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

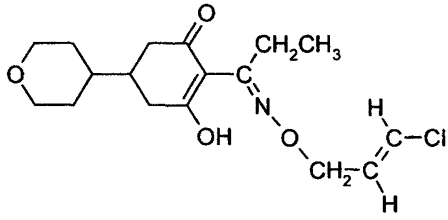
Измерение концентраций тепралоксидима в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2848—11

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе массовой концентрации тепралоксидима в диапазоне: 0,005—0,05 мг/м^3.

Тепралоксидим

(EZ)-(RS)-2-{1-[(2E)-3-хлораллилоксиимино]-пропил}3-гидрокси – 5-(пергидропиран-4-ил)-циклогек-2-ен-1-он (IUPAC)



$C_{17}H_{24}ClNO_4$

Мол. масса 341,8

Белое кристаллическое вещество, без запаха. Температура плавления 74 °С. Давление паров при 25 °С – $2,7 \cdot 10^{-2}$ мПа. Растворимость в

органических растворителях при 20 °С (в мг/дм^3): ацетон – 460; метанол – 270. Растворимость в воде при 20 °С 0,43 г/дм^3. Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log P = 0,20 (pH 7); 2,44 (pH 4); 1,15 (pH 9). Стабильность в водных растворах при 22 °С: 6,6 дней (pH 4); 22,1 дня (pH 5); 33,0 дня (pH 7 и 9). pKa = 4,58 (20 °С).

Агрегатное состояние в атмосферном воздухе – аэрозоль и пары.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность для крыс (LC_{50}) > 5 100 мг/м^3 (4 ч).

Область применения препарата

Тепралоксидим – высокоэффективный системный гербицид класса циклогександион оксима, рекомендуется для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорняками в посевах сахарной свеклы и сои.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) тепралоксидима в атмосферном воздухе – 0,01 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 тепралоксидима выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

Концентрирование тепралоксидима из воздуха осуществляют на пробоотборную систему из последовательно соединенных бумажного фильтра «синяя лента» и фильтра из пенополиуретана (ППУ), экстракцию с фильтров выполняют ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 91,51 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф «Agilent 1200» (США) с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны	Номер в Государственном реестре средств измерений 16193-06
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75

Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 и 2-1 000-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ 7328—2001
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробоотборное устройство ОП 442ТЦ (ЗАО «ОПТЭК», г. Санкт-Петербург)	Номер Госреестра 18860-05
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003—88
Цилиндры мерные 2-го класса точности, вместимостью 25, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Тепралоксидим, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,8 % (CAS № 149979-41-9)	
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода для лабораторного анализа (деионизованная, бидистилированная)	ГОСТ Р 52501—2005
Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Кислота муравьиная, ч.д.а.	ГОСТ 5848—73
Натрий углекислый	ГОСТ 83—79
Спирт этиловый (этанол) ректификованный	ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87
Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), хч	ТУ 6-09-4173—85

Допускается использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией, не требующих выполнения п. 7.1 (очистки растворителей).

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	
Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные	ТУ 2642-001-05015242—07

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 круглодонные на шлифе вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Линейка	ГОСТ 427—75
Мембраны микропористые капроновые ММК	ТУ 9471-002-10471723—2003
Механическая (бытовая) ломтерезка фирмы BOSCH MAS 4600 (Германия)	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82
Ножницы	ГОСТ Р 51268—99
Пенополиуретан ППУ ПЕНОР 301 Арктика	ТУ 2254-018-329-57768—2002
Пинцет медицинский нержавеющий	ГОСТ 21241—89
Стаканы химические с носиком вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтродержатель	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Eclipse XDB C18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 $мм^3$	

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 жидкостный 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 ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе, освоивших данную методику и подтвердивших экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров «синяя лента» и фильтров из ППУ для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка растворителей

7.1.1. 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.

7.1.2. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Приготовление раствора муравьиной кислоты с массовой долей 0,2 % (0,2 %-й раствор). В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ бидистиллированной или деионизованной воды, 2 $см^3$ муравьиной кислоты, перемешивают, доводят до метки бидистиллированной или деионизованной водой и еще раз тщательно перемешивают.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы. В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 600 $см^3$ ацетонитрила и 400 $см^3$ 0,2 %-го раствора муравьиной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 0,8 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. Исходный раствор тепралоксидима для градуировки (концентрация 100 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,0100 г тепралоксидима, растворяют в 50—60 $см^3$ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

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

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.4.2. Раствор № 1 тепралоксидима для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ исходного раствора тепралоксидима с концентрацией 100 мкг/$см^3$ (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор № 1 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».

7.4.3. Рабочие растворы № 2—5 тепралоксидима для градуировки (концентрация 0,1—1,0 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 10 мкг/см^3 (п. 7.4.2), доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией тепралоксидима 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см^3 соответственно.

Рабочие растворы сразу после приготовления помещают в холодильник, где хранятся при температуре 4—6 °С не более 15 дней.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мЕА · с) от концентрации тепралоксидима в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.1. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Градуировочную характеристику проверяют перед проведением измерения по анализу одного из градуировочных растворов. Если значение площади отличается более, чем на 11 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.5.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны.

Хроматографическая колонка стальная, длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Eclipse XDB C18, зернением 5 мкм.

Температура колонки: 25 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил–0,2 %-я муравьиная кислота (60 : 40, по объему).

Скорость потока элюента: 0,8 см^3/мин.

Рабочая длина волны: 260 нм.

Объем вводимой пробы: 20 мм^3.

Ориентировочное время выхода тепралоксидима: 6,50—6,53 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2—20 нг.

7.6. 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 ацетонитрилом 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.

8. Отбор и хранение проб воздуха

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 4—5 $дм^3$/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных бумажного фильтра «синяя лента» и фильтра из пенополиуретана (ППУ), помещенных в фильтродержатель.

Для измерения концентрации тепралоксидима на уровне предела обнаружения (0,005 $мг/м^3$) необходимо отобрать 40 $дм^3$ воздуха, на уровне 0,8 ОБУВ (0,008 $мг/м^3$) – 25 $дм^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С – 14 дней.

9. Выполнение измерений

Экспонированные фильтры (бумажный фильтр «синяя лента» и фильтр из ППУ) переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 20 $см^3$ ацетона, помещают на аппарат для встряхивания (встряхиватель) на 10 мин. Растворитель сливают, фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 20 $см^3$, выдерживая на встряхивателе по 10 мин.

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу вместимостью 150 $см^3$, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила, тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.1.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуи-

ровочного графика определяют концентрацию тепралоксидима в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 1,0 мкг/см^3, разбавляют ацетонитрилом (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Концентрацию тепралоксидима в пробе воздуха (X), мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$X = C\frac{W}{V_t}, \text{ где}$$

C – концентрация тепралоксидима 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 нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °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 0,357 для атмосферного воздуха.

За результат анализа принимают 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 $r = 2{,}8\sigma_r$.

11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа $\overline{X}$ в мг/м^3, характеристика погрешности δ, % (таблица), $P = 0{,}95$ или

$\overline{X} \pm \Delta$ мг/м^3, $P = 0{,}95$, где

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/м^3;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м^3;

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

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

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 тепралоксидима в пробе атмосферного воздуха – менее 0,005 мг/м^3».*

** – 0,005 мг/м^3 – предел обнаружения при отборе 40 дм^3 воздуха.*

12. 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	Характеристика погрешности, $\pm \delta$, %, $P = 0{,}95$	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/м^3 ($P = 0{,}95$, $m = 2$)	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, мг/м^3	Предел повторяемости, r, мг/м^3	Предел воспроизводимости, R, мг/м^3 ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
Атмосферный воздух	0,005—0,05	17	$0{,}21 \cdot \overline{X}$	$0{,}028 \cdot \overline{X}$	$0{,}8^* \overline{X}$	$0{,}10^* \overline{X}$

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

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

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

Образцами для контроля являются реальные пробы воздушной среды. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с фильтров 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:

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

$$K = 0{,}21 \cdot \bar{X},$$

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

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

$X_д$ – величина добавки (мг/м^3);

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

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

$$R = 0{,}10 \cdot \bar{X};$$

$$\bar{X} = ½ (X_1 + X_2), \text{ где}$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях (мг/м^3);

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

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.

13. Разработчики

Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»).

gost.e-ecolog.ru