

Утверждаю
Руководитель Федеральной
службы по надзору в сфере
защиты прав потребителей
и благополучия человека,
Главный государственный
санитарный врач
Российской Федерации
Г.Г.ОНИЩЕНКО
12 июля 2011 года

Дата введения:
с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ БИСПИРИБАКА КИСЛОТЫ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ, АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ НАСЕЛЕННЫХ МЕСТ И СМЫВАХ С КОЖНЫХ ПОКРОВОВ ОПЕРАТОРОВ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ МУК 4.1.2906-11

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены имени Ф.Ф. Эрисмана.
2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 02.06.2011 N 1).
3. Введены в действие с момента утверждения.
4. Введены впервые.

Свидетельство о метрологической аттестации N 0080.23.03.11 от 24.03.2011.

Настоящие Методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов массовой концентрации биспирибака кислоты в диапазонах: 0,1 - 1,0 мг/куб. м; 0,005 - 0,05 мг/куб. м и 0,2 - 2,0 мкг/смыв соответственно.

Биспирибак кислота

2,6-Бис[(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)окси]бензойная кислота (IUPAC).

Структурная формула (не приводится).

C H N O .

19 18 4 8

Мол. масса 430,4.

Белое порошкообразное вещество без запаха. Температура плавления 148 -
-6

150 °С. Давление паров при 25 °С: $6,47 \times 10^{-6}$ мПа. Растворимость в органических растворителях при 20 °С (г/куб. дм): метанол - 23; тетрагидрофуран - 61; этанол - 9,5. Растворимость в воде при 20 °С - 0,4 г/куб. дм.

Биспирибак кислота стабильна в водной среде при pH 5 - 7, при pH 9 переходит в соответствующие соли.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

Область применения препарата

Биспирибак кислота рекомендуется в качестве послевсходового гербицида на посевах риса для борьбы с широким спектром однолетних и многолетних сорняков.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций биспирибака кислоты выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

Концентрирование биспирибака кислоты из воздуха осуществляют на бумажный фильтр "синяя лента", экстракцию с фильтров выполняют этиловым спиртом. Смыв с кожных покровов проводят также этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров - 92,59%, с поверхности кожи - 84,75%.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф "Agilent 1200" (США) с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны	Номер в Государственном реестре средств измерений 16193-06
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-2001
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770-74
Меры массы	ГОСТ 7328-2001
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 куб. см	ГОСТ 29227-91
Пробоотборное устройство ОП 442ТЦ (ЗАО "ОПТЭК", г. Санкт-Петербург)	Номер Госреестра 18860-05
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0 - 55 °С	ТУ 25-2021.003-88
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 500 и 1000 куб. см	ГОСТ 1770-74
Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.	

3.2. Реактивы

Биспирибак кислота, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98,2% (CAS N 125401-75-4), относительная погрешность аттестованного значения +/- 1,8%	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-14.2167-84
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501-2005
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221-76
Кислота ортофосфорная, хч, 85%	ГОСТ 6552-80
Натрий углекислый	ГОСТ 83-79
Спирт этиловый (этанол) ректифицированный	ГОСТ Р 51652-2000 или ГОСТ 18300-87
Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид	

фосфора), хч

ТУ 6-09-4173-85

Допускается использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией, не требующих выполнения п. 7.1 (очистки растворителей).

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня водяная	
Бумажные фильтры "синяя лента" обеззоленные	ТУ 2642-001-05015242-07
Бязь хлопчатобумажная белая	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147-80
Воронки конусные диаметром 40 - 45 мм	ГОСТ 25336-82
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-908
Колба Бунзена	ГОСТ 25336-82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 150 куб. см	ГОСТ 9737-93
Линейка	ГОСТ 427-75
Мембраны микропористые капроновые ММК	ТУ 9471-002-10471723-2003
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный	ГОСТ 25336-82
Пинцет медицинский нержавеющей	ГОСТ 21241-89
Стаканы химические с носиком вместимостью 150 куб. см	ГОСТ 25336-82
Стекловата	
Стекланные емкости вместимостью 100 куб. см с герметичной металлической крышкой	
Стекланные палочки	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Vichi, Швейцария	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтродержатель	
Хроматографическая колонка стальная длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Eclipse XDB C18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50 - 100 куб. мм	

Допускается применение 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 12.1.007-76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный 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 на должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313-03 и ГН 2.2.5.2308-07. Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004-90.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе, освоивших данную методику и подтвердивших экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

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 +/- 5) °С и относительной влажности не более 80%;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка ацетонитрила (при необходимости), подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров "синяя лента" и салфеток для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора (на 1 куб. дм ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 куб. дм ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,2% (0,2%-ый раствор). В мерную колбу вместимостью 1000 куб. см помещают 250 - 300 куб. см бидистиллированной или деионизованной воды, вносят 2 куб. см ортофосфорной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы. В мерную колбу вместимостью 1000 куб. см помещают 450 куб. см ацетонитрила, добавляют 550 куб. см 0,2%-го раствора ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 0,8 куб. см/мин. до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. Исходный раствор биспирибака кислоты для градуировки (концентрация 100 мкг/куб. см). В мерную колбу вместимостью 100 куб. см помещают 0,0100 г биспирибака кислоты, растворяют в 50 - 60 куб. см ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре -18 °С в течение 3-х месяцев.

Растворы N 1 - 5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.4.2. Раствор N 1 биспирибака кислоты для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/куб. см). В мерную колбу вместимостью 100 куб. см помещают 10 куб. см исходного раствора

биспирибака кислоты с концентрацией 100 мкг/куб. см (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор N 1 хранят в холодильнике при температуре 4 - 6 °С в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом "внесено-найдено".

7.4.3. Рабочие растворы N 2 - 5 биспирибака кислоты для градуировки (концентрация 0,1 - 1,0 мкг/куб. см). В 4 мерные колбы вместимостью 100 куб. см помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 куб. см градуировочного раствора N 1 с концентрацией 10 мкг/куб. см (п. 7.4.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы N 2 - 5 с концентрацией каждого компонента 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/куб. см соответственно.

Рабочие растворы сразу после приготовления помещают в холодильник, где хранятся при температуре 4 - 6 °С не более 14 дней.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мЕА х с) от концентрации биспирибака кислоты в растворе (мкг/куб. см), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки N 2 - 5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 куб. мм каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.1. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Градуировочную характеристику проверяют перед проведением измерения по анализу одного из градуировочных растворов. Если значение площади отличается более чем на 11% от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.5.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны.

Хроматографическая колонка стальная длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Eclipse XDB C18, зернением 5 мкм.

Температура колонки: 25 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил - 0,2%-я ортофосфорная кислота (45:55, по объему).

Скорость потока элюента: 0,8 куб. см/мин.

Рабочая длина волны: 247 нм.

Объем вводимой пробы: 20 куб. мм.

Ориентировочное время выхода биспирибака кислоты: 10,63 - 10,70 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2 - 20 нг.

7.6. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха

Диаметр бумажного фильтра "синяя лента" должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетонитрилом порциями 25 - 30 куб. см, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

7.7. Подготовка салфеток для проведения смыва

7.7.1. Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5%

Навеску (25 +/- 0,1) г натрия углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 500 куб. см, растворяют в деионизированной воде, доводят водой до метки, перемешивают.

7.7.2. Подготовка салфеток для проведения смыва

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 x 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5%-м раствором углекислого натрия (при кипячении), водой до нейтральной реакции промывных вод, 2-кратно промывают этиловым спиртом, сушат на воздухе при комнатной температуре. До использования салфетки хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

8. Отбор и хранение проб воздуха

8.1. Воздух рабочей зоны

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 "ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" и Руководства Р 2.2.2006-05 (приложение 9, обязательное) "Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны", п. 2 "Контроль соответствия максимальным ПДК".

Для измерения концентрации биспирибака кислоты на уровне предела обнаружения (0,1 мг/куб. м) необходимо отобрать 5 куб. дм воздуха, на уровне 1/2 ОБУВ (0,5 мг/куб. м) - 1,0 куб. дм воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4 °С - 10 дней.

8.2. Атмосферный воздух

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 4 - 5 куб. дм/мин. аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации биспирибака кислоты на уровне предела обнаружения (0,005 мг/куб. м) необходимо отобрать 100 куб. дм воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4 °С - 10 дней.

9. Условия проведения смыва

Смывы проводят в конце работы или после выполнения отдельных операций с открытых и закрытых спецодеждой или другими СИЗ участков тела (лоб, лицо, шея, грудь, предплечье, голень, кисти рук, включая межпальцевые промежутки).

До работы выбирают участок кожи, обрабатывают его для удаления загрязнений, фиксируют площадь (не менее 200 кв. см). При необходимости отбирают фоновые смывы.

Смыв выполняют способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 куб. см в стеклянную емкость с металлической крышкой. Тканевой салфеткой, смоченной растворителем, с помощью пинцета (индивидуально) обмывают этот участок сверху вниз. Операцию повторяют дважды.

Срок хранения отобранных проб смывов, помещенных в герметично закрытые емкости, в морозильной камере при температуре -18 °С - 2 месяца.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздушная среда

Экспонированный фильтр переносят в химический стакан вместимостью 150 куб. см заливают 10 куб. см этанола, помещают на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают,

фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями растворителя объемом 10 куб. см, выдерживая на встряхивателе по 10 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 5 куб. см подвижной фазы (подготовленной по п. 7.2), тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.1.

10.2. Смывы с кожных покровов

Пробу смыва сливают (через воронку) в колбу для упаривания, с помощью пинцета извлекают салфетку, помещают в конусную химическую воронку, установленную в муфту колбы для упаривания, тщательно отжимают и промывают этиловым спиртом дважды порциями по 10 куб. см, предварительно ополаскивая растворителем емкость, в которой находилась проба.

Объединенный раствор упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 куб. см подвижной фазы (подготовленной по п. 7.2) и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.1.

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

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 1,0 мкг/куб. см, разбавляют подвижной фазой (не более чем в 50 раз).

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздушная среда

Концентрацию биспирибака кислоты в пробе воздуха (X), мкг/куб. м, рассчитывают по формуле:

$$X = C \frac{W}{V_1}$$

где:

C - концентрация биспирибака кислоты в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/куб. см;

W - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, куб. см;

V₁ - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к

стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С) или нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), куб. дм.

$$V_1 = \frac{R P u t}{273 + T}$$

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, куб. дм/мин.;

t - длительность отбора пробы, мин.

R - коэффициент, равный 0,386 для воздуха рабочей зоны и 0,357 для атмосферного воздуха.

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

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

где:

X_1, X_2 - результаты параллельных определений, мг/куб. м;

1 2

r - значение предела повторяемости (таблица), при этом $r = 2,8$ сигма .
r

11.2. Смывы с кожных покровов

Концентрацию биспирибака кислоты в пробе смыва X , мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C W,$$

где:

C - концентрация биспирибака кислоты в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/куб. см;

W - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, куб. см.

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

12. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

- результат анализа \bar{X} в мг/куб. м или мкг/смыв (с указанием площади смыва в кв. см), характеристика погрешности дельта, % (таблица), $P = 0,95$ или

$$(\bar{X} \pm \text{ДЕЛЬТА}) \text{ мг/куб. м (мкг/смыв, площадь смыва, кв. см), } P = 0,95,$$

где:

\bar{X} - среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/куб. м (мкг/смыв);

ДЕЛЬТА - граница абсолютной погрешности, мг/куб. м (мкг/смыв);

$$\text{ДЕЛЬТА} = \text{дельта} \times \frac{X}{100},$$

дельта - 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 биспирибака кислоты в пробе воздуха рабочей зоны - менее 0,1 мг/м; в пробе атмосферного воздуха - менее 0,005 мг/куб. м; в пробе смыва - менее 0,2 мкг/смыв" <*>.

<*> 0,1 мг/куб. м; 0,005 мг/куб. м; 0,2 мкг/смыв - пределы обнаружения при отборе 5 куб. дм воздуха рабочей зоны; при отборе 100 куб. дм атмосферного воздуха; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 кв. см), соответственно.

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".

Таблица

ЗНАЧЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ, НОРМАТИВОВ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ, ПОВТОРЯЕМОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/куб. м, мкг/смыв	Характеристика погрешности, +/- дельта, %, P = 0,95	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/куб. м, мкг/смыв (P = 0,95, n = 2)	Стандартное отклонение повторяемости, сигма, r мг/куб. м, мкг/смыв	Предел повторяемости, r, мг/куб. м, мкг/смыв	Предел воспроизводимости, R, мг/куб. м, мкг/смыв (P = 0,95, n = 2)
Атмосферный воздух	0,005 - 0,05 мг/куб. м	18	$0,15 \times \bar{X}$	$0,03 \times \bar{X}$	$0,09 \times \bar{X}$	$0,13 \times \bar{X}$
Воздух рабочей зоны	0,1 - 1,0 мг/куб. м	18	$0,15 \times \bar{X}$	$0,03 \times \bar{X}$	$0,09 \times \bar{X}$	$0,13 \times \bar{X}$
Смывы с кожных покровов	0,2 - 2,0 мкг/смыв	22	$0,18 \times \bar{X}$	$0,04 \times \bar{X}$	$0,10 \times \bar{X}$	$0,14 \times \bar{X}$

\bar{X} - среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/куб. м, мкг/смыв).

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.

Образцами для контроля являются реальные пробы воздушной среды и смывов с кожных покровов. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха и смывов с кожи должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике, фиксированная площадь смыва должна быть увеличена в 2 раза. После отбора проб экстракт с фильтра, а также пробу смыва 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 должна соответствовать 50 -

д
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.).

Решение об удовлетворительности процедуры анализа принимают при выполнении условия:

$$|X' - X - \frac{X}{d}| \leq K, \quad (2)$$

где:

$K = 0,15 \times \bar{X}$ (воздушная среда);

$K = 0,18 \times \bar{X}$ (смывы с кожи);

X, X' - результаты измерений исходной рабочей пробы и пробы с добавкой соответственно (мг/куб. м, мкг/смыв);

X - величина добавки (мг/куб. м, мкг/смыв);

d

K - норматив оперативного контроля точности (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/куб. м, мкг/смыв.

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 условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (3)$$

где:

$R = 0,13 \times \bar{X}$ (воздушная среда);

$R = 0,14 \times \bar{X}$ (смывы с кожи);

R - предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/куб. м, мкг/смыв;

$\bar{X} = 1/2 (X_1 + X_2)$, где X_1, X_2 - результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), мг/куб. м, мкг/смыв.

Если выполняется условие (3), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

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

14. Разработчики

ФГУН "Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора".