Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение Агидола-110 в атмосферном воздухе методом жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2515—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение Агидола-110 в атмосферном воздухе методом жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2515—09

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** Агидола-110 в атмосферном воздухе методом жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны ГУ НИИ безопасности жизнедеятельности Республики Башкортостан, г. Уфа (д. х. н. Ф. Ф. Хизбуллиным, к. х. н. Н. В. Кузьминой, Л. В. Сучковой, Е. А. Фазыловой, Ю. А. Карнауховым), ФГУН УфНИИ медицины труда и экологии человека Роспотребнадзора, г. Уфа (д. м. н. Р. А. Сулеймановым, Т. К. Валеевым, Ф. С. Фархутдиновой), ГУ НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН, г. Москва (д. б. н., проф. А. Г. Малышевой, к. х. н. Н. Ю. Козловой).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 1 от 24 марта 2009 г.)

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 20 мая 2009 г.

4. Введены в действие с 1 июня 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 100 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
2 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение Агидола-110 в атмосферном воздухе методом жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2515—09

1. Область применения

1.1. Методические указания по определению концентрации Агидола-110 в атмосферном воздухе методом жидкостной хроматографии предназначены для лабораторий центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, а также могут быть использованы санитарными лабораториями промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды, и другими заинтересованными организациями.

1.2. Методические указания разработаны с целью обеспечения аналитического контроля загрязнения атмосферного воздуха в районах производства и применения алкилфенолов.

1.3. Методические указания аттестованы Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Государственным научным метрологическим центром ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии».

2. Общие положения

2.1. Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ атмосферного воздуха для определения в нем Агидола-110 (пентаэритритовый эфир 3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенилпро-

пионовой кислоты) в атмосферном воздухе в диапазоне концентраций 0,5—50 мг/м^3.

2.2. Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—96 «Методики выполнения измерений».

3. Физико-химические и токсикологические свойства, гигиенические нормативы

Физико-химические свойства Агидола-110 представлены в табл. 1.

Таблица 1

Физико-химические свойства Агидола-110

Формула	Молекулярная масса	Температура плавления, °С	Физическое состояние, цвет	$C_{нас}$, мг/м^3	$P_{нас}$ паров, Па	$T_{кипения}$, °С	$T_{вспышки}$, °С	Плотность, г/см^3
$C_{73}H_{103}O_{12}$	1177,649	110—125	Кристаллический порошок от белого до темно-желтого цвета	$6,2 \times 10^{-8}$	$1,3 \times 10^{-10}$	не устан.	297	1,15

Агидол-110 оказывает слабое раздражающее действие на слизистые оболочки глаз и неповреждённую кожу при длительном контакте. Обладает слабой степенью функциональной кумуляции. По степени воздействия на организм человека относится к 4-му классу опасности (вещества малоопасные). Предельно допустимая максимально разовая и среднесуточная концентрации Агидола-110 в атмосферном воздухе населённых мест составляет 8,0 мг/м^3 и 2,0 мг/м^3 соответственно (ГН 2.1.6.1338—03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест» с дополнениями и изменениями).

4. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Значения характеристик погрешности и её составляющие представлены в табл. 2.

Таблица 2

Значения характеристик погрешности и её составляющие

№	Наименование метрологической характеристики МВИ	Единица измерения	Значение характеристик погрешности
1	Диапазон измерений концентраций алкилфенолов	мг/м^3	0,5—50
2	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r	%	9
3	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_c$	%	17
4	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$	%	25
5	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R	%	12
6	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений), r	%	25
7	Предел воспроизводимости, R	%	34

5. Метод измерения

Измерение концентраций Агидола-110 основано на его улавливании из воздуха с концентрированием на фильтре, экстракции ацетонитрилом, упаривании экстракта на ротационном испарителе, анализе на жидкостном хроматографе с УФ-детектором, идентификации по времени удерживания с использованием метода добавок и количественном определении по площадям хроматографических пиков методом абсолютной градуировки.

6. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

6.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф, включающий: • детектор: тип ультрафиолетовый SPD 20A; • колонка хроматографическая тип Luna 5u с OOD 4252-EO длиной 100 мм с внутренним диаметром 4,6 мм с фазой Hypersil-ODS или аналогичная с размером частиц 5 мкм	
Весы лабораторные равноплечные ВЛР-200 второго класса точности	ГОСТ 24104—2001
Меры массы (1 мг—100 г)	ГОСТ 7328—2001
Пипетки градуированные 2-2-2-5	ГОСТ 29227—91
Пипетки градуированные 2-2-2-1	ГОСТ 29227—91
Пипетки градуированные 2-2-2-2	ГОСТ 29227—91
Пипетки градуированные 2-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Колбы мерные 2-25-2	ГОСТ 1770—74
Микрошприц типа Hamilton, вместимостью 100 мм^3 с ценой деления 1 мм^3	
Секундомер с погрешностью измерения не более ± 0,2	ГОСТ 8.423—81
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Термометры лабораторные ТЛ-2	ГОСТ 29224—91
Электроаспиратор для отбора проб воздуха, модель 822	ТУ 64-1-862—82
Колба О-200	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные с цилиндрической горловиной К-3-100-22 ТС	ТУ 92-891.029—91
Ротаметр	ГОСТ 13045—81

6.2. Вспомогательные устройства

Испаритель ротационный	ТУ 25-11-73.102
Холодильник ХШ-1-300	ГОСТ 25336—82
Каплеуловитель КП ХС	ГОСТ 25336—82
Шкаф сушильный	ТУ 64-1-909—80
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79
Прибор Сокслета	ТУ 4321-002-07609129—94
Лабораторные нагревательные гнёзда	

6.3. Материалы

Насадка для экстрагирования НЭТ-500ТС	ГОСТ 25336—82
Фильтры АФА-ВП-20, изготовитель ВО «Изотоп»	

6.4. Реактивы

Ацетонитрил (элюат), осч (особо чистое вещество)	ТУ 6-09-14-2167—84
Агидол-110	ТУ 2492-447-05742686—2006
Бихромат калия, чда (чистое для анализа)	ГОСТ 4220—75
Кислота серная, хч (химически чистое)	ГОСТ 4204—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается использование других средств измерения, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных выше.

7. Требования безопасности

7.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88, ГОСТ 12.1.007—76, ГОСТ 12.1.004—91, ГОСТ 12.4.009—90.

7.2. При выполнении измерений концентраций веществ с использованием жидкостного хроматографа и электроаспиратора следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

7.3. Все работы с Агидолом 110 следует проводить в вытяжном шкафу с включенной вентиляцией, избегая попадания его на кожу и в органы дыхания. 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».

8. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

9. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

9.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

9.2. Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

10. Подготовка к выполнению измерений

10.1. Приготовление градуировочных растворов Агидола-110 в ацетонитриле

Основной раствор Агидола-110. Навеску Агидола-110 массой от 0,1250 г до 0,1500 г взвешивают в бюксе на аналитических весах с точностью до четвёртого знака. В бюкс добавляют небольшое количество ацетонитрила, растворяют Агидол-110, количественно переносят в колбу вместимостью 50 см^3, добавляют ацетонитрил до метки и перемешивают. Концентрацию Агидола-110 (C) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m}{V_{колбы}}, \text{ мг/дм}^3, \text{ где} \qquad (1)$$

m – масса навески Агидола-110, мг;

$V_{колбы}$ – вместимость мерной колбы, равная 50 см^3 = 0,050 дм^3.

Концентрация основного раствора Агидола-110 от 2 500 до 3 000 мг/дм^3.

Основной раствор Агидола-110 хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение 6 месяцев.

Градуировочный раствор № 5 с концентрацией 500 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 25 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят основной раствор Агидола-110 объёмом (V), рассчитанным по формуле (2)

$$V = \frac{500 \cdot V_{колбы}}{C}, \text{ дм}^3, \text{ где} \qquad (2)$$

C – концентрация Агидола-110 в основном растворе, мг/дм^3;

500 – концентрация градуировочного раствора № 5, мг/дм^3;

$V_{колбы}$ – объём мерной колбы для приготовления градуировочного раствора № 1, равный 0,025 дм^3.

Объём основного раствора Агидола-110 (V) составляет от 4,2 до 5 см^3. Доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Градуировочный раствор № 4 с концентрацией 200 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 25 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят градуировочный раствор Агидола-110 № 5 объёмом 10 см^3, доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Градуировочный раствор № 3 с концентрацией 100 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 25 см^3 градуированной пипеткой вместимо-

стью 5 см^3 вносят градуировочный раствор Агидола-110 № 5 объёмом 5 см^3, доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Градуировочный раствор № 2 с концентрацией 50 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 25 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят градуировочный раствор Агидола-110 № 5 объёмом 2,5 см^3, доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Градуировочный раствор № 1 с концентрацией 5 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят градуировочный раствор Агидола-110 № 5 объёмом 2,5 см^3, доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций Агидола-110 представлены в табл. 3.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций Агидола-110

Градуировочный раствор	Концентрация градуировочного раствора, мг/дм^3	Раствор для приготовления градуировочного раствора			Вместимость пипетки, см^3
		наименование	концентрация, мг/дм^3	объём, см^3	
№ 1	5	№ 5	500	2,5	5
№ 2	50	№ 5	500	2,5	5
№ 3	100	№ 5	500	5	5
№ 4	200	№ 5	500	10	10
№ 5	500	№ 5	500	4,2—5	5
Основной	2 500—3 000	–	–	–	–

Градуировочные растворы хранят в герметичной посуде в холодильнике в течение одного месяца.

10.2. Подготовка хроматографа к работе

Подготовку хроматографа к работе выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

Температура анализа, °С 18—20

Расход элюента, см^3/мин 1

Температура термостата, °С 40

Градиент:

Время, мин	0	8	11	30
Концентрация ацетонитрила, %	80	80	1,2	1,2

Объём вводимой пробы, мм^3	20
Длина волны УФ излучения, нм	220
Продолжительность анализа, мин	25

Условия хроматографирования могут быть и другими в зависимости от хроматографа и условий его настройки. Необходимым условием является величина чувствительности системы жидкостного хроматографа, которая должна обеспечивать определение 6 мкг Агидола-110 в растворе ацетонитрила с соотношением сигнал: шум – 3 : 1.

Определяют время удерживания Агидола-110, шестикратно вводя градуировочный раствор № 4, приготовленный согласно табл. 3. Измеряют в каждом опыте времена удерживания, рассчитывают их среднее значение и доверительные интервалы. Ориентировочное время удерживания Агидола-110 составляет (17,00 ± 0,51) мин.

10.3 Установление градуировочной характеристики

Процедуру градуировки хроматографа выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программным обеспечением.

Условия проведения измерений концентраций Агидола-110 в градуировочных растворах должны быть одинаковыми с условиями проведения измерений концентрации Агидола-110 в исследуемых пробах.

Градуировку проводят по методу абсолютной градуировки, используя серию градуировочных растворов с различной концентрацией Агидола-110, начиная с градуировочного раствора с наименьшей концентрацией Агидола-110.

Для градуировки при определении концентраций Агидола-110 в кран дозатор хроматографа последовательно микрошприцем вместимостью от 50 до 100 мм^3 вводят по 20 мм^3 градуировочных растворов № 1, 2, 3, 4, 5.

Каждый градуировочный раствор хроматографируют 3—5 раз для исключения случайных результатов и усреднения данных. Стандартное отклонение времени удерживания не должно превышать 3 %, стандартное отклонение площадей пиков не должно превышать 10 %. При получении стандартного отклонения времени удерживания и (или) площадей пиков, превышающих указанные значения, проводят повторное хроматографирование градуировочного раствора.

По результатам измерений концентрации Агидола-110 строят градуировочную зависимость, характеризующую соотношение между величиной отклика детектора (площадь пика) и массовой концентрацией Агидола-110 в пробе. Градуировочная зависимость имеет вид:

$$S = K_1 \cdot C + K_0, \text{ где} \qquad (3)$$

C – массовая концентрация компонента в градуировочном растворе мг/дм^3;

S – площадь пика Агидола-110 на хроматограмме, относительные единицы;

K_1 (дм^3 · отн.ед./мг), K_0 (отн.ед.) – градуировочные коэффициенты Агидола-110.

Градуировочные коэффициенты рассчитываются методом наименьших квадратов согласно Р.50.2.028—2003 «Алгоритмы построения градуировочных характеристик средств измерений состава веществ и материалов и оценивания их погрешностей».

10.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб атмосферного воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.01—86. Используемые фильтры для отбора пробы Агидола-110 в воздухе должны быть пронумерованы. Порядковый номер наносят карандашом на бумажное кольцо фильтра АФА-Вп-20.

До начала отбора необходимо убедиться в соблюдении ряда требований. Для правильного определения концентрации Агидола-110 при отборе разовых проб воздуха должно выполняться условие изокинетичности, т. е. скорость пропускаемого через фильтр воздуха должна быть равна скорости набегающего потока; выравнивание скоростей осуществляется за счёт применения конусных насадок, выбор которых зависит от скорости ветра. Фильтродержатель должен быть ориентирован навстречу ветровому потоку. При суточном отборе пробы Агидола-110 в виде пыли в условиях высокой запылённости масса Агидола-110 на фильтре может превысить его пылеёмкость. Предельная пылеёмкость фильтра АФА-ВП-20 составляет 5 мг/см^2 (то есть 200 мг на весь фильтр). В таком случае следует переходить к циклическому отбору проб.

На точность определения объёма воздуха, прошедшего через поглотительные устройства, влияет нарушение герметичности воздуховодов и фильтродержателя. Проверка состояния системы производится не реже одного раза в месяц. Наиболее вероятно натекание воздуха через фильтродержатель, подводящие резиновые шланги за счёт старения резины и появления трещин, соединения резиновых шлангов со штуцерами и поглотительными устройствами. Воздушные коммуникации один раз в месяц очищают от пыли и промывают мыльной водой, чистой водой, затем ацетонитрилом и спиртом. Воздуховод устанавливается только после просушивания. Промытая система перед отбором проб должна быть продута воздухом в течение примерно 20 мин. Колпачок, предо-

хранящий воздухозаборную трубку от прямого попадания осадков и грязи, промывается один раз в три месяца. Для защиты электроаспираторов от брызг поглотительных и пропитывающих растворов к выходным штуцерам присоединяют патроны, заполненные промытым и высушенным силикагелем с диаметром зерен 0,5—4 мм (рис. 1) и ватными тампонами. Проверка градуировки электроаспираторов проводится ежемесячно.

Отбор пробы для определения среднесуточной концентрации Агидола-110 выполняется с расходом 5 дм^3/мин циклически по 10 мин через каждые 3 ч. Параллельно отбирают две пробы. Фильтр с отобранной пробой осторожно вынимают из фильтродержателя, складывают пополам запылённой поверхностью внутрь и помещают последовательно в пакет из кальки и в полиэтиленовый пакет. На пакет шариковой ручкой или фломастером наносят следующие данные: номер пробы, дату и время отбора; расход воздуха и продолжительность отбора пробы по ротаметру; температуру воздуха, проходящего через ротаметр, и атмосферное давление во время отбора пробы.

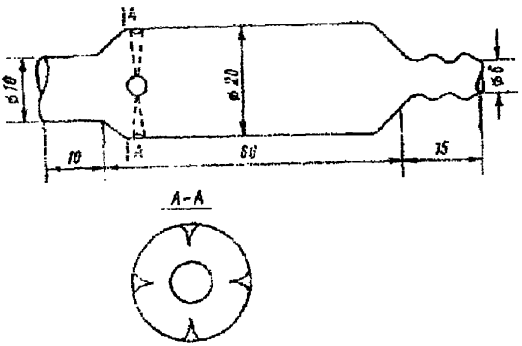

Рис. 1. Патрон с силикагелем

10.5. Подготовка проб воздуха к выполнению измерений

10.5.1. Фильтр с отобранной пробой помещают в патрон из фильтровальной бумаги, вводят в насадку прибора Сокслета и приливают ацетонитрил до тех пор, пока он не начнёт стекать по сифонной трубке в круглодонную колбу. Когда растворитель стечёт полностью, добавляют ещё некоторое количество ацетонитрила, затем присоединяют обратный холодильник, охлаждаемый водой. Колбу погружают в водяную баню или в лабораторные нагревательные гнёзда и нагревают до 85°°С в течение 2 ч.

10.5.2. Экстракт из круглодонной колбы прибора Сокслета переносят в колбу О вместимостью 200 см^3, ополаскивают круглодонную колбу прибора Сокслета 5 см^3 ацетонитрила и добавляют его в колбу О.

10.5.3. Экстракт упаривают на ротационном испарителе до объёма 2—3 см^3. Упаренный экстракт переносят в мерную пробирку вместимостью 5 см^3. Колбу О дважды последовательно ополаскивают по 1 см^3 ацетонитрила, который сливают в мерную пробирку. Объём пробы в мерной пробирке доводят до 5 см^3 ($V_{экстр}$) ацетонитрилом и анализируют.

11. Выполнение измерений

Из экстракта, полученного после пробоподготовки по п. 10.5 микрошприцем вместимостью 100 мм^3 отбирают объём 20 мм^3 и анализируют на хроматографе. Экстракт хроматографируют 3—5 раз в условиях повторяемости. Стандартное отклонение времени удерживания не должно превышать 3 %, стандартное отклонение площадей пиков не должно превышать 10 %. При получении стандартного отклонения времени удерживания и (или) площадей пиков, превышающих указанные значения, проводят повторное хроматографирование экстракта.

Идентификацию Агидола-110 проводят путём сравнения абсолютных времён удерживания в пробах и в стандартных (градуировочных) растворах. При необходимости индентификацию подтверждают методом добавок.

Для того, чтобы убедиться, что все используемые при анализе реагенты и растворители не имеют примесей, мешающих анализу Агидола-110, проводят измерение холостой пробы. Для проведения измерения холостой пробы проводят пробоподготовку по п. 10.5 без отбора проб воздуха и хроматографируют ацетонитрил по п. 10.2. Уровень шума, полученный в холостой пробе, должен быть не более 10 % от площадей пиков минимально определяемых массовых концентраций Агидола-110. При несоблюдении этого условия, необходимо установить и устранить источник загрязнения. Измерение холостой пробы проводят с каждой новой партией реагентов.

12. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию Агидола-110 в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{(S - K_0)}{K_1 \cdot V_н} \cdot \{V_{экстр} + V_R\}, \text{ где} \qquad (4)$$

S – площадь пика Агидола-110 на хроматограмме, (усреднённое значение результатов хроматографического определения по п. 11), отн. ед.;

K_1 (дм^3 отн.ед./мг), K_0 (отн.ед.) – градуировочные коэффициенты для Агидола-110, рассчитанные по п. 10.3;

V_R – объем ацетонитрила, добавленного в экстракт для его разбавления, если экстракт не разбавляют, то $V_R = 0$ дм^3;

$V_н$ – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, м^3.

Объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям, рассчитывают по формуле:

$$V_0 = \frac{V_1 \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760} \cdot 0{,}001, \text{ где} \qquad (5)$$

V_1 – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P – атмосферное давление в месте отбора, мм рт.ст;

T – температура воздуха в месте отбора пробы, °С;

0,001 – коэффициент пересчёта дм^3 в м^3.

Если результат измерения содержания Агидола-110 в пробе экстракта превышает верхнюю границу диапазона содержаний, то экстракт разбавляют ацетонитрилом, фиксируя объём добавленного ацетонитрила (V_R) и далее анализируют в соответствии с п. 10.2, рассчитывают массовую концентрацию Агидола-110 в пробе в соответствии с (4).

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений ($C_{ср.}$):

$$C_{ср.} = (C_1 + C_2)/2, \text{ мг/м}^3, \text{ где} \qquad (6)$$

C_1 и C_2 – результаты двух параллельных определений концентраций Агидола-110 в исследуемой пробе, для которых выполняется условие:

$$| C_1 - C_2 | \le 0{,}01 \cdot r \cdot (C_1 + C_2) / 2, \text{ где} \qquad (7)$$

r – предел повторяемости для двух результатов параллельных определений. Значение предела повторяемости равно 25 %.

13. Оформление результатов измерений

Результат измерений концентраций Агидола-110 C (мг/м^3) оформляют протоколом в виде:

$$C \pm \Delta, \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

Δ – абсолютная погрешность измерений: $\Delta = 0{,}01\ \delta \cdot C$; при доверительной вероятности $P = 0{,}95 \cdot \delta = \pm 25$ %;

с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории.

14. Контроль погрешности измерений

14.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учётом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R).

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значение предела воспроизводимости приведено в табл. 2.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории.

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Для данной методики можно рекомендовать алгоритм оперативного контроля с использованием метода добавок. Контроль проводят путём сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_K с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| X^*_{ср.} - X_{ср.} - C_д \right|, \text{ где} \qquad (8)$$

$X^*_{ср.}$ – результат анализа массовой доли Агидола-110 в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 12;

$X_{ср.}$ – результат анализа массовой доли Агидола-110 в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 12;

$C_д$ – массовая доля Агидола-110 в пробе с добавкой.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{(\Delta^2_{л,X^*_{ср.}} + \Delta^2_{л,X_{ср.}})}, \text{ где} \quad (9)$$

$\Delta_{л,X^*_{ср.}}$, $\Delta_{л,X_{ср.}}$ – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации Агидола-110 в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения : $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_к \le K \quad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

gost.e-ecolog.ru