

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания  
МУК 4.1.3070—13

Издание официальное

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

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

**Методические указания  
МУК 4.1.3070—13**

ББК 51.21

ИЗ7

**ИЗ7 Измерение концентраций эпоксиконазола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—14 с.

ISBN 978—5—7508—1207—3

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

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 30 мая 2013 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 19 июля 2013 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 978—5—7508—1207—3

© Роспотребнадзор, 2013

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

## УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

19 июля 2013 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Методические указания  
МУК 4.1.3070—13**

Свидетельство об аттестации МВИ от 24.08.2012 № 0124.24.08.12.

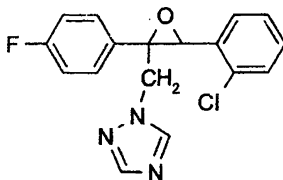
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации эпоксиконазола в атмосферном воздухе населенных мест в диапазоне 0,0008—0,008 мг/м<sup>3</sup>.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: эпоксиконазол.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (2*RS*, 3*SR*)-1-[3-(2-хлорфенил)-2,3-эпокси-2-(4-фторфенил)пропил]-1*H*-1,2,4-триазол.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C<sub>17</sub>H<sub>13</sub>ClFN<sub>3</sub>O.

Молекулярная масса: 329,8.

Бесцветное кристаллическое вещество. Температура плавления 136,2 °С. Давление паров < 0,01 мПа (при 20 °С). Растворимость в воде

$6,63 \times 10^{-4}$  г/100 см<sup>3</sup> (20 °С). Растворимость: в ацетоне – 14,4; дихлорметане – 29,1; гептане – 0,04; этилацетате – 9,2 г/100 см<sup>3</sup>. Коэффициент распределения п-октанол/вода: около 3,44. Относительно стабилен в водной среде. Слабо гидролизуется при pH 5 и 7 в течение 12 дней.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс: > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC<sub>50</sub>) 4 ч для крыс > 5,3 мг/л воздуха.

*Область применения*

Эпоксиконазол применяется в качестве системного фунгицида в сельском хозяйстве в посевах зерновых колосовых культур при однократной наземной обработке посевов в период вегетации.

ПДК в атмосферном воздухе – 0,001 мг/м<sup>3</sup>.

## **1. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

## **2. Метод измерений**

Измерения концентраций эпоксиконазола выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электрозахватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование эпоксиконазола из воздушной среды осуществляют на пробоотборные трубки, заполненные полимерным сорбентом, экстракцию вещества проводят смесью гексан : ацетон (1 : 1, по объему).

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,05 нг. Средняя полнота извлечения – 95,43 %.

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

### **3.1. Средства измерений**

Газовый хроматограф, снабженный электрозахватным детектором с пределом детектирования по линдану  $5 \cdot 10^{-14}$  г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой

Весы лабораторные, аналитические, наибольший предел взвешивания 110 г, предел допустимой погрешности ± 0,2 мг

Меры массы

Микрошприц вместимостью 10 мм<sup>3</sup>

ГОСТ Р 53228—08

ГОСТ OIML R 111-1—09

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) %

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. и пределом допустимой погрешности (1  $\pm$  2,5) мм рт. ст.

ТУ 2504-1799—75

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С

ТУ 25-2021.003—88

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770—74

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup>

ГОСТ 29227—91

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770—74

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

### 3.2. Реактивы

Эпоксиконазол, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,6 %  
Азот газообразный (чистота 99,999 %) в баллонах

ТУ 6-21-39—96

Ацетон, осч

ГОСТ 2603—79

н-Гексан, хч

ТУ-6-09-06-657—84

Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч

ГОСТ 20490—75

Калий углекислый (карбонат калия), поташ, хч, прокаленный

ГОСТ 10690—73

Кислота серная концентрированная, осч

ГОСТ 14262—78

Натрий углекислый (карбонат натрия), хч

ГОСТ 83—79

Спирт этиловый (этанол) ректифицированный

ГОСТ Р 51652—2000 или  
ГОСТ 18300—87

**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

ТУ 4622603—75

Баня ультразвуковая

Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ГОСТ 25336—82
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-9082—03
Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737—93
Насос водоструйный стеклянный	ГОСТ 25336—82
Пинцет медицинский	ГОСТ 21241—89
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающий вакуум до 10 мбар	
Стаканы химические с носиком вместимостью 150 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стеклопалочки	
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	
Установка для перегонки растворителей	
Хроматографическая кварцевая капиллярная колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент: 14 % цианопропилфенила и 86 % диметилполисилоксана (толщина пленки сорбента 0,5 мкм)	

**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 Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и

2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/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 специалиста, прошедшего обучение, освоившего методику, владеющего техникой, имеющего опыт работы на газовом хроматографе и подтвердившего соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

### **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 растворителей, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

#### **7.1. Очистка растворителей**

##### *7.1.1. Очистка ацетона*

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

##### *7.1.2. Очистка гексана*

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над прокаленным карбонатом натрия.



## **7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения**

7.2.1. *Исходный раствор эпоксиконазола для градуировки (концентрация 100 мкг/см<sup>3</sup>)*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,01 г эпоксиконазола, 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 эпоксиконазола для градуировки (концентрация 5 мкг/см<sup>3</sup>)*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 5,0 см<sup>3</sup> исходного раствора эпоксиконазола для градуировки с концентрацией 100,0 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.3.1), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают.

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

7.2.3. *Рабочие растворы № 2—5 эпоксиконазола для градуировки и внесения (концентрация 0,05—0,5 мкг/см<sup>3</sup>)*. В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора № 1 эпоксиконазола для градуировки с концентрацией 5,0 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.3.2), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией эпоксиконазола 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 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 14 дней.

## **7.3. Установление градуировочной характеристики и условия хроматографирования**

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации эпоксиконазола в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5.

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

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

### *Условия хроматографирования*

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Газовый хроматограф, снабженный электрозахватным детектором с пределом детектирования по линдану  $5 \cdot 10^{-14}$  г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой.

Хроматографическая кварцевая капиллярная колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент: 14 % цианопропилфенила и 86 % диметилполисилоксана (толщина пленки сорбента 0,5 мкм).

Температура: детектора 320 °С;  
испарителя 270 °С.

Температура термостата колонки программируемая. Начальная температура – 200 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 15 градусов в минуту до температуры 260 °С, выдержка 4 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 270 °С.

Газ 1 (азот): скорость 37,97 см/с, давление 90 кПа, поток 1,7 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2 (азот): деление потока 1 : 4,7; сброс 9,4 мл/мин.

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

Линейный диапазон детектирования: 0,05—0,5 нг.

#### *7.4. Подготовка смеси гексан–ацетон для экстракции эпоксиконазола (объемное соотношение 1 : 1)*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 50 см<sup>3</sup> гексана, доводят до метки ацетоном, перемешивают.

### **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 аспирируют с объемным расходом 2 дм<sup>3</sup>/мин в течение 31,2 мин через 2 параллельно установленные пробоотборные трубки, заполненные пористым полимерным сорбентом.

Для измерения концентрации эпоксиконазола на уровне предела обнаружения 0,0008 мг/м<sup>3</sup> (0,8 ОБУВ) для атмосферного воздуха необходимо отобрать 125,0 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб, попарно помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С 14 дней.

### **9. Выполнение измерений**

Содержимое 2 экспонированных сорбционных трубок (сорбент и стекловату) переносят в химический стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, заливают 20 см<sup>3</sup> смеси гексан–ацетон (1 : 1, по объему), помещают на ультразвуковую баню на 10 мин. Растворитель декантируют в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и дважды повторяют экстракцию новой порцией смеси растворителей объемом 15 см<sup>3</sup>, выдерживая на ультразвуковой бане по 5 мин.

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> гексана, тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.

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

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 0,5 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют гексаном (не более, чем в 50 раз).

### 10. Обработка результатов анализа

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

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

$C$  – концентрация эпоксиконазола 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, отобранного для анализа, приведенного к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм<sup>3</sup>:

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

$T$  – 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;

$K = 2$  – коэффициент, учитывающий отбор воздуха одновременно в две сорбционные трубки, установленные параллельно;

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

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

## 11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

- результат анализа  $\bar{X}$  в  $\text{мг/м}^3$ , характеристика погрешности  $\delta$ , % (табл.),  $P = 0,95$  или

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

$\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми,  $\text{мг/м}^3$ ;

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности,  $\text{мг/м}^3$ :

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

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

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 эпоксиконазола в пробе атмосферного воздуха – менее 0,0008  $\text{мг/м}^3$ »\**.

\* – 0,0008  $\text{мг/м}^3$  – предел обнаружения при отборе 125,0  $\text{дм}^3$  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».

Таблица

**Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости**

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, $\text{мг/м}^3$	Характеристика погрешности, $\pm \delta$ , %, $P = 0,95$	Норматив оперативного контроля точности, $K$ , $\text{мг/м}^3$ ( $P = 0,95$ , $m = 2$ )	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), $\sigma_p$ , $\text{мг/м}^3$	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , $\text{мг/м}^3$	Предел воспроизводимости, $R$ , $\text{мг/м}^3$ ( $P = 0,95$ , $m = 2$ )
Атмосферный воздух	0,0008—0,008	12,7	$0,15 \cdot \bar{X}$	$0,026 \cdot \bar{X}$	$0,08 \cdot \bar{X}$	$0,11 \cdot \bar{X}$

$\bar{X}$  — среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/м<sup>3</sup>).

#### 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 образцов градуировочных растворов, содержание эпоксиконазола в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,05 до 0,5 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 эпоксиконазола в пробе при контрольном измерении, мкг/см<sup>3</sup>;

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

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

Если величина расхождения ( $A$ ) превышает 10 %, 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 эпоксиконазола, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.3.

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

Образцами для контроля являются натурные 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 ( $C_0$ ) 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>;  
при этом:

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

$\Delta$  — 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, табл.), %.

Результат контроля процедуры  $K_K$  рассчитывают по формуле:

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

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

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \leq K, \tag{1}$$

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 предел воспроизводимости ( $R$ ):

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

$R$  – предел воспроизводимости (табл.), мг/м<sup>3</sup>;

$$R = 0,11 \cdot \bar{X};$$

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

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 эпоксиконазола в атмосферном  
воздухе населенных мест методом капиллярной  
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3070—13**

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

Подписано в печать 29.11.13

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0  
Заказ 80

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