**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воздушной среде и смывах с кожных покровов операторов

**Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2906—11; 4.1.2927—4.1.2930—11; 4.1.2932—11; 4.1.2934—11**

Издание официальное

**Москва • 2011**

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воздушной среде и смывах с кожных покровов операторов

**Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2906—11; 4.1.2927—4.1.2930—11; 4.1.2932—11; 4.1.2934—11**

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций действующих веществ пестицидов в воздушной среде и смывах с кожных покровов операторов: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—92 с.

ISBN 978—5—7508—1017—8

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены имени Ф. Ф. Эрисмана.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 2.06.2011 № 1).

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 11.10.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 5,75

Тираж 200 экз. Заказ 129

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 952-50-89

**© Роспотребнадзор, 2011**
**© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011**

## Содержание

Измерение концентраций биспирибака кислоты в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2906—11 ..... 4

Измерение концентраций этаметсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2927—11 ..... 17

Измерение концентраций триадименола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2928—11 ..... 30

Измерение концентраций 1-метилгептилового эфира флуроксипира в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2929—11 ..... 41

Измерение концентраций кломазона в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2930—11 ..... 55

Измерение концентраций бифентрина в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2932—11 ..... 65

Измерение концентраций пираклостробина в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2934—11 ..... 79

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
12 июля 2011 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентраций бифентрина в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

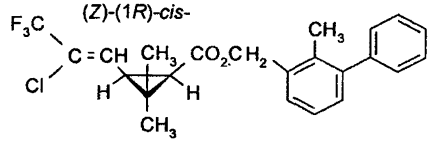
## Методические указания
## МУК 4.1.2932—11

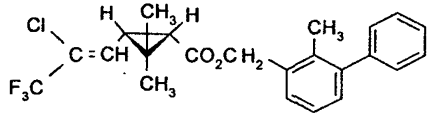
Свидетельство о метрологической аттестации № 0073.28.01.11 от 2.03.2011.

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентраций бифентрина в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе населенных мест и смывах с кожных покровов операторов в диапазонах 0,0075—0,075 мг/м$^3$; 0,00075—0,0075 мг/м$^3$ и 0,05—0,5 мкг/смыв, соответственно.

**Бифентрин**: 2-метилбифенил-3-илметил (Z)-(1RS)-цис-3-(2-хлор-3,3,3-трифторпроп-1-енил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат.

(*Z*)-(1*R*)-*cis*-





(*Z*)-(1*S*)-*cis*-

$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$

М.м. 422,9

Вязкая жидкость от бесцветного до желтого запаха. Температура плавления – 68—70,6 °С. Давление паров 0,024 мПа (25 °С). Растворимость в воде < 1 мг/дм$^3$ при 20 °С. Растворим в большинстве органических растворителях. Слаборастворим в гептане и метаноле.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – 54,5 мг/кг; острая дермальная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ($LC_{50}$) крысы самцы – 5 160 мг/м$^3$; крысы самки – 2 200 мг/м$^3$.

*Область применения*

Бифентрин – инсектицид контактного и системного действия для предпосевной обработки семян рапса ярового и озимого, капусты против почвообитающих вредителей и вредителей всходов культур.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,015 мг/м$^3$.

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,0015 мг/м$^3$.

## 1. Погрешность измерений

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

## 2. Метод измерений

Измерения концентраций бифентрина выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором электронного захвата ионов (ЭЗД).

Концентрирование бифентрина из воздушной среды осуществляют на последовательно соединенные фильтр «синяя лента»+ фильтр из пенополиуретана (ППУ), экстракцию с фильтров проводят ацетоном, смыв с кожных покровов – этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,02 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 94,7 %, с поверхности кожи – 95,4 %.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### *3.1. Средства измерений*

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М»,
снабженный электроннозахватным детектором
с пределом детектирования по линдану

| | |
|---|---|
| $3,5 \times 10^{-14}$, предназначенный для работы с капиллярной колонкой | Номер Госреестра 14516-08 |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104—2001 |
| Меры массы | ГОСТ 7328—2001 |
| Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 $мм^3$ | Номер Госреестра 393206-08 |
| Аспиратор ОП-442ТЦ ЗАО «ОПТЕК» г. Санкт-Петербург | Номер Госреестра 18860-05 |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 25.04-1797—75 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С | ТУ 25-2021.003—88 |
| Колбы мерные вместимостью 100 и 500 $см^3$ | ГОСТ 1770—74 |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ | ГОСТ 29227—91 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Бифентрин, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 97,2 %, СОП № 95-08 (абсолютное значение погрешности ± 0,6 % (НПК «Блок-1») | |
| Азот особой чистоты, из баллона | ГОСТ 9293—74 |
| Ацетон, осч | ГОСТ 2603—79 |
| Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч | ГОСТ 20490—75 |
| Калий углекислый (карбонат калия), хч, прокаленный | ГОСТ 4221—76 |
| Натрий углекислый, хч | ГОСТ 83—79 |
| Спирт этиловый ректификованный | ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87 |

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с | ТУ 64-1-2851—78 |
| Баня водяная | ТУ 4622603—75 |
| Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные | ТУ 2642-001-05015242—07 |
| Бязь хлопчатобумажная белая | |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 9147—80 |
| Воронки конусные диаметром 40—45 мм | ГОСТ 25336—82 |
| Груша резиновая | |

| | |
|---|---|
| Колба Бунзена | ГОСТ 25336—82 |
| Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 $см^3$ | ГОСТ 9737—93 |
| Линейки измерительные металлические. Технические условия | ГОСТ 427—75 |
| Механическая (бытовая) ломтерезка | |
| Пенополиуретан ППУ ПЕНОР 301 Арктика | ТУ 2254-018-329-57768—2002 |
| Насос водоструйный | ГОСТ 25336—82 |
| Пинцет медицинский | ГОСТ 21241—89 |
| Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 $см^3$ | ГОСТ 25336—82 |
| Стекловата | |
| Стеклянные емкости вместимостью 100 $см^3$ с герметичной металлической крышкой | |
| Стеклянные палочки | |
| Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30 | |
| Ротационный вакуумный испаритель | |
| Установка для перегонки растворителей | |
| Фильтродержатель | |
| Хроматографическая колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм | |

Допускается применение другого 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 12.1.019—79, 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 на 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 «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 операторов

К выполнению измерений допускают специалиста, имеющего квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе, освоившего данную методику и подтвердившего экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

## 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 фильтров и салфеток для отбора проб, отбор проб.

### *7.1. Очистка ацетона*

Ацетон перегоняют над небольшим количеством $KMnO_4$ 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 бифентрина для градуировки (концентрация 200 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 0,02 г бифентрина, растворяют в 50—60 см$^3$ ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

*7.2.2. Раствор № 1 бифентрина для градуировки и внесения (концентрация 2,0 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 1,0 см$^3$ исходного раствора бифентрина с концентрацией 200 мкг/см$^3$ (п. 7.2.1), разбавляют ацетоном до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

*7.2.3. Рабочие растворы № 2—5 бифентрина для градуировки и внесения (концентрация 0,02—0,2 мкг/см$^3$).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см$^3$ градуировочного раствора № 1 с концентрацией 2,0 мкг/см$^3$ (п. 7.2.2), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией бифентрина 0,02; 0,04; 0,1 и 0,2 мкг/см$^3$, соответственно.

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

Растворы бифентрина № 1—5 используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

### *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации бифентрина в растворе (мкг/см$^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм$^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пика мВ · с, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Градуировочный график проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более, чем на 11 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

#### *7.3.1. Условия хроматографирования*

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный электронозахватным детектором.

Колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,5 мм, толщина пленки сорбента 0,32 мкм.

Температура детектора: 300 °С;

испарителя: 270 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 180 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 260 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 270 °С. Время анализа 15 мин.

Скорость газа 1 (азот): 41,162 см/с, давление 95 кПа, поток 1,985 $см^3$/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 4,7; сброс 6.0 $см^3$/мин

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$

Ориентировочное время выхода бифентрина: 10,0 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,02—0,2 нг

### *7.4. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха*

Из пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2—2,5 мм, диаметром 48—50 мм, соответствующий внутреннему диаметру фильтродержателя. Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» также должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры из пенополиуретана и бумаги 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 салфеток для проведения смыва*

#### *7.5.1. Приготовление 5 % раствора углекислого натрия*

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 25 г углекислого натрия, растворяют в 50—60 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

#### *7.5.2.Подготовка салфеток*

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 комнат-

ной температуре. До использования салфетки хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

## 8. Отбор и хранение проб воздуха

### *8.1. Воздух рабочей зоны*

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями 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 2 дм$^3$/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных фильтра «синяя лента» и фильтра ППУ, помещенных в фильтродержатель.

Для измерения концентрации бифентрина на уровне ½ ОБУВ (предел обнаружения) для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 8,0 дм$^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С – 14 дней.

### *8.2. Атмосферный воздух*

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02—81 «ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест».

Воздух с объемным расходом 5 дм$^3$/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных фильтра «синяя лента» и фильтра ППУ, помещенных в фильтродержатель.

Для измерения концентрации бифентрина на уровне ½ ОБУВ (предел обнаружения) для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 80,0 дм$^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С – 14 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 емкостью 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 –15 °С – 30 дней.

## 10. Выполнение измерений

### *10.1. Воздушная среда*

Экспонированные фильтры («синяя лента» и фильтр ППУ) переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 20 $см^3$ ацетона, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 15 $см^3$, 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 3 $см^3$ ацетона и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

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

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор 0,2 мкг/$см^3$, разбавляют ацетоном (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 $см^3$ ацетона и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

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

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

## 11. Обработка результатов анализа

### *11.1. Воздушная среда*

Массовую концентрацию бифентрина в пробе воздуха ($X$), мг/м$^3$, рассчитывают по формуле:

$$X = C\frac{W}{V_t}, \text{ где}$$

$C$ – концентрация бифентрина в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см$^3$;

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

$V_t$ – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к условиям в соответствии с ГОСТ 8.395—80 (давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), температура 293 °К (20 °С)) – при исследовании воздуха рабочей зоны или к нормальным условиям (давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), температура 0 °С) при исследованиях атмосферного воздуха, дм$^3$.

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

$T$ – 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 0,386 для воздуха рабочей зоны; 0,357 для атмосферного воздуха.

За результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \text{ где} \qquad (1)$$

$X_1, X_2$ – результаты параллельных определений, мг/м$^3$;

$r$ – значение предела повторяемости (таблица), при этом $r = 2{,}8\ \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

### *11.2. Смывы с кожных покровов*

Массовую концентрацию бифентрина в пробе смыва $X$, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W, \text{ где}$$

$C$ – концентрация бифентрина в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см$^3$;

$W$ – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см$^3$.

**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/м$^3$ или мкг/смыв (с указанием площади смыва в см$^2$), характеристика погрешности $\delta$, % (таблица), $P = 0{,}95$ или

$\overline{X} \pm \Delta$ мг/м$^3$ (мкг/смыв, площадь смыва, см$^2$), $P = 0{,}95$, где

$\Delta$ – абсолютная погрешность.

$$\Delta = \delta \cdot \frac{\overline{X}}{100}, \text{ мг/м}^3 \text{ (мкг/смыв), где}$$

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 бифентрина в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,0075 мг/м$^3$; в пробе атмосферного воздуха менее 0,00075 мг/м$^3$; в пробе смыва – менее 0,05 мкг/смыв»*

** – 0,0075 мг/м$^3$; 0,00075 мг/м$^3$; 0,05 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 8 дм$^3$ воздуха рабочей зоны; 80 дм$^3$ атмосферного воздуха; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 см$^2$), соответственно.*

## 13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Таблица

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

| Анализируемый объект | Диапазон определяемых концентраций, мг/м$^3$, мкг/смыв | Характеристика погрешности, $\pm\delta$, %, $P = 0,95$ | Норматив оперативного контроля точности, $K$, мг/м$^3$, мкг/смыв, ($P = 0,95$, $m = 2$) | Стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$, мг/м$^3$, мкг/смыв | Предел повторяемости, $r$, мг/м$^3$, мкг/смыв | Предел воспроизводимости, $R$, мг/м$^3$, мкг/смыв, ($P = 0,95$, $m = 2$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Воздух рабочей зоны | 0,0075—0,075 мг/м$^3$ | 20 | $0,17 \cdot \overline{X}$ | $0,018 \cdot \overline{X}$ | $0,05 \cdot \overline{X}$ | $0,07 \cdot \overline{X}$ |
| Атмосферный воздух | 0,00075—0,0075 мг/м$^3$ | 20 | $0,17 \cdot \overline{X}$ | $0,018 \cdot \overline{X}$ | $0,05 \cdot \overline{X}$ | $0,07 \cdot \overline{X}$ |
| Смывы с кожных покровов | 0,05—0,5 мкг/смыв | 19 | $0,16 \cdot \overline{X}$ | $0,026 \cdot \overline{X}$ | $0,08 \cdot \overline{X}$ | $0,10 \cdot \overline{X}$ |

$X$ – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе, $\overline{X}$ – среднее значение (мг/м$^3$, мкг/смыв).

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

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

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны и смывов с кожных покровов. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха и смывов с кожи должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике, фиксированная площадь смыва должна быть увеличена в 2 раза. После отбора проб экстракт с фильтра, а также пробу смыва 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 анали-

зируемого компонента (величина добавки $X_д$ 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.).

Решение об удовлетворительности процедуры анализа принимают при выполнении условия:

$$|X' - X - X_д| \le K, \text{ где} \qquad (2)$$

$K = 0{,}84 \cdot 0{,}2 \cdot \overline{X}$ (воздушная среда);

$K = 0{,}84 \cdot 0{,}19 \cdot \overline{X}$ (смывы с кожи);

$X$, $X'$ – результаты измерений исходной рабочей пробы и пробы с добавкой, соответственно (мг/м$^3$, мкг/смыв);

$X_д$ – величина добавки (мг/м$^3$, мкг/смыв);

$K$ – норматив оперативного контроля точности (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/м$^3$, мкг/смыв.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) 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 (разные лаборатории, разное время, разные операторы), не должно превышать предела воспроизводимости ($R$):

$$|X_1 - X_2| \le R, \text{ где} \qquad (3)$$

$R = 0{,}07 \cdot \overline{X}$ (воздушная среда);

$R = 0{,}11 \cdot \overline{X}$ (смывы с кожи);

$\overline{X} = ½ (X_1 + X_2)$, где

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

$R$ – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица ), мг/м$^3$, мкг/смыв.

Если выполняется условие (3), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

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

## 14. Разработчики

Юдина Т. В., Ларькина М. В., Рогачева С. К. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»).

gost.e-ecolog.ru