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

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Выпуск 49

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 14,0

Тираж 500 экз. Заказ

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
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

Содержание

Введение 5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07 6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07 30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07 43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07 53
Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07 63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07 74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07 84
Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07 97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07 112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07 130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07 146

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 156

Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 166

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 179

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 190

Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 205

Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 215

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерениий», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
17 августа 2007 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

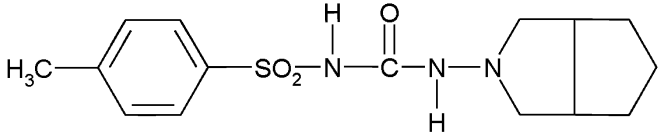
Методические указания
МУК 4.1.2247—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем гликлазида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,1—1,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1.Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{15}H_{21}N_3O_3S$
2.3. Молекулярная масса 323,4

2.4. Регистрационный номер CAS 21187-98-4

2.5. Физико-химические свойства

Гликлазид – порошок белого цвета, без запаха, температура плавления 168 °С, нерастворим в воде, этиловом спирте 96 %, хорошо растворим в ацетонитриле, ацетоне, хлористом метилене.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Гликлазид – малоопасное вещество при поступлении внутрь, не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаза и кожу, не проявляет способности к резорбции через кожу, обладает слабыми кумулятивными свойствами, оказывает специфическое влияние на углеводный обмен.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) гликлазида в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций гликлазида с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности P = 0,95).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики

Диапазон измерений, мг/м^3	Границы расширенной неопределенности (точности), ± U, мг/м^3	Повторяемость, σ_r, мг/м^3	Воспроизводимость, σ_R, мг/м^3	Границы систематической погрешности (правильности), ± δ, мг/м^3	Суммарная стандартная неопределенность пробоотбора, ± u, %
От 0,1 до1,0	0,15 С	0,041 С	0,11 С	0,12 С	5,5
С – результат измерения массовой концентрации гликлазида, мг/м^3.					

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации гликлазида выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием при длине волны 230 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на бумажный обеззоленный фильтр «синяя лента».

Нижний предел измерения содержания гликлазида в анализируемом объеме раствора пробы – 0,02 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации гликлазида в воздухе 0,1 мг/м^3 (при отборе 100 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления препаративных форм на основе гликлазида. Измерению не мешают сопутствующие вещества: мальтодекстрин, магния стеарат, крахмал, аэросил, гидрофосфат кальция, гидроксипропилметилцеллюлоза.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостной фирмы Хьюлетт-Паккард, модель HP-1050 с градиентной системой элюирования, автосэмплером и УФ-детектором 190—400 нм типа «диодная матрица» № 14612-95 в Государственном реестре средств измерений	
Колонка аналитическая Диасорб C_{16}-Т, 7 мкм, (150 х 4)мм	
Аспирационное устройство, ПУ-4Э ЗАО «ХИМКО», № 14531—03 в Государственном реестре средств измерений	
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678—77
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки, 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10,	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с притертыми пробками П-2-10-0,1ХС	ГОСТ 1770—74
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678—77
Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Цилиндры мерные, 3-100	ГОСТ 1770—74
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронки химические, В-30-50 ХС	ГОСТ 25336—82
Секундомер	ГОСТ 5072—79

5.2. Реактивы, растворы

Гликлазид с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество.
НД 42-10252—99
Ацетонитрил о.с.ч. для ВЭЖХ ТУ 6-09-5437—91
Вода бидистиллированная ГОСТ 7602—72
Состав элюента: ацетонитрил: бидистиллированная вода в соотношении 40 : 60 (об.).

Допускается применение других средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и необходимо иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации оператора

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

8. Условия выполнения измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку жидкостного хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

Подготовка посуды проводится общепринятым методом с использованием хромовой смеси.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор гликлазида с массовой концентрацией 1000мкг/см^3 готовят растворением 0,0250 г гликлазида в ацетонитриле в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор гликлазида № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора гликлазида ацетонитрилом.

Для этого берут 2,5 см^3 основного стандартного раствора гликлазида, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят до метки ацетонитрилом. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Приготовление элюента:

В мерной колбе вместимостью 100см^3 смешивают 40 см^3 ацетонитрила и 60 см^3 бидистиллированной воды.

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку жидкостного хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

Контроль качества разделительной колонки проводится не реже 1 раза в квартал по стандартному раствору антрацена в ацетонитриле с концентрацией 0,01 мкг/см^3 путем его анализа при длине волны 250 нм с элюентом ацетонитрил: бидистиллированная вода в соотношении 70 : 30 (об.). Скорость потока элюента 0,8 см^3/мин. Эффективность колонки, рассчитанная при этих условиях, должна быть не менее 4000 теоретических тарелок.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков (приборные единицы) от содержания гликлазида в градуировочном объеме раствора устанавливают по методу абсолютной калибровки по пяти сериям растворов. Каждую серию, состоящую из шести градуировочных растворов, и холостой пробы готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$. Для этого в соответствии с таблицей № 2 в каждую колбу вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора гликлазида № 1 с концентрацией 100 $мкг/см^3$ и доводят объем раствора до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы устойчивы в течение трех суток.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении гликлазида

№ градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора гликлазида № 1 с массовой концентрацией 100 $мкг/см^3$, $см^3$	Объем ацетонитрила, $см^3$	Массовая концентрация гликлазида в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Содержание гликлазида в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	25,0	0,0	0,0
2	0,25	24,75	1,0	0,02
3	0,5	24,5	2,0	0,04
4	1,0	24,0	4,0	0,08
5	1,25	23,75	5,0	0,1
6	2,0	23,0	8,0	0,16
7	2,5	22,5	10,0	0,2

Инжектируют в хроматограф по 0,02 $см^3$ каждого из градуировочных растворов.

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости площади пика (приборные единицы) от содержания гликлазида в хроматографируемом объеме (мкг).

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб.

Состав элюента:

ацетонитрил: бидистиллированная вода 40: 60 (об.)

Скорость подачи элюента 0,8 $см^3$/мин

Длина волны детектора	230 нм
Объем вводимой пробы	0,02 $см^3$
Время удерживания гликлазида	5 мин 12 с

За время удерживания гликлазида принимается время удерживания пика стандарта гликлазида, полученного при анализе стандартного раствора, с погрешностью ± 5 %.

Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций проводят не реже 1 раза в квартал, а также при смене колонки и/или реактивов; после проведения ремонта или поверки прибора; после длительного простоя хроматографа (2 недели и более); при изменении эффективности хроматографической системы и/или чувствительности детектора.

9.4. Отбор пробы воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 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 10 $дм^3$ /мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 1/2 ОБУВ гликлазида необходимо отобрать 100 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы можно хранить в бюксах в холодильнике в течение недели.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр помещают в химический бюкс и экстрагируют 5,0 $см^3$ ацетонитрила, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 5—7 минут, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно экстрагируют 5,0 $см^3$ ацетонитрила, снова тщательно отжимают и удаляют. Экстракты последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента». Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы, соблюдая все условия, требуемые для градуировки хроматографической системы. Степень десорбции гликлазида с фильтра 97 %.

Количественное определение содержания гликлазида (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию гликлазида в воздухе рабочей зоны С, (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{\sigma \cdot V_{20} \cdot K}$$

a – содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – хроматографируемый объем раствора пробы, см^3;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм^3) и приведенный к стандартным условиям (см. прилож. 1).

K – степень десорбции вещества с фильтра, K = 0,97.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$C \pm U, \text{ мг/м}^3, \ (P=0,95), \text{ где:}$$

C – значение результатов измерения массовой концентрации гликлазида, мг/м^3;

$\pm U$ – границы расширенной неопределенности (точности) результата измерения по таблице 1, мг/м^3.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерения, то результат следует указать: массовая концентрация гликлазида менее 0,1 мг/м^3 (более 1,0 мг/м^3).

13. Контроль результатов измерений

13.1. Контроль правильности

При проведении контроля правильности следует использовать концентрации стандартных растворов, которые входят в серию растворов, используемых при построении градуировочной характеристики.

Образцом для контроля правильности является бумажный фильтр «синяя лента», на который наносят 0,1-0,5 см^3 рабочего стандартного раствора гликлазида № 1 в ацетонитриле. Принятое опорное значение

содержания гликлазида в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления (m_{RM}, мкг) составляет 10,0– 50,0 мкг.

Проводят анализ образца в соответствии с разделом 10 данной методики. Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \leq m_к \leq UCL, \text{ где}$$

$m_к$ – значение результата контрольного измерения, мкг;

$LCL(UCL)$ – нижний (верхний) предел контроля правильности по табл. 3.

При отрицательном результате контроля правильности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

13.2. Контроль повторяемости

Контроль повторяемости проводят при каждом измерении.

Образцом для контроля повторяемости служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости (измерение идентичных образцов выполняет один и тот же оператор на одном экземпляре прибора практически в одно и то же время и т. д.)

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$| m_1 - m_2 | \leq CLr, \text{ где:}$$

$m_{1,2}$ – значение результатов измерений содержания гликлазида в пробе, полученные в условиях повторяемости,мкг;

CL_r – предел контроля повторяемости, приведенный в табл. 3, мкг в виде зависимости от среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, мкг.

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми.

За результат измерения ($m_{ср}$, мкг) принимают значение среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают еще один результат измерений.

Если при этом расхождение $|m_{max} - m_{min}|$ из результатов трех измерений равно или меньше предела повторяемости для трех измерений (P = 0,95), рассчитанного по формуле:

$$CL_r(3) = 3{,}3 \cdot \sigma_r, \text{ где:}$$

σ_r – значение характеристики повторяемости, приведенное в табл. 1, выраженное в абсолютных единицах, то в качестве результата фиксируется среднее арифметическое значение результатов трех измерений.

При превышении предела повторяемости для трех измерений в качестве результата измерения фиксируется медиана трех измерений, т. е. выбирается второе по значению измерение в ряду расположенных по возрастанию значений.

13.3. Контроль промежуточной прецизионности

Образцом для контроля прецизионности служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра.

Выполняют два измерения в условиях промежуточной прецизионности с участием одной лаборатории. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа (время между измерениями, оборудование и его калибровка, партии реактивы, оператор и др.) при соблюдении вышеуказанных условий.

Результат контроля воспроизводимости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$| m_1 - m_2 | \le CL_R, \textit{ где:}$$

m_1, m_2 – среднеарифметическое значение результатов параллельных определений содержания гликлазида в пробе, полученное в условиях внутрилабораторной (промежуточной), мкг;

CL_R – предел контроля воспроизводимости, приведенный в табл. 3, мкг.

При отрицательном результате контроля прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 3

Значения нормативов внутрилабораторного контроля результатов измерений

Диапазон измерений содержания гликлазида в образце для контроля, мкг	Предел контроля повторяемости, CL_r, мкг (n = 2, P = 0,95)	Предел контроля воспроизводимости, CL_R, мкг (n = 2, P = 0,95)	Пределы контроля правильности для диапазона 10—50 мкг в контрольном образце (P = 0,90)	
			нижний LCL, мкг	верхний UCL, мкг
от 10 до 100	$0{,}11\,\overline{m}$	$0{,}32\,\overline{m}$	$m_{RM} - 0{,}12 m_{RM}$	$m_{RM} + 0{,}12\,m_{RM}$

$\overline{m}$ – значение среднего арифметического результатов двух единичных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$\overline{m}$ – значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, мкг

m_{RM} – принятое опорное значение содержания гликлазида в образце для контроля, мкг.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч 30 мин.

Методические указания разработаны ОАО «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» («ВНЦ БАВ»): М. И. Голубева, Л. И. Крымова, А. П. Крымов

gost.e-ecolog.ru