трубки, заполненные полимерным сорбентом, экстракцию с трубок проводят ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы — 0,025 нг. Средняя полнота извлечения с сорбционных трубок — 97,1 %.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### 3.1. Средства измерений

|  |                      |
|--|----------------------|
| Газовый хроматограф, снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по азоту в азобензоле $5 \times 10^{-13}$ гр/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой |                      |
| Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—700 мм рт. ст. и пределом допустимой погрешности $(1,0 \pm 2,5)$ мм рт. ст.  | ТУ 25.04-1799—75     |
| Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 110 г, предел допустимой погрешности $\pm 0,02$ мг  | ГОСТ Р 53228—08      |
| Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см <sup>3</sup>   | ГОСТ 1770—74         |
| Меры массы   | ГОСТ OIML R 111-1—09 |
| Микрошприц вместимостью 10 мм <sup>3</sup>   |                      |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см <sup>3</sup>  | ГОСТ 29227—91        |
| Пробоотборное устройство 2-канальное с диапазонами расхода 0,2—1,0 дм <sup>3</sup> /мин и 5,0—1,0 дм <sup>3</sup> /мин и пределом допустимой погрешности $\pm (5—7)$ %             |                      |
| Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С  | ТУ 25-2021.003—88    |

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

### 3.2. Реактивы

|   |               |
|---|---------------|
| Ципроконазол, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,3 % |               |
| Азот газообразный (чистота 99,999 %), из баллона                                | ТУ 6-21-39—96 |
| Ацетон, осч   | ГОСТ 2603—79  |
| Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч                                 | ГОСТ 20490—75 |
| Калий углекислый (карбонат калия), хч, прокаленный                              | ГОСТ 4221—76  |

**Примечание.** Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующей дополнительной очистки растворителей.

### 3.3. Вспомогательные устройства, материалы

|  |                          |
|--|--------------------------|
| Аппарат для встряхивания   | ТУ 64-1-2851—78          |
| Баня водяная   |                          |
| Воронка Бюхнера  | ГОСТ 9147—80             |
| Воронки конусные диаметром 40—45 мм  | ГОСТ 25336—82            |
| Груша резиновая  | ТУ 9398-005-0576-9082—03 |
| Генератор водорода   |                          |
| Гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 %                   |                          |
| Колба Бунзена  | ГОСТ 25336—82            |
| Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 см <sup>3</sup> | ГОСТ 9737—93             |
| Компрессор   |                          |
| Мешалка магнитная  |                          |
| Насос водоструйный стеклянный  | ГОСТ 25336—82            |
| Пинцет медицинский   | ГОСТ 21241—89            |
| Стаканы химические с носиком вместимостью 150 см <sup>3</sup>                            | ГОСТ 25336—82            |
| Стекловата   |                          |
| Стеклянные палочки   |                          |
| Трубки для отбора проб воздуха 2-секционные (длиной 100 мм, внутренним диаметром 8 мм),  |                          |

заполненные пористым полимерным сорбентом на основе 2,6-дифенил-п-фениленоксида (100 мг сорбента во фронтальной секции, 50 мг – в задней), – пробоотборные  
 Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30

Ротационный вакуумный испаритель  
 Установка для перегонки растворителей  
 Фильтродержатель

Шкаф сушильный

ТУ 64-1-1411—76

Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка, длиной 15 м, внутренним диаметром 0,5 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,5 мкм), 95 % – диметилполисилоксан

**Примечание.** Допускается применение 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—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79, 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 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—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см<sup>2</sup>), 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. 12.

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  $(20 \pm 5)$  °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 ацетона (при необходимости), приготовление градуировочных растворов и раствора внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка сорбционных трубок, отбор проб.

### 7.1. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над небольшим количеством марганцово-кислого калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

### 7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.2.1. *Исходный раствор ципроконазола для градуировки (концентрация 250 мкг/см<sup>3</sup>)*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,025 г ципроконазола, растворяют в 50—60 см<sup>3</sup> ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

7.2.2. *Рабочий раствор № 1 ципроконазола для градуировки (концентрация 2,5 мкг/см<sup>3</sup>)*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поме-

шают 1,0 см<sup>3</sup> исходного раствора ципроконазола для градуировки с концентрацией 250,0 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают.

7.2.3. Рабочие растворы № 2—5 ципроконазола для градуировки и внесения (концентрация 0,025—0,25 мкг/см<sup>3</sup>). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0; 2,0; 4,0 и 10,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора № 1 ципроконазола для градуировки с концентрацией 2,5 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.2.), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией ципроконазола 0,025; 0,05; 0,1 и 0,25 мкг/см<sup>3</sup>, которые используют для градуировки и приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

Хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 15 дней.

### 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации ципроконазола в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков ципроконазола (мВ · с), на основании которых строят градуировочную зависимость.

#### 7.3.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Газовый хроматограф, снабженный термоионным детектором.

Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка, длиной 15 м, внутренним диаметром 0,5 мм, содержащая сорбент 5 % – фенилметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,5 мкм), 95 % – диметилполисилоксан.

Температура детектора: 320 °С,  
испарителя: 260 °С.

Температура термостата колонки программируемая. Начальная температура – 130 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью

10 градусов в минуту до температуры 220 °С, выдержка 3 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 270 °С.

Скорость газа 1 (азот): 37,088 см<sup>3</sup>/с, давление 14 кПа, поток 3,887 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2 (азот): деление потока 1 : 4.

Скорость потока водорода 11 см<sup>3</sup>/мин; скорость потока воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин.

Хроматографируемый объем: 1 мм<sup>3</sup>.

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

*7.3.2. Хроматограф газовый с термоионным детектором  
(метод подтверждения)*

Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилполисилоксан, 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 мкм).

Температура детектора: 320 °С,  
испарителя: 250 °С.

Температура термостата колонки программируемая. Начальная температура – 170 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 270 °С.

Скорость газа 1 (азот): 39,671 см<sup>3</sup>/с, давление 90 кПа, поток 1,919 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2 (азот): деление потока 1 : 3.

Скорость потока водорода 11 см<sup>3</sup>/мин; скорость потока воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин.

Хроматографируемый объем: 1 мм<sup>3</sup>.

## **8. Отбор и хранение проб воздуха**

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02—81 «ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест».

Воздух с объемным расходом 2 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через пробоборные трубки, заполненные пористым полимерным сорбентом.

Для измерения концентрации ципроконазола на уровне предела обнаружения 0,0005 мг/м<sup>3</sup> необходимо отобрать 50,0 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С – 14 дней.

### 9. Выполнение измерений

Содержимое экспонированных сорбционных трубок (сорбент и стекловату) переносят в химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, заливают 10 см<sup>3</sup> ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель декантируют в круглодонную колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup>, операцию экстракции повторяют дважды.

Объединенный экстракт, находящийся в круглодонной колбе, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> ацетона и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Установливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию ципроконазола в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 0,25 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют ацетоном (не более, чем в 50 раз).

### 10. Обработка результатов анализа

Концентрацию ципроконазола в пробе воздуха ( $X$ ), мг/м<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot W}{V_i}, \text{ где}$$

$C$  – концентрация ципроконазола в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см<sup>3</sup>;

$W$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>;

$V_i$  – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм<sup>3</sup>:

$$V_i = \frac{R \cdot P \cdot ut}{273 + T}, \text{ где}$$

$T$  – температура воздуха при отборе проб (на входе в аспиратор), °С;

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

$u$  – расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин;

$t$  – длительность отбора пробы, мин;

$R$  – коэффициент, равный 0,357 для атмосферного воздуха.

### 11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа  $\bar{X}$  в мг/м<sup>3</sup>, характеристика погрешности  $\delta$ , % (табл.),  $P = 0,95$  или

$(\bar{X} \pm \Delta)$  мг/м<sup>3</sup>,  $P = 0,95$ , где

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/м<sup>3</sup>:

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

$\delta$  – граница относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, таблица), %.

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

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

*«содержание ципроконазола в пробе атмосферного воздуха – менее 0,0005 мг/м<sup>3</sup>»*.\*

\*– 0,0005 мг/м<sup>3</sup> – предел обнаружения при отборе 50,0 дм<sup>3</sup> атмосферного воздуха.

### 12. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12.1. 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 концентраций образцов для градуировки, содержание вещества в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,025 до 0,25 мкг/см<sup>3</sup>.

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

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

$X$  — концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см<sup>3</sup>;

$C$  — известная концентрация градуировочного раствора вещества, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см<sup>3</sup>;

$B$  — норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % ( $B = 10\%$  при  $P = 0,95$ ).

Если величина расхождения ( $A$ ) превышает 10 % погрешности градуировочной характеристики, 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 вещества, 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.

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

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с экспонированных трубок делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы —  $X$ . Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (величина добавки  $X_0$  должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой —  $X'$ . Результаты анализа исходной рабочей пробы ( $X$ ) и рабочей пробы с добавкой ( $X'$ )

получают в условиях повторяемости (один аналитик, использование одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Величина добавки  $C_\delta$  должна удовлетворять условию:

$$C_\delta \geq \Delta_{n,\bar{X}} + \Delta_{n,\bar{X}'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{n,\bar{X}}$  ( $\pm \Delta_{n,\bar{X}'}$ ) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/м<sup>3</sup>.

Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения  $\Delta_n = \pm 0,84 \Delta$  с последующим уточнением по мере накопления информации, где

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/м<sup>3</sup>:

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

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

Контроль проводят путем сравнения результата контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_\delta, \text{ где}$$

$\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_\delta$  – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно (мг/м<sup>3</sup>).

Норматив оперативного контроля точности  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,\bar{X}}^2 + \Delta_{n,\bar{X}'}^2}$$

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

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (1)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (1) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), не должно превышать предела воспроизводимости ( $R$ ):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \text{ где} \quad (2)$$

$R$  – предел воспроизводимости (таблица),  $\text{мг/м}^3$ ,

$$R = 0,09 \cdot \bar{X};$$

$\bar{X} = \frac{1}{2} (X_1 + X_2)$ , где  $X_1, X_2$  – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы),  $\text{мг/м}^3$ .

Если выполняется условие (2), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют, при повторном превышении указанного норматива выясняют причины и по возможности их устраняют.



**Измерение концентраций ципроконазола в атмосферном воздухе  
населенных мест методом капиллярной газожидкостной  
хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3195—14**

Редактор Л. С. Кучурова  
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 05.06.15

Формат 60x84/16

Тираж 150 экз.

Усл. печ. л. 0,93  
Заказ 42

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