Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации бис-(2-этилгексил) терефталата (ДОТФ) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3546—18

Издание официальное

Москва • 2019

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации бис-(2-этилгексил) терефталата (ДОТФ) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3546—18

ББК 51.23
М54

М54 **Методика** измерений массовой концентрации бис-(2-этилгексил) терефталата (ДОТФ) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2019.—15 с.

ISBN 978–5–7508–1707–8

1. Разработаны ФГУП «Научно-исследовательский институт гигиены, профпатологии и экологии человека» ФМБА России (А. Е. Минкович, Т. А. Кузнецова, О. С. Петрова, А. С. Стрелецкий, В. С. Хрусталева, Е. Ю. Карманов, Т. И. Жукова, Т. А. Зарецкая).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 26 декабря 2018 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1707–8

© Роспотребнадзор, 2019

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
26 декабря 2018 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации бис-(2-этилгексил) терефталата (ДОТФ) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием

Методические указания МУК 4.1.3589—19

Свидетельство о метрологической аттестации № 222.0044/RA.RU. 311866/2018.

1. Общие положения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода газовой хроматографии для измерения массовой концентрации бис-(2-этилэтилгексил) терефталата (далее – ДОТФ) в воздухе рабочей зоны, диапазон измерений массовой концентрации составляет от 1,5 мг/м^3 до 125 мг/м^3.

1.2. Методические указания носят рекомендательный характер.

Физико-химические свойства ДОТФ.

Брутто-формула бис-(2-этилгексил) терефталата $C_{24}H_{38}O_4$, относительная молекулярная масса – 390,56 а.е.м., регистрационный номер по CAS – 6422-86-2.

ДОТФ представляет собой бесцветную, вязкую, прозрачную жидкость без запаха; агрегатное состояние в воздухе: аэрозоль, взвешенные частицы жидкости в воздухе. Плотность 984 мг/см^3.

2. Погрешность измерений

2.1. При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности

Р = 0,95 не превышает значений, приведенных в таблицах 1 и 2 для соответствующего диапазона концентраций.

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, значения показателей точности методики, стадии отбора пробы и аналитической стадии[1]

Диапазон измерений		Показатель точности методики (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель точности стадии отбора пробы (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_{от}$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_{а}$, %
массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, мг/м^3	массы ДОТФ в пробе (при отборе 10 дм^3 воздуха), мг			
от 1,5 до 125 вкл.	от 0,015 до 1,25 вкл.	24	5	23

Таблица 2

Показатели воспроизводимости и правильности аналитической стадии методики измерений

Диапазон измерений массы ДОТФ в пробе (при отборе 10 дм^3 воздуха), мг	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение результатов, полученных в условиях воспроизводимости), $\sigma_{R,a,отн}$, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_{с,а}$, %
от 0,015 до 1,25 вкл.	10	12

3. Метод измерений

3.1. Измерение массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны выполняют газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектором.

Концентрирование определяемого ДОТФ из воздуха осуществляют на фильтры АФА-ВП-20 с последующим анализом.

Нижняя граница диапазона измерений массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны по настоящей методике составляет 1,5 мг/м^3.

Нижний предел измерения ДОТФ в анализируемой пробе – 0,015 мг при отборе 10 дм^3 воздуха.

[1] Методика условно разделена на две стадии – отбора пробы и аналитическую.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

4. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства, материалы

4.1. Средства измерений

Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования по пропану $5{,}0 \times 10^{-12}$ г/с, программным обеспечением, предназначенный для работы с капиллярными колонками	
Прибор контроля параметров воздушной среды	ЯВША.416311.003 ТУ
Пробоотборник воздуха 4-канальный, с диапазоном расхода 0,2—1,0 $дм^3$/мин и 5,0—20,0 $дм^3$/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 % от значения расхода	
Пипеточные дозаторы вместимостью 0,1; 1,0; 5,0; 10,0 $см^3$	
Весы лабораторные аналитические электронные, класс точности специальный, характеристика погрешности взвешивания ± 0,1 мг	
Колбы мерные вместимостью 10 $см^3$, 2 класс точности	ГОСТ 1770
Пипетка градуированная вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 29227
Секундомер механический второго класса точности и с пределом допустимой погрешности ± 1,0 с	

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

4.2. Реактивы

Азот газообразный	ГОСТ 9293
Водород технический	ГОСТ 3022
Воздух сжатый, класс загрязненности 1	ГОСТ 17433
Фильтры АФА-ВП-20	
Бис-(2-этилгексил) терефталат, 99,5 %	
Спирт этиловый 1 сорт	ГОСТ 5962

Примечание. Допускается использование других реактивов с аналогичной или более высокой квалификацией.

4.3. Вспомогательные средства измерений, устройства, материалы

Хроматографическая кварцевая капиллярная
колонка длиной 30 м с внутренним диаметром
0,25 мм с фазой из 100 % диметилполисилоксана
Виалы стеклянные вместимостью 40,0 $см^3$
Виалы стеклянные с коническим дном
вместимостью 5,0 $см^3$
Виалы стеклянные вместимостью 2,0 $см^3$
Виалы стеклянные вместимостью 15,0 $см^3$
Фильтродержатели ИРА-20-2
Холодильник бытовой
Шейкер

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений содержания ДОТФ в воздухе рабочей зоны следует соблюдать требования безопасности, охраны окружающей среды, изложенные в типовой инструкции по технике безопасности при работе в химической лаборатории (при ее наличии). Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать гигиенические нормативы[2] ГОСТ 12.1.005—88.

5.2. При работе с электроприборами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.4. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

5.5. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 $кгс/см^2$), соблюдают правила безопасности по ГОСТ 12.2.085. Не допускается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5.6. Необходимо проводить обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

---

[2] ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

6. Требования к квалификации операторов

6.1. К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов, имеющих квалификацию «химик-аналитик», прошедших производственное обучение, проверку знаний и имеющих практический опыт работы в химических лабораториях.

Оператор должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод в процессе тренировки, а также получить удовлетворительные результаты при проведении оперативного контроля процедуры измерений.

7. Условия измерения

7.1. При выполнении измерений содержания ДОТФ в воздухе рабочей зоны соблюдают следующие условия:

– температура воздуха	(20 ± 5) °С;
– относительная влажность воздуха	менее 80 % при температуре 25 °С;
– атмосферное давление	84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
– напряжение в сети	(220 ± 10) В;
– частота переменного тока	(50 ± 1) Гц.

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

8.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку готовят по инструкции, прилагаемой к хроматографу. Хроматографическую колонку подсоединяют к испарителю хроматографа, не подключая к детектору, и кондиционируют ступенчато, поднимая температуру со скоростью 5 °С/мин от 40 °С (20 мин) до 100 °С (30 мин), затем до 150 °С (30 мин), затем до 200 °С (40 мин), до 250 °С (40 мин) до 310 °С (30 мин).

Затем выход колонки подсоединяют к детектору и устанавливают режим работы хроматографа в соответствии с главой 8.

8.3. Приготовление растворов ДОТФ в этаноле

8.3.1. Приготовление раствора ДОТФ в этаноле, с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3

В виале вместимостью 40 см^3 на аналитических весах взвешивают (20 ± 2) мг ДОТФ.

Объем этанола (см^3), необходимый для приготовления аттестованного раствора ДОТФ, вычисляют по формуле:

$$V_э = \frac{m_{ДОТФ} \times K}{C_{ДОТФ}}, \text{ где} \quad (1)$$

K – коэффициент, учитывающий массовую долю ДОТФ в реактиве (фактическое значение устанавливают согласно сопроводительной документации на реактив, номинальное значение – согласно технической спецификации на реактив $K = 0{,}995$);

$C_{ДОТФ}$ – заданная массовая концентрация ДОТФ в растворе, 1,0 мг/см^3;

$m_{ДОТФ}$ – масса навески ДОТФ, мг.

Градуированной пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают рассчитанный объем этилового спирта и вносят в виалу. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре (20,0 ± 5,0) °С – не более 2 месяцев.

8.3.2. Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов (далее – ГР) проводят путем разбавления приготовленного раствора этанолом в мерных колбах вместимостью 10 см^3 согласно таблице 2. Отбирают необходимый объем раствора микрошприцами вместимостью 0,05, 0,1, 0,5 и пипеточными дозаторами вместимостью 1,0, 5,0 см^3.

Срок хранения ГР при температуре (20,0 ± 5,0) °С – не более 1 месяца.

Таблица 3

Приготовление градуировочных растворов ДОТФ

Номер ГР	Массовая концентрация ДОТФ в растворе, используемом для приготовления ГР, мг/см^3	Аликвота раствора ДОТФ, взятая для приготовления ГР, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Масса ДОТФ, мг в 10 см^3/5 см^3	Массовая концентрация ДОТФ в ГР, мг/см^3
ГР1	1,0	0,03	10	0,03/0,015	0,003
ГР2	1,0	0,05	10	0,05/0,025	0,005
ГР3	1,0	0,1	10	0,1/0,05	0,01
ГР4	1,0	0,3	10	0,3/0,15	0,03
ГР5	1,0	1	10	1/0,5	0,10
ГР6	1,0	2,5	10	2,5/1,25	0,25

8.3.3. Приготовление контрольных растворов ДОТФ

В мерные колбы вместимостью 10 $см^3$ вносят аликвоты раствора ДОТФ с массовой концентрацией 1,0 $мг/см^3$, используя пипеточные дозаторы в соответствии с таблицей 3.

Срок хранения контрольных растворов (далее – КР) при температуре (20,0 ± 5,0) °С – не более месяца.

Таблица 4

Приготовление контрольных растворов ДОТФ, используемых для приготовления образцов для контроля

Номер КР	Массовая концентрация ДОТФ в аттестованном растворе, $мг/см^3$	Аликвота раствора ДОТФ, необходимая для приготовления КР, $см^3$	Объем мерной колбы, $см^3$	Массовая концентрация ДОТФ в приготовленном КР, $мг/см^3$
КР1	1,0	0,5	10	0,05
КР2	1,0	5	10	0,5

Примечание. В качестве КР3 (C = 1 $мг/см^3$) используют раствор, приготовленный в соответствии с п. 8.3.1.

8.4. Установление градуировочной характеристики

Каждый ГР хроматографируют дважды. Идентификацию ДОТФ проводят по абсолютному времени выхода (10,7 ± 0,2) мин. После замены колонки время удерживания необходимо уточнить.

С помощью программного обеспечения хроматографа рассчитывают площадь хроматографического пика ДОТФ, данные по каждому ГР усредняют.

По полученным усредненным данным с помощью стандартной программы обработки данных строят график зависимости средней площади пика (пА × с) от массы (мг) ДОТФ в 5 $см^3$ ГР методом наименьших квадратов.

Градуировочную характеристику аппроксимируют уравнением вида:

$$S_{пика} = a \times m + b, \text{ где} \quad (2)$$

m – масса ДОТФ, рассчитывается как произведение массовой концентрации соответствующего ГР и объема равного 5 $см^3$, мг;

a, b – градуировочные коэффициенты;

$S_{пика}$ – усредненное значение площади пика ДОТФ, (пА×с).

Установление градуировочных характеристик хроматографа проводят не реже 1 раза в год, а также при каждой смене колонки или после ремонта хроматографа.

Примечания.

1. Допускается построение градуировочной характеристики и определение ее уравнения проводить с использованием других программных продуктов.

2. Проверка линейности градуировочной характеристики проводится документу по градуировочным характеристикам[3].

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят еженедельно перед анализом серии проб. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее двух образцов из приведенных в п. 8.3.2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|m_{изм} - m| \leq K_{гр}, \text{ где} \quad (3)$$

$m_{изм}$ – результат контрольного измерения массы ДОТФ в 5 см^3 ГР, мг;

m – значение массы ДОТФ в 5 см^3 соответствующего ГР, мг;

$K_{гр}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мг:

$$K_{гр} = 0{,}01 \cdot \delta_{гр} \cdot m, \text{ где} \quad (4)$$

$\delta_{гр}$ – характеристика относительной погрешности градуировочного графика, равная, 15 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики выполняется для всех образцов, использованных для контроля стабильности, то градуировочная характеристика признается стабильной. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для контроля (далее – ОК) стабильности, необходимо выполнить повторное измерение этого ОК стабильности.

Если условие стабильности не выполняется для двух и более образцов, то градуировочная характеристика признается нестабильной и строится заново.

8.6. Условия хроматографического разделения

начальная температура термостата колонки	(130,0 ± 1,0) °С
временное плато начальной температуры термостата колонки	1 мин
скорость подъема температуры термостата колонки	(20,0 ± 0,1) °С/мин
конечная температура термостата колонки	(300,0 ± 1,0) °С
временное плато конечной температуры термостата колонки	8 мин
объемная скорость азота через колонку	(1,5 ± 0,01) см^3/мин
температура детектора	(330,0 ± 1,0) °С

[3] Например МИ 2175, ГОСТ Р ИСО 11095, РМГ 54.

скорость потока газа-носителя (азота)	15,0 см^3/мин
скорость потока водорода	30,0 см^3/мин
скорость потока воздуха	60 см^3/мин
температура инжектора	(270,0 ± 1,0) °С

автоматизированный ввод пробы с применением микрошприца, вводимый объем пробы в хроматограф 0,001 см^3.

9. Отбор и хранение проб воздуха

9.1. Для определения массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны воздух аспирируют через 3 фильтра АФА-ВП-20, помещенных в фильтродержатели и соединенных последовательно. Фильтродержатели подключают к пробоотборнику с объемным расходом воздуха 20 дм^3/мин. Через 30 секунд аспирации аспиратор выключают, фильтродержатели отсоединяют от пробоотборника. Все три фильтра помещают в виалу вместимостью 15 см^3.

При отборе проб фиксируется температура воздуха и атмосферное давление. Срок хранения отобранных проб в холодильнике при температуре (5,0 ± 1,0) °С не более 1 месяца.

10. Порядок выполнения измерений

10.1. Виалу с отобранной пробой выдерживают в лабораторном помещении не менее 30 мин. ДОТФ извлекают с фильтров этиловым спиртом (2 раза по 2,5 см^3), встряхивая в шейкере в течение 5 минут. Экстракты переносят в виалу вместимостью 5 см^3 пипеточным дозатором, объем экстракта доводят до 5 см^3. Экстракт хроматографируют дважды.

Выполнение измерений проводят в условиях в соответствии с главой 8. Определяемый компонент идентифицируют по абсолютному времени выхода. Абсолютное время выхода ДОТФ приведено в п. 8.4. Для количественного расчета результатов используют среднюю площадь пика ДОТФ.

11. Обработка результатов измерений

11.1. Массу ДОТФ в отобранной пробе воздуха рабочей зоны (0,01 м^3), m (мг), вычисляют по формуле:

$$m = \frac{S_{пика} - b}{a}, \text{ где} \qquad (5)$$

a, b – градуировочные коэффициенты;

$S_{пика}$ – усредненное значение площади пика ДОТФ, (pA×c).

Примечание. Формула 5 может быть включена в программное обеспечение хроматографа, тогда расчет в ручном режиме не проводят, а фиксируют значение массы ДОТФ на мониторе или распечатывают на принтере.

11.2. Результат единичного измерения массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, C, мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m}{V \times K_{извл}}, \text{ где} \quad (6)$$

m – масса ДОТФ, найденная по градуировочной характеристике, в отобранной пробе воздуха, мг;

V – объем отобранной пробы воздуха, м^3;

$K_{извл}$ – коэффициент, учитывающий потери при извлечении ДОТФ с фильтров ($K_{извл} = 0,9$).

Для приведения значения массовой концентрации ДОТФ в отобранном воздухе (X) к стандартным условиям – температуре 293 К (20 °С) и атмосферному давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) – используют формулу:

$$X = C \frac{101,33}{P} \times \frac{(273 + t)}{293}, \text{ где} \quad (7)$$

C – результат измерений, полученный по формуле 6, мг/м^3;

P – барометрическое давление в месте отбора пробы, кПа;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

12. Оформление результатов измерений

12.1. Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который аккредитованная лаборатория оформляет с учетом требований ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

12.2. Результаты измерений массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, (X, мг/м^3) представляют в виде:

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

X – результат измерений массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, полученный в соответствии с процедурами главы 11; мг/м^3;

Δ – характеристика абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации ДОТФ в воздухе рабочей зоны, мг/м^3, вычисляемая по формуле:

$$\Delta = 0,01 \times \delta \times X, \text{ где} \quad (8)$$

δ – характеристика относительной погрешности методики измерений, по таблице 1, %.

Примечание. Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение характеристики абсолютной погрешнос-

ти результата измерений, которая не должна содержать более двух значащих цифр.

12.3. Допустимо результаты измерений представлять в виде:

$$X \pm \Delta_{л}, \text{ мг/м}^3 \ (P = 0{,}95),$$

при условии $\Delta_{л} < \Delta$, где $\Delta_{л}$ – значение показателя точности результатов измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящей методики в конкретной лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/м^3.

13. Контроль точности результатов измерений

13.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль и контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории;

– контроль правильности реализации стадии отбора проб воздуха рабочей зоны.

13.2. Приготовление образцов для контроля (далее – ОК).

13.2.1. Для приготовления ОК используют КР (КР1, КР2, КР3) ДОТФ, приготовленные в соответствии с п. 8.3.3.

ОК являются 3 фильтра АФА-ВП-20, помещенные в виалу вместимостью 15 см^3, на которые наносят с помощью пипеточного дозатора один из контрольных растворов ДОТФ в соответствии с таблицей 4.

Таблица 5

Приготовление образцов для контроля

Номер ОК	Номер КР используемого для приготовления ОК	Объем аликвоты КР, нанесенной на фильтры, см^3	Масса ДОТФ в ОК, мг
ОК1	КР1	1	0,05
ОК2	КР2	1	0,5
ОК3	КР3	1	1,0

ОК используют свежеприготовленными.

13.2.2. Оперативный контроль на основе оценки внутрилабораторной прецизионности результатов измерений, полученных по методике.

Оценку внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массы ДОТФ в ОК, приготовленных в соответствии с таблицей 4, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не долж-

но превышать предела внутрилабораторной прецизионности ($R_{л,а}$), выраженного в единицах измеряемых содержаний:

$$|m_1 - m_2| \leq 0{,}01 \times R_{л,а,отн.} \times \left(\frac{m_1 + m_2}{2}\right), \text{ где} \quad (9)$$

m_1, m_2 – результаты контрольных измерений массы ДОТФ в соответствующем ОК, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг;

$R_{л,а,отн.}$ – относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности аналитической стадии настоящей методики, %.

Значение $R_{л,а,отн.}$ может быть приведено в протоколе установленных значений показателей качества результатов анализа при реализации аналитической стадии методики измерений в лаборатории, при этом $R_{л,а,\ отн.} \leq R_{отн,а}$

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.2.3. Оперативный контроль аналитической стадии методики на основе оценки погрешности результатов измерений с использованием ОК.

Оценку погрешности осуществляют путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = m - m_o, \text{ где} \quad (10)$$

m_o – значение массы ДОТФ в соответствующем ОК по таблице 5, мг;

m – результат контрольного измерения массы ДОТФ в соответствующем ОК, мг.

Норматив контроля аналитической стадии K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_{л,а}, \text{ где} \quad (11)$$

$\Delta_{л,а}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений при реализации аналитической стадии настоящей методики в конкретной лаборатории, соответствующее значению массы ДОТФ в ОК (мг), рассчитанное по формуле:

$$\Delta_{л,а} = 0{,}01 \times \delta_{л,а} \times m \quad (12)$$

Результат оперативного контроля процедуры измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$|K_к| \leq K \qquad (13)$$

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.3 Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений при реализации методики регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Методика измерений массовой концентрации бис-(2-этилгексил) терефталата (ДОТФ) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3546—18

Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 25.12.19

Формат 60x88/16

Печ. л. 1,0

Тираж 100 экз.

Заказ 27

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
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru