Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций пропизохлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3498—17

Издание официальное

Москва • 2018

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций пропизохлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3498—17

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций пропизохлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.— 15с.

ISBN 978–5–7508–1651–4

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Н. Е. Федорова, М. В. Ларькина, О. Е. Егорченкова, С. К. Рогачева).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 ноября 2017 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 29 декабря 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978–5–7508–1651–4

© Роспотребнадзор, 2018

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
29 декабря 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций пропизохлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

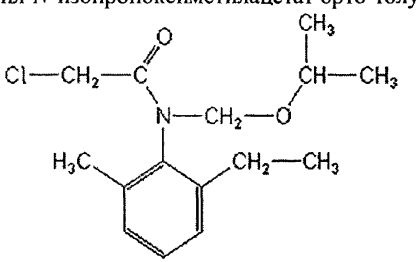
Методические указания
МУК 4.1.3498—17

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе населенных мест массовой концентрации пропизохлора в диапазоне 0,0016—0,016 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Пропизохлор

2-хлор-6'-этил-*N*-изопропоксиметилацетат-орто-толуидид (ИЮПАК)



$C_{15}H_{22}ClNO_2$

Молекулярная масса: 283,8.

Бесцветная жидкость. Температура плавления 21,8 °С. Давление паров при 25 °С: 3,1 мПа (25 °С). Удельная плотность (г/мл): 1,0966. Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 25 °С): ацетон – 483; дихлорметан – 538; гептан – 582; метанол – 598; в воде – 90,8 мг/дм^3 (pH 7, 20 °С).

Область применения препарата. Пропизохлор – системный гербицид избирательного действия химического класса хлорацетамидов.

1. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 и 2 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры. Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости

Анализируемый объект	Характеристика погрешности, ±δ, %, $P = 0,95$	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, мг/м^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/м^3	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, мг/м^3	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, мг/м^3 ($P = 0,95$)
Атмосферный воздух	13	$0,033 \cdot \bar{X}$ *	$0,046 \cdot \bar{X}$	$0,10 \cdot \bar{X}$	$0,13 \cdot \bar{X}$

* $\bar{X}$ – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/м^3)

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений ($n = 20$)

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/м^3	диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Атмосферный воздух	0,0016	0,0016–0,016	95,94	5,9	2,1

2. Метод измерений

Измерения концентраций пропизохлора выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД) или масс-селективным детектором (MSD).

Концентрирование пропизохлора из воздушной среды осуществляют на пробоотборную систему, состоящую из фильтра высокой плотности и картриджа с пенополиуретаном, экстракцию из пробоотборной системы проводят ацетоном. Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,1 нг.

Средняя полнота извлечения – 94,95 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. и с пределом допустимой погрешности 1 ± 2,5 мм рт. ст.	ТУ 2504-1797—75
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 110 г, предел допустимой погрешности ± 0,0001 мг	ГОСТ Р 53228—08
Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану $5 \cdot 10^{-14}$ г/с и автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	Номер Госреестра 14516—95
Газовый хроматограф с масс-селективным детектором (источник ионизации – электронный удар) и автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 5,0 и 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробоотборное устройство 2-канальное с диапазонами расхода 0,2—1,0 $дм^3$/мин и 2,0—20,0 $дм^3$/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 %	

Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1 °С, пределы измерения –35…+55 °С	ТУ 25-2021.003—88
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 100 и 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Пропизохлор, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,0 %	
Азот, осч, 99,999%, из баллона	ГОСТ 9293—74
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Гексан, осч	ГОСТ 2603—79
Гелий газообразный, вч, в баллонах	ТУ 0271-001-45905715—02
Вода для лабораторного анализа (деионизованная или бидистиллированная)	ГОСТ Р 52501—05
Диэтиловый эфир, чда	ТУ 2600-001-45682126—06
Калий марганцовокислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Кислота серная (концентрированная), хч	ГОСТ 4204—77
Спирт этиловый (этанол) ректификованный	ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87

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

3.3. Вспомогательные средства измерений, устройства, материалы

Аппарат для встряхивания или орбитальный шейкер, диапазон регулировки оборотов 50—200 об./мин, орбита до 10 мм	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	ТУ 4622603—75
Бумажные фильтры высокой плотности, обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Пробоотборный картридж, заполненный пенополиуретаном, с насадкой для аэрозольных фильтров	
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 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82
Пинцет медицинский нержавеющий	ГОСТ 21241—89
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Установка для перегонки растворителей	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 15 м, внутренним диаметром 0,5 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилполисилоксан, 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,53 мкм)	
Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % – фенилполисилоксан, 95 % – диметилполисилоксан (толщина пленки сорбента 0,25 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—15. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утв. Приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к оператору

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на газовом хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров высокой плотности и картриджей с пенополиуретаном для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Ацетон

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. н-Гексан

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 калия.

7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.2.1. *Исходный раствор пропизохлора для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,01 ± 0,0001) г пропизохлора, растворяют в 50—60 см^3 ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 2—6 °С в течение 1 месяца.

7.2.2. *Рабочий раствор № 1 пропизохлора для градуировки и внесения (концентрация 10,0 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10,0 см^3 исходного градуировочного раствора с концентрацией 100,0 мкг/см^3 (п.п. 7.2.1), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 1 с концентрацией пропизохлора 10,0 мкг/см^3.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 14 дней.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено» и контроля качества результатов измерений методом «добавок».

7.2.3. *Растворы № 2—6 для градуировки и внесения (концентрация 0,1—1,0 мкг/см^3).* В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,5; 5,0; 7,0 и 10,0 см^3 рабочего градуировочного раствора с концентрацией 10,0 мкг/см^3 (п. 7.2.2), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—6 с концентрацией пропизохлора 0,1; 0,25; 0,5; 0,7 и 1,0 мкг/см^3, соответственно. Рабочие растворы для градуировки хранят в холодильнике при температуре 2—6 °С в течение 14 дней.

Эти растворы используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено» и контроля качества результатов методом «добавок».

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков пропизохлора (мВ · с) от его концентраций в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5 растворам для градуировки № 2—6, приготовленным по п. 7.2.3.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1.1 или 7.3.1.2. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков пропизохлора (мВ · с), на основании которых строят градуировочную зависимость.

7.3.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

7.3.1.1. Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором.

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

Температура детектора: 300 °С.

Температура испарителя: 250 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 150 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 230 °С, выдержка 3 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 270 °С.

Скорость газа 1 (азот): 32,813 см/с.

Давление: 120 кПа, поток 1,134 $см^3$/мин.

Газ 2: деление потока 1:5,3; сброс 6,0 $см^3$/мин.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования: 0,1—1,0 нг.

7.3.1.2. Хромато-масс-спектрометр с газовым хроматографом (метод подтверждения)

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

Температура детектора: квадруполь – 150 °С, источник – 230 °С; переходной камеры – 280 °С.

Температура испарителя: 265 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 120 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 200 °С, выдержка 3 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 260 °С, выдержка 4 мин.

Газ 1 (гелий): поток в колонке 1,0 $см^3$/мин.

Давление: 11,654 *psi*

Средняя линейная скорость: 37,606 см/с.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Режим сканирования – селективный ионный мониторинг, отношение масса/заряд: 146, 162 (количественный расчет), 223.

7.4. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха

Диаметр бумажного фильтра высокой плотности должен соответствовать внутреннему диаметру насадки к картриджу с пенополиуретаном.

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

7.5. Подготовка картриджей с пенополиуретаном для отбора проб воздуха

7.5.1. *Приготовление 5%-го раствора диэтилового эфира в н-гексане.* В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 5 $см^3$ диэтилового эфира, доводят н-гексаном до метки, перемешивают.

7.5.2. *Подготовка картриджей с пенополиуретаном для отбора проб воздуха.* Пенополиуретановые картриджи последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера 5%-м раствором диэтилового эфира в н-гексане.

До использования картриджи хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

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 воздухе населенных мест». Воздух с объемным расходом 2 $дм^3$/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из фильтра высокой плотности и картриджа с пенополиуретаном.

Для измерения концентрации пропизохлора на уровне предела обнаружения (0,0016 мг/$м^3$) необходимо отобрать 125 $дм^3$ воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике (2—6) °С – 14 дней. Для длительного хранения пробы помещают в морозильную камеру и хранят при температуре не выше –18 °С.

9. Выполнение измерений

Экспонированную пробоотборную систему, состоящую из фильтра высокой плотности и фильтра из пенополиуретана переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 20 $см^3$ ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, обжимая пенополиуретан стеклянной палочкой, еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 20 $см^3$, 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 2 см^3 ацетона, тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.1 или 7.3.1.2.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площади пиков вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию пропизохлора в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 1,0 мкг/см^3, разбавляют ацетоном (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Концентрацию пропизохлора в пробе воздуха (X), мг/м^3, рассчитывают по формуле:

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

C – концентрация пропизохлора в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с площадью хроматографического пика, мкг/см^3;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

V_t – объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм^3:

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

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

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

u – расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;

t – длительность отбора пробы, мин;

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

11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа $\bar{X}$ в мг/м^3, характеристика погрешности δ, % (табл. 1), $P = 0{,}95$ или

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м^3:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, табл. 1), %.

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 пропизохлора в пробе атмосферного воздуха – менее 0,0016 мг/м^3**».

* 0,0016 мг/м^3 – предел обнаружения пропизохлора при отборе 125 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».

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 двух образцов градуировочных растворов, содержание пропизохлора в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,1 до 1,0 мкг/см^3.

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

$$A = \frac{|X - C| \cdot 100}{C} \le B, \text{ где}$$

X – концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора вещества, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

B – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, % (равен 10 %).

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 вновь приготовленных градуировочных растворов, предусмотренных МИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.3.

Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

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

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После экстракции экспонированной пробы, экстракт 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 $C_д$ должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой – X'. Результаты анализа исходной рабочей пробы (X) и рабочей пробы с добавкой (X') получают в условиях повторяемости (один аналитик, использование одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д \geq \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л,\bar{X}'}, \text{ где}$$

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м^3:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

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

Норматив оперативного контроля точности K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}$$

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

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (1)$$

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

$$|X_1 - X_2| \le R, \text{ где} \qquad (2)$$

R – предел воспроизводимости (табл. 1), мг/м^3:

$R = 0{,}21 \cdot \bar{X}$.

$\bar{X} = {}^1/_2 (X_1 + X_2)$, где

X_1, X_2 – результаты измерений в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/м^3.

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

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

Измерение концентраций пропизохлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3498—17

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 14.12.18

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 150 экз. Заказ 61

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) 633-86-59

gost.e-ecolog.ru