Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3090—13

Издание официальное

Москва
2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3090—13

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—19 с.

ISBN 978—5—7508—1258—5

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Т. В. Юдина, М. В. Ларькина, О. Е. Егорченкова.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 30 мая 2013 г. № 1).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 июля 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

© **Роспотребнадзор, 2013**
© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013**

Содержание

1. Погрешность измерений 5
2. Метод измерений 5
3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 5
4. Требования безопасности 9
5. Требования к квалификации оператора 9
6. Условия измерений 9
7. Подготовка к выполнению измерений 9
8. Отбор и хранение проб воздуха 12
9. Условия проведения смыва 12
10. Выполнение измерений 13
11. Обработка результатов анализа 14
12. Оформление результатов измерений 15
13. Контроль качества результатов измерений 16

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 июля 2013 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3090—13

Свидетельство о метрологической аттестации
от 16.01.2013 № 01.00282-2008/0152.16.01.13

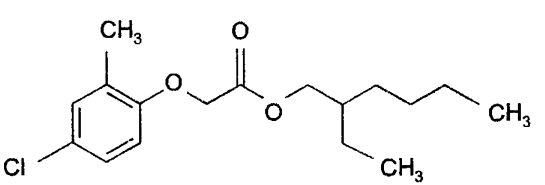
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов в диапазонах 0,08—0,8 мг/м³; 0,5—5,0 мкг/смыв соответственно.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: 2-этилгексиловый эфир МЦПА.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-этилгексил (4-хлоро-2-метилфенокси) ацетат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{17}H_{25}ClO_3$.

Молекулярный вес: 312,8.

Химически чистый 2-этилгексиловый эфир МЦПА представляет собой бесцветную невязкую жидкость с сильным запахом эфира. Плотность 1,0644 (при 23,5 °С). Температура кипения 220 °С (101,3 кПа). Температура плавления 22 °С. Температура вспышки и воспламенения 159 °С. Давление паров $0,27 \times 10^{-1}$—$1,3 \times 10^{1}$ мПа (18—45 °С). Растворимость в воде $< 1,25 \times 10^{-1}$ мг/л (pH 7; 20 °С). Коэффициент распределения н-октан/вода $K_{ow}\log P = 6,8$.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс (самцы, самки) >1 300 мг/кг; острая пероральная токсичность (LD_{50}) для кроликов 2 000 мг/кг.

Область применения

2-этилгексиловый эфир МЦПА – гербицид класса феноксиуксусных кислот, применяемый для борьбы с сорными растениями в посевах пшеницы, овса, ржи, ячменя, проса, сорго, риса, гороха, картофеля, клевера, в луговых травах, сенокосных угодьях и пастбищах.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций 2-этилгексилового эфира МЦПА выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование 2-этилгексилового эфира МЦПА из воздушной среды осуществляют на пробоотборные трубки, заполненные пористым полимерным сорбентом, экстракцию с трубок проводят ацетоном, смыв с кожных покровов – этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,20 нг. Средняя полнота извлечения с трубок – 94,35 %, поверхности кожи – 95,99 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану $3,5 \times 10^{-14}$ г/с, масс-селективным детек-

тором и автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярными колонками	
Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм.рт.ст. и с пределом допустимой погрешности (1 ± 2,5) мм. рт. ст.	ТУ 2504-1799—75
Весы лабораторные, аналитические, наибольший предел взвешивания 110 г, предел допустимой погрешности ±0,2 мг	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-5 и 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Микрошприц вместимостью 10 мм^3	
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Пробоотборное устройство 2-канальное с диапазонами расхода 0,2—1,0 и 5,0—1,0 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ±5—7 %	
Термометр лабораторный шкальный, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003—88

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

3.2. Реактивы

2-этилгексиловый эфир МЦПА, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,7 %	
Азот газообразный (чистота 99,999 %), в баллонах	ТУ 6-21-39—96
Гелий газообразный вч, в баллонах	ТУ 0271-001-45905715—02
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79

Н-Гексан (гексан), для хроматографии	ТУ 6-09-06-657—84
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Натрий углекислый (карбонат натрия), хч	ГОСТ 83—79
Спирт этиловый (этанол) ректификованный	ГОСТ Р51652—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	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	ТУ 4622603—75
Бязь хлопчатобумажная белая	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ГОСТ 25336—82
Гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 %	ТУ 25-11-1645-84
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576--9082—03
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы конические круглодонные на шлифе вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Линейка	ГОСТ 427—75
Насос водоструйный вакуумный	

Ножницы	ГОСТ Р 51268—99
Пинцет медицинский нержавеющий	ГОСТ 21241—89
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см³	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стеклянные емкости вместимостью 100 см³ с герметичной металлической крышкой	
Стеклянные палочки	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающий вакуум до 10 мбар	
Трубки для отбора проб воздуха 2-секционные (длиной 100 мм, внутренним диаметром 8 мм), заполненные пористым полимерным сорбентом на основе 2,6-дифенил-п-фениленоксида (100 мг сорбента во фронтальной секции, 50 мг – в задней), пробоотборные	
Установка для перегонки растворителей	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 14 % цианпропилфенила, 86 % диметилполисилоксана (толщина пленки сорбента 0,25 мкм)	
Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % фенила, 95 % диметилполисилоксана (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—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать нормы, установленные 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 «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576—03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускают специалиста, прошедшего обучение, освоившего методику, владеющего техникой, имеющего опыт работы на газовом хроматографе и подтвердившего соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

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 ацетона (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка пробоотборных трубок и салфеток для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.2.1. Исходный раствор 2-этилгексилового эфира МЦПА для градуировки (концентрация 200 мкг/см³).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,02 г 2-этилгексилового эфира МЦПА кислоты, растворяют в 50—60 см³ ацетона, доводят растворителем до метки, тщательно перемешивают.

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

7.2.2. Рабочий раствор № 1 2-этилгексилового эфира МЦПА для внесения и градуировки (концентрация 20,0 мкг/см³).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1,0 см³ исходного градуировочного раствора с концентрацией 200,0 мкг/см³ (п. 7.2.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочий раствор № 1 с концентрацией 2-этилгексилового эфира МЦПА 20,0 мкг/см³.

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

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено—найдено».

7.2.3. Рабочие растворы № 2—5 2-этилгексилового эфира МЦПА для градуировки (концентрация 0,2—2,0 мкг/см³).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см³ раствора № 1 для внесения и градуировки с концентрацией 20 мкг/см³ (п. 7.2.2), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают. Получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией 2-этилгексилового эфира МЦПА 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мкг/см³ соответственно.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 7 дней.

7.3. Установление градуировочной характеристики и условия хроматографирования

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ × сек) от концентрации 2-этилгексилового эфира МЦПА в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования, представленных ниже. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пика мВ × с, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Условия хроматографирования

7.3.1. Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану $3,5 \times 10^{-14}$ г/с.

Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 14 % цианпропилфенила, 86 % диметилполисилоксана (толщина пленки сорбента 0,25 мкм).

Температура: детектора 300 °С;
испарителя 270 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 180 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 5 градусов в минуту до температуры 230 °С, выдержка 5 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 270 °С, выдержка 2 мин.

Газ-носитель – азот, поток 1,3 см³/мин, средняя линейная скорость: 36 см/с, давление 168,8 кПа.

Хроматографируемый объем: 1 мм³.

7.3.2. Хроматограф газовый с масс-селективным детектором (метод подтверждения).

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

Температура: детектора – 320 °С, квадруполя – 150 °С, источника – 230 °С, переходной камеры – 280 °С.

Температура испарителя 270 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура 180 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 5 градусов в минуту до температуры 220 °С, выдержка

2 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 250 °С, выдержка 4 мин.

Газ-носитель – азот, поток 1,0 см³/мин, средняя линейная скорость 38 см/с, давление 103,3 кПа.

Хроматографируемый объем: 1 мм³.

7.4. Подготовка салфеток для проведения смыва

7.4.1. Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5 %

Навеску (25 ± 0,1) г натрия углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в деионизованной воде, доводят водой до метки, перемешивают.

7.4.2. Подготовка салфеток для проведения смыва

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 × 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5 %-м раствором углекислого натрия (при кипячении), водой до нейтральной реакции промывных вод, 2-кратно промывают этиловым спиртом, сушат на воздухе при комнатной температуре. До использования салфетки хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

8. Отбор и хранение проб воздуха

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и 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 1—2 дм³/мин аспирируют через пробоотборные трубки, заполненные пористым полимерным сорбентом. Для измерения концентрации 2-этилгексилового эфира МЦПА на уровне предела обнаружения (0,08 мг/м³) для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 5,0 дм³ воздуха. Срок хранения отобранных проб, раздельно помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С 30 дней.

9. Условия проведения смыва

Смывы проводят в конце работы или после выполнения отдельных операций с открытых и закрытых спецодеждой или другими СИЗ участков тела (лоб, лицо, шея, спина, грудь, предплечье, голень, кисти рук, включая межпальцевые промежутки).

До работы выбирают участок кожи, обрабатывают его для удаления загрязнений, фиксируют площадь (не менее 200 см^2). При необходимости отбирают фоновые смывы.

Смыв выполняют способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 см^3 в стеклянную емкость с металлической крышкой. Тканевой салфеткой, смоченной растворителем, с помощью пинцета (индивидуально) обмывают этот участок сверху вниз. Операцию повторяют дважды.

Срок хранения отобранных проб смывов, помещенных в герметично закрытые емкости, в морозильной камере при температуре −18 °С 30 дней.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздух рабочей зоны

Содержимое экспонированных сорбционных трубок (сорбент и стекловату) переносят в химический стакан вместимостью 150 см^3, заливают 20 см^3 ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, сорбент и стекловату 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 гексана и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию 2-этилгексилового эфира МЦПА в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 2,0 мкг/см^3, разбавляют гексаном (не более, чем в 50 раз).

10.2. Смывы с кожных покровов

Пробу смыва сливают (через воронку) в колбу для упаривания, с помощью пинцета извлекают салфетку, помещают в конусную химическую воронку, установленную в муфту колбы для упаривания, тщательно отжимают и промывают этиловым спиртом дважды порциями по 10 см^3, предварительно ополаскивая растворителем емкость, в которой находилась проба.

Объединенный раствор упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше

40 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2,5 см³ гексана и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию 2-этилгексилового эфира МЦПА в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 2,0 мкг/см³, разбавляют гексаном (не более, чем в 50 раз).

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

Концентрацию 2-этилгексилового эфира МЦПА в пробе воздуха (X), мг/м³, рассчитывают по формуле:

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

C – концентрация 2-этилгексилового эфира МЦПА в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;

V_t – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм³:

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

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, дм³/мин;

t – длительность отбора пробы, мин;

R – коэффициент, равный 0,386, для воздуха рабочей зоны.

11.2. Смывы с кожных покровов

Концентрацию 2-этилгексилового эфира МЦПА в пробе смыва X, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W, \text{ где}$$

C – концентрация 2-этилгексилового эфира МЦПА в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³.

Примечание. Идентификация и расчет концентрации вещества в пробах могут быть проведены с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

12. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа $\overline{X}$ в мг/м³ или мкг/смыв (с указанием площади смыва в см²), характеристика погрешности δ, % (±25 %), P = = 0,95 или $\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$ мг/м³ (мкг/смыв, площадь смыва, см²), P = 0,95, где

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/м³ (мкг/смыв);

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м³ (мкг/смыв):

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

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

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 2-этилгексилового эфира МЦПА в пробе воздуха рабочей зоны менее 0,08 мг/м³; смыва – менее 0,5 мкг/смыв»**.

* – 0,08 мг/м³; 0,5 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 5 дм³ воздуха рабочей зоны; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 см²) соответственно.

13. 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».

Таблица

Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/м³, мкг/смыв	Характеристика погрешности, ± δ, %, P = 0,95	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, мг/м³, мкг/смыв	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/м³, мкг/смыв	Предел повторяемости, r, мг/м³, мкг/смыв	Предел воспроизводимости, R, мг/м³, мкг/смыв, (P = 0,95, m = 2)
Воздух рабочей зоны	0,08—0,8	15 %	$0{,}014 \cdot \overline{X}$	$0{,}020 \cdot \overline{X}$	$0{,}04 \cdot \overline{X}$	$0{,}05 \cdot \overline{X}$
Смывы с кожных покровов	0,5—5,0	15 %	$0{,}014 \cdot \overline{X}$	$0{,}020 \cdot \overline{X}$	$0{,}04 \cdot \overline{X}$	$0{,}05 \cdot \overline{X}$

$\overline{X}$ – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/м³, мкг/смыв).

13.1. 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 трех образцов градуировочных растворов, содержание 2-этилгексилового эфира МЦПА в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,2 до 2,0 мкг/см³.

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

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

X — концентрация 2-этилгексилового эфира МЦПА в пробе при контрольном измерении, мкг/см³;

C — известная концентрация градуировочного раствора 2-этилгексилового эфира МЦПА, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см³;

B — норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % (B = 10 % при P = 0,95).

Если величина расхождения (А) 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 других градуировочных растворов 2-этилгексилового эфира МЦПА, предусмотренных МВИ. 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.

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л,\bar{X}} \left(\pm \Delta_{л,\bar{X}'}\right)$ — характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/м³, мкг/смыв,

при этом:

$$\Delta_л = \pm 0{,}84 \cdot \Delta \text{ , где}$$

Δ — граница абсолютной погрешности, мг/м³, мкг/смыв:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_K = \overline{X}' - \overline{X} - C_д, \text{ где}$$

$\overline{X}'$, $\overline{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/м³, мкг/смыв.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le K \qquad (1)$$

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.

13.3. 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 предел воспроизводимости (R):

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

R – предел воспроизводимости (табл.), мг/м³, мкг/смыв.

$R = 0{,}05 \cdot \overline{X}$ (воздух рабочей зоны).

$R = 0{,}05 \cdot \overline{X}$ (смывы с кожи).

$$\bar{X} = {}^1/_2 (X_1 + X_2), \text{ где}$$

X_1, X_2 – результаты измерений в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/м³, мкг/смыв.

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 2-этилгексилового эфира МЦПА в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3090—13

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор А. А. Григорьев

Подписано в печать 14.11.13

Формат 60×88/16 Печ. л. 1,25
Тираж 200 экз. Заказ 76

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 отделом издательского обеспечения Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru