

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 ЭТАМЕТСУЛЬФУРОН-МЕТИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И СМЫВАХ С КОЖНЫХ ПОКРОВОВ ОПЕРАТОРОВ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ МУК 4.1.2927-11

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 0078.03.02.11 от 02.03.2011.

Настоящие Методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов массовой концентрации этаметсульфурон-метила в диапазонах 0,1 - 1,0 мг/куб. м и 0,1 - 1,0 мкг/смыв соответственно.

Этаметсульфурон-метил

2-[[[(4-Этокси-6-метиламино-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]-бензойная кислота, метиловый эфир (IUPAC).

Структурная формула (не приводится).

C H N O S.

15 18 6 6

Мол. масса: 410,4.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления 194 °С. Давление

-7

паров 7,73 x 10 мПа (при 20 °С). Растворимость в органических растворителях при 20 °С (в г/куб. дм): ацетон - 1,6; ацетонитрил - 0,83; н-гексан - 0,005; дихлорметан - 3,9; метанол - 0,35; этанол - 0,17; этилацетат - 0,68. Растворимость в воде при 25 °С (в мг/куб. дм): 1,7 (рН 5), 50 (рН 7), 410 (рН 9). Гидролитическая стабильность зависит от рН: DT

50

41 день (рН 5), стабилен при рН 7 и рН 9.

Константа диссоциации pK 4,6.

а

Агрегатное состояние в воздушной среде - аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика
 Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс > 5000 мг/кг; острая
 дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс > 2000 мг/кг; острая ингаляционная
 токсичность (LC_{50}) для крыс > 5,7 мг/куб. дм.

Область применения

Этаметсульфурон-метил - гербицид класса сульфонилмочевин, рекомендуется к применению на посевах озимого и ярового рапса, подсолнечника для подавления роста однолетних и многолетних двудольных сорняков.

Рекомендуемый ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны - 1,0 мг/куб. м.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций этаметсульфурон-метила выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

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

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров - 95,84%, с поверхности кожи - 86,96%.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны

Номер в Государственном реестре средств измерений 15311-08

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

Этаметсульфурон-метил, аналитический

стандарт с содержанием действующего вещества 98,9%, CAS N 97780-06-8 (фирма "DuPont")

Ацетонитрил для хроматографии, хч

ТУ 6-09-14.2167-84

Вода для лабораторного анализа

(бидистиллированная или деионизованная)

ГОСТ Р 52501-2005

Калий марганцовокислый

(перманганат калия), хч

ГОСТ 20490-75

Калий углекислый (карбонат калия,

поташ), хч, прокаленный

ГОСТ 4221-76

Кислота ортофосфорная, хч, 85%

ГОСТ 6552-80

Натрий углекислый (карбонат натрия), хч

ГОСТ 83-79

Спирт этиловый (этанол) ректификованный

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 АБУ-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

Линейки измерительные металлические

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 Buchi, Швейцария

Установка для перегонки растворителей

Фильтродержатель

Холодильник обратный

Хроматографическая колонка стальная

длиной 250 мм, внутренним диаметром

4,6 мм, содержащая Symmetry(R) 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 не 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 $\pm$ 5) °С и относительной влажности не более 80%;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к приборам.

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 градуировочных характеристик, подготовка фильтров 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

В мерную колбу вместимостью 1000 куб. см помещают 550 куб. см бидистиллированной или деионизованной воды, 1,0 куб. см ортофосфорной кислоты, 450 куб. см ацетонитрила, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки для ВЭЖХ

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 1,0 куб. см/мин. до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. Исходный раствор этаметсульфурон-метила для градуировки (концентрация 100 мкг/куб. см). В мерную колбу вместимостью 100 куб. см помещают 0,0100 г этаметсульфурон-метила, 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 месяцев.

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

7.4.2. Раствор N 1 этаметсульфурон-метила для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/куб. см). В мерную колбу вместимостью 100 куб. см помещают 10 куб. см исходного раствора этаметсульфурон-метила с концентрацией 100 мкг/куб. см (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор N 1 хранят в морозильной камере при температуре -18 °С в течение месяца.

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

7.4.3. Рабочие растворы N 2 - 5 этаметсульфурон-метила для градуировки (концентрация 0,05 - 0,5 мкг/куб. см). В 4 мерные колбы вместимостью 100 куб. см помещают по 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 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 0,05; 0,1; 0,2 и 0,5 мкг/куб. см соответственно.

Рабочие растворы готовят непосредственно в день проведения анализа.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ x с) от концентрации этаметсульфурон-метила в растворе (мкг/куб. см), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 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 действующего вещества, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Градуировочный график 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 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Symmetry(R) C18, зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Объем вводимой пробы: 20 куб. мм.

Скорость потока элюента: 1,0 куб. см/мин.

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода - ортофосфорная кислота (45:55:0,1, по объему).

Рабочая длина волны: 230 нм или 245 <*> нм.

Ориентировочное время выхода этаметсульфурон-метила: 7,9 - 8,2 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2 - 20 нг.

<*> Хроматографирование пробы при двух длинах волн увеличивает надежность идентификации вещества.

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%-ным 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

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".

Воздух с объемным расходом 2 - 5 куб. дм/мин. аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации веществ на уровне предела обнаружения (0,1 мг/куб. м) необходимо отобрать 2,5 куб. дм воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4 - 5 °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 - 60 дней.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздух рабочей зоны

Экспонированный фильтр переносят в химический стакан вместимостью 150 куб. см, заливают 10 куб. см этилового спирта, 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 этаметсульфурон-метила в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 0,5 мкг/куб. см, разбавляют подвижной фазой (не более чем в 50 раз).

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

Концентрацию вещества в пробе воздуха (X), мг/куб. м, рассчитывают по формуле:

$$X = C \frac{W}{V \cdot t},$$

где:

C – концентрация вещества 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;

V – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям в соответствии с ГОСТ 8.395-80 при температуре 239 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), куб. дм.

$$V = \frac{R \cdot P \cdot u \cdot t}{273 + T},$$

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.

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;

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

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

11.2. Смывы с кожных покровов

Концентрацию каждого вещества в пробе смыва X, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times W,$$

где:

C - концентрация вещества 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

$(\bar{X} \pm \text{ДЕЛЬТА})$ 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);

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

где дельта - граница относительной погрешности методики (характеристика погрешности по диапазону концентраций, таблица), %.

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

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

"содержание этаметсульфурон-метила в пробе воздуха рабочей зоны - менее 0,1 мг/куб. м; в пробе смыва - менее 0,1 мкг/смыв" <*>.

<*> 0,1 мг/куб. м; 0,1 мкг/смыв - пределы обнаружения при отборе 2,5 куб. дм воздуха рабочей зоны; 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, m = 2)	Стандартное отклонение повторяемости, σ , мг/куб. м, мкг/смыв	Предел повторяемости, r, мг/куб. м, мкг/смыв	Предел воспроизводимости, R, мг/куб. м, мкг/смыв (P = 0,95, m = 2)
Воздух рабочей зоны	0,1 - 1,0 мг/куб. м	17	$0,14 \times \bar{X}$	$0,03 \times \bar{X}$	$0,08 \times \bar{X}$	$0,11 \times \bar{X}$
Смывы с кожных покровов	0,1 - 1,0 мкг/смыв	23	$0,19 \times \bar{X}$	$0,048 \times \bar{X}$	$0,13 \times \bar{X}$	$0,18 \times \bar{X}$

$\bar{X}$ - 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:

$K = 0,84 \times 0,17 \times \bar{X}$ (воздух рабочей зоны);

$K = 0,84 \times 0,23 \times \bar{X}$ (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:

$R = 0,11 \times \bar{X}$ (воздух рабочей зоны);

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

R – предел воспроизводимости (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".