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
МУК 4.1.2813—10; 4.1.2814—10;
4.1.2846—4.1.2849—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
МУК 4.1.2813—10; 4.1.2814—10;
4.1.2846—4.1.2849—11

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций действующих веществ пестицидов в воздушной среде и смывах с кожных покровов операторов: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—76 с.

ISBN 978—5—7508—1066—6

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 28.12.2010 № 3).

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Редакторы Е. В. Николаева, Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 15.09.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,75

Тираж 200 экз. Заказ 121

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 ципроконазола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2813—10 4

Измерение концентраций паклобутразола в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2814—10 15

Измерение концентраций С-метолахлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2846—11 28

Измерение концентраций флуопирама в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2847—11 39

Измерение концентраций тепралоксидима в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2848—11 52

Измерение концентраций просульфокарба в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2849—11 64

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

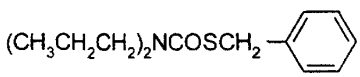
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций просульфокарба в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2849—11

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации просульфокарба в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов в диапазонах 0,1—1,0 мг/м^3; 1,0—10,0 мкг/смыв соответственно.

S-бензил дипропилтиокарбамат (ИЮПАК),



$C_{14}H_{21}NOS$

М.в. 251,4

Бесцветная жидкость (иногда светло-жетлая, с запахом серы). Температура кипения – 338 °С/102,25 кПа. Давление паров $7,9 \times 10^{-7}$ кПа (20 °С); 6,9 мПа (25 °С). Растворимость в воде 13,0 мг/л (20,5 ± 0,5 °С). Растворим в большинстве органических растворителях.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс (самцы, самки) – 3 658 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов (самцы, самки) – > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность $ЛК_{50}$ – 4 ч, крысы > 4,72 мг/л.

Область применения

Просульфокарб является высокоэффективным селективным гербицидом, применяемым для довсходового и раннего послевсходового подавления широкого спектра злаковых и широколистных двудольных сорняков на картофеле.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,5 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 просульфокарба выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД).

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

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,5 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 93,9 %, поверхности кожи – 94,6 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по фосфору в метафосе 5 × 10^{-14} г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	Номер Госреестра 14516-95
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

Просульфокарб, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 97,3 ± 0,5 %, № S04-2850 (фирма «Сингента»)	
Вода для лабораторного анализа (деионизованная, бидистиллированная)	ГОСТ Р 52501—2005
Азот осч, из баллона	ГОСТ 9293—74
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), хч	ГОСТ 22300—76
Кальций хлористый (хлорид кальция), хч, насыщенный водный раствор	ГОСТ 450—77
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Натрий углекислый (карбонат натрия), 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	ТУ 9398-005-0576-9082—2003
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Линейка	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
Ротационный вакуумный испаритель
Установка для перегонки растворителей
Фильтродержатель
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30
Хроматографическая колонка капиллярная VF-5ms, 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 не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 $кгс/см^2$), необходимо соблюдать «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 специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе.

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 этилацетата (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров и салфеток для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка этилацетата

7.1.1. Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5 %. Навеску (25 ± 0,1) г натрия углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в бидистиллированной воде, доводят водой до метки, перемешивают.

7.1.2. Очистка растворителя

Этилацетат промывают последовательно 5 %-м раствором натрия углекислого, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над прокаленным карбонатом калия и перегоняют 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 просульфокарба для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г просульфокарба, растворяют в 50—60 см^3 этилацетата, доводят растворителем до метки, тщательно перемешивают.

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

7.2.2. Раствор № 1 просульфокарба для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного раствора просульфокарба с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.2.1), разбавляют этилацетатом до метки.

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

7.2.3. Рабочие растворы № 2—5 просульфокарба для градуировки и внесения (концентрация 0,5—5,0 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 см^3 исходного раствора просульфокарба для градуировки с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.2.1), доводят до метки этилацетатом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией просульфокарба 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 мкг/см^3 соответственно.

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

Эти растворы просульфокарба 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 просульфокарба 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 5 % 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 термоионным детектором.

VF-5ms, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм.

Температура: детектора – 300 °С
испарителя – 260 °С

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 180 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью

20 градусов в минуту до температуры 260 °С, выдержка 4 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 270 °С. Время анализа 12 мин.

Скорость газа 1 (азот): 26,421 см/с, давление 60,0 кПа, поток 1,106 $см^3$/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 6.

Скорость потока водорода 11,5 $см^3$/мин.

Скорость потока воздуха 200 $см^3$/мин.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Ориентировочное время выхода просульфокарба: 9,7 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,5—5,0 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 этилацетатом 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.

Для оценки квалификации растворителей применительно к задачам подготовки фильтров проводят контроль чистоты по процедуре пробоподготовки и измерения, изложенной в п. 7.1.

7.5. Подготовка салфеток для проведения смыва

7.5.1. Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5 %

Навеску (25 ± 0,1) г натрия углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в деионизованной воде, доводят водой до метки. Перемешивают.

7.5.2. 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 2 дм^3/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных бумажного фильтра «синяя лента» и пенополиуретанового фильтра, помещенных в фильтродержатель.

Для измерения концентрации просульфокарба на уровне предела обнаружения (0,1 мг/м^3) для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 10,0 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 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 –15 °С – 14 дней.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздух рабочей зоны

Экспонированные фильтры («синяя лента» и фильтр ППУ) переносят в химический стакан вместимостью 150 см^3, заливают 10 см^3 этилацета, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями этилацетата объемом 10 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 $см^3$ этилацетата 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 просульфокарба в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор 5,0 $мкг/см^3$, разбавляют этилацетатом (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 $см^3$ этилацетата 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 просульфокарба в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 5,0 $мкг/см^3$, разбавляют этилацетатом (не более чем в 50 раз).

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

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

$$X = C\frac{W}{V_t}, \text{ где}$$

C – концентрация просульфокарба 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 стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм^3.

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

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

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

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

t – длительность отбора пробы, мин;

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

За результат анализа ($\overline{X}$) принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\overline{X} = (X_1 + X_2)/2$), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости (d):

$$|X_1 - X_2| \le d,$$

$$d = d_{отн.} \cdot \overline{X}/100, \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

d – норматив оперативного контроля сходимости, мг/м^3;

$d_{отн}$ – норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 6 %).

11.2. Смывы с кожных покровов

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

$$X = C \cdot W, \text{ где}$$

C – концентрация просульфокарба 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 δ, % (± 25 %), P = 0,95 или

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

Δ – абсолютная погрешность.

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

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 просульфокарба в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,1 мг/м^3; смыва – менее 1,0 мкг/смыв».*

** – 0,1 мг/м^3; 1,0 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 10 дм^3 воздуха рабочей зоны; 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 прецинзионность) 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, ± δ, %, $P = 0,95$	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/м^3, мкг/смыв, ($P = 0,95$, $m = 2$)	Стандартное отклонение повторяемости, σ_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	0,1—1,0 мг/м^3	12%	$0,21 \cdot \overline{X}$	$0,016 \cdot \overline{X}$	$0,05 \cdot \overline{X}$	$0,06 \cdot \overline{X}$
Смывы с кожных покровов	1,0—10,0 мкг/смыв	9%	$0,09 \cdot \overline{X}$	$0,021 \cdot \overline{X}$	$0,06 \cdot \overline{X}$	$0,08 \cdot \overline{X}$

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 анализируемого 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:

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

$$K = 0{,}21 \cdot \bar{X}, \text{ (воздушная среда)},$$

$$K = 0{,}09 \cdot \bar{X} \text{ (смывы с кожи)}$$

$$\bar{X} = ½ (X + X' - X_д), \text{ где}$$

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 двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

$$R = 0{,}06 \cdot \bar{X} \text{ (воздушная среда);}$$

$$R = 0{,}08 \cdot \bar{X} \text{ (смывы с кожи);}$$

$$\bar{X} = \tfrac{1}{2}(X_1 + X_2), \text{ где}$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях (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

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

gost.e-ecolog.ru