

Утверждаю
Руководитель Федеральной
службы по надзору в сфере
защиты прав потребителей
и благополучия человека,
Главный государственный
санитарный врач
Российской Федерации
Г.Г.ОНИЩЕНКО
17 ноября 2010 года

Дата введения:
17 декабря 2010 года

МУК 4.1.2762-10. 4.1. Методы контроля. Химические факторы. Измерение концентраций метрафенона в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания

1. Методические указания разработаны ФГУН "Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора".
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 14.10.2010 N 2).
3. Введены впервые.

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов массовой концентрации метрафенона в диапазонах: 0,1 - 1,0 мг/куб. м и 0,2 - 2,0 мкг/смыв, соответственно.

Метрафенон.

(3-бром-6-метокси-2-метилфенил)(2,3,4-триметокси-6-метилфенил)метанон (IUPAC)

Структурная формула (не приводится).

C H Br O .
19 21 5

Мол. масса 409,3.

Кристаллическое вещество белесого цвета с алифатическим запахом. Температура плавления 99,2 - 100,8 °С. Плотность 1,45 г/куб. см. Давление паров 0,153 мПа (20 °С), 0,256 мПа (40 °С). Растворимость в органических растворителях при 20 °С (в г/куб. дм): ацетон - 403; ацетонитрил - 165; дихлорметан - 1950; н-гексан - 4,8; метанол - 26,1; толуол - 363; этилацетат - 261. Растворимость в воде при 20 °С (в мг/куб. дм): 0,474 (дистиллированная вода); 0,552 (рН 5); 0,492 (рН 7); 0,457 (рН 9). Коэффициент распределения н-октанол/вода $K_{ow} \log P = 4,3$ (25 °С, рН 4).

Стабилен в водной среде (50 °С) при рН 4, 7, 9 в течение 5 дней.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны - аэрозоль и пары.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD₅₀) для крыс > 5000 мг/кг; острая

дермальная токсичность (LD₅₀) для крыс > 5000 мг/кг; острая ингаляционная

токсичность (LD₅₀) для крыс > 5000 мг/куб. дм (4 ч).

Область применения

Метрафенон - фунгицид класса бензофенонов, рекомендуемый для обработки зерновых колосовых культур в период вегетации, заблаговременно, до появления первых признаков болезней.

Рекомендуемый ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны - 1,3 мг/куб. м.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций метрафенона выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

Концентрирование метрафенона из воздуха осуществляют на пробоотборную систему из последовательно соединенных бумажного фильтра "синяя лента" и фильтра из пенополиуретана (ППУ), экстракцию с фильтров выполняют ацетоном. Смыв с кожных покровов проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров - 82,84%, с поверхности кожи - 83,57%.

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 2-1000-2	ГОСТ 1770-74
Меры массы	ГОСТ 7328-2001
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 куб. см	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 1000 куб. см	ГОСТ 1770-74.

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Метрафенон, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,7% (CAS N 2200899-03-6)

Ацетон, осч	ГОСТ 2603-79
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326-76
Вода бидистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6709-72
Калий марганцовокислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490-75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221-76
Кислота ортофосфорная, хч, 85%	ГОСТ 6552-80
Натрий углекислый	ГОСТ 83-79
Спирт этиловый (этанол) ректифицированный	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 АБУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня водяная	
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 круглодонные на шлифе вместимостью 150 куб. см	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 2254-018-329-57768-20
Пинцет медицинский нержавеющей	ГОСТ 21241-89
Стаканы химические с носиком вместимостью 150 куб. см	ГОСТ 25336-82
Стекловата	
Стеклянные емкости вместимостью 100 куб. см с герметичной металлической крышкой	
Стеклянные палочки	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Bichi, 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 куб. мм.	

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 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. 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 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", фильтров из ППУ и салфеток 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 куб. дм ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 куб. дм ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Приготовление 0,2%-ного раствора ортофосфорной кислоты. В мерную колбу вместимостью 1000 куб. см помещают 500 куб. см бидистиллированной или деионизованной воды, 2 куб. см ортофосфорной кислоты, перемешивают доводят до метки бидистиллированной или деионизованной водой и еще раз тщательно перемешивают.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы. В мерную колбу вместимостью 1000 куб. см помещают 700 куб. см ацетонитрила и 300 куб. см 0,2%-ной ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 1,0 куб. см/мин. до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

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

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

Растворы N 1 - 5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.4.2. Раствор N 1 метрафенона для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/куб. см). В мерную колбу вместимостью 100 куб. см помещают 10 куб. см исходного раствора метрафенона с концентрацией 100 мкг/куб. см (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор N 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 N 2 - 5 метрафенона для градуировки (концентрация 0,1 - 1,0 мкг/куб. см). В 4 мерные колбы вместимостью 100 куб. см помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10 куб. см градуировочного раствора N 1 с концентрацией 10 мкг/куб. см (п. 7.4.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы N 2 - 5 с концентрацией метрафенона 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/куб. см, 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 х с) от концентрации метрафенона в растворе (мкг/куб. см), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки N 2 - 5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 куб. мм каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.1. Осуществляют не менее 3-х 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%-ная ортофосфорная кислота (70:30, по объему)

Скорость потока элюента: 1,0 куб. см/мин.

Рабочая длина волны: 230 нм

Объем вводимой пробы: 20 куб. мм

Ориентировочное время выхода метрафенона: 7,73 - 7,97 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 куб. см, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

7.7. Подготовка салфеток для проведения смыва

7.7.1. Приготовление раствора натрия углекислого с массовой долей 5%

Навеску (25 +/- 0,1) г натрия углекислого помещают в мерную колбу вместимостью 500 куб. см, растворяют в деионизированной воде, доводят водой до метки, перемешивают.

7.7.2. Подготовка салфеток для проведения смыва

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 x 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5%-ным 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 Руководства Р 2.2.2006-05 (прилож. 9, обязательное) "Общие методические

требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны", пункт 2 "Контроль соответствия максимальным ПДК".

Воздух с объемным расходом 2 - 4 куб. дм/мин. аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных бумажного фильтра "синяя лента" и фильтра из пенополиуретана (ППУ), помещенных в фильтрдержатель.

Для измерения концентрации метрафенона на уровне предела обнаружения (0,1 мг/куб. м) необходимо отобрать 5 куб. дм воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4 - 5 °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, грудь, предплечье, голень, кисти рук, включая межпальцевые промежутки).

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

Смыв выполняют способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 куб. см 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

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

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу вместимостью 150 куб. см, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 5 куб. см подвижной фазы (подготовленной по п. 7.2), тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.1.

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 куб. см, предварительно ополаскивая растворителем емкость, в которой находилась проба.

Объединенный раствор упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 куб. см подвижной фазы (подготовленной по п. 7.2) 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 градуировочного графика определяют концентрацию метрафенона в хроматографируемом растворе.

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

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

Концентрацию метрафенона в пробе воздуха (X), мг/куб. м, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times W / V_t,$$

где:

C - концентрация метрафенона в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/куб. см;

W - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, куб. см;

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

$$V_t = R \times P \times u \times t / (273 + T),$$

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, куб. дм/мин.;

t - длительность отбора пробы, мин.;

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

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

$$\frac{2 \times |X_1 - X_2| \times 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (1)$$

где:

X₁, X₂ - результаты параллельных определений, мг/куб. м;

1 2

r - значение предела повторяемости (табл.), при этом r = 2,8 сигма .

r

11.2. Смывы с кожных покровов

Концентрацию метрафенона в пробе смыва X , мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times W,$$

где:

C - концентрация метрафенона в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/куб. см;

W - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, куб. см.

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 \bar{X} в мг/куб. м или мкг/смыв (с указанием площади смыва в кв. см), характеристика погрешности дельта, % (табл.), $P = 0,95$ или

$\bar{X} \pm \text{ДЕЛЬТА}$) мг/куб. м (мкг/смыв, площадь смыва, кв. см), $P = 0,95$,

где:

\bar{X} - среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/куб. м (мкг/смыв);

ДЕЛЬТА - граница абсолютной погрешности, мг/куб. м (мкг/смыв);

$$\text{ДЕЛЬТА} = \frac{\text{дельта} \times \bar{X}}{100},$$

где дельта - 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 метрафенона в пробе воздуха рабочей зоны - менее 0,1 мг/куб. м; в пробе смыва - менее 0,2 мкг/смыв" <*>

<*> 0,1 мг/куб. м; 0,2 мкг/смыв - пределы обнаружения при отборе 5 куб. дм воздуха рабочей зоны; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 кв. см), 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/куб. м, мкг/смыв	Характеристика погрешности, +/- дельта, %, R = 0,95	Нормативного контроля точности, мг/куб. м, мкг/смыв (R = 0,95, m = 2)	Стандартное отклонение повторности, сигма, мг/куб. м, мкг/смыв	Предел повторяемости, r, мг/куб. м, мкг/смыв	Предел воспроизводимости, R, мг/куб. м, мкг/смыв (R = 0,95, m = 2)
Воздух рабочей зоны	0,1 - 10 мг/куб. м	22	0,21 x \bar{X}	0,039 x \bar{X}	0,11 x \bar{X}	0,13 x \bar{X}
Смывы с кожных покровов	0,2 - 2,0 мкг/смыв	21	0,21 x \bar{X}	0,049 x \bar{X}	0,14 x \bar{X}	0,17 x \bar{X}

X - массовая концентрация анализируемого компонента в пробе, \bar{X} - среднее значение (мг/куб. м, 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 воздушной среды 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 должна соответствовать 50 -

д

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:

$$|X' - X - \frac{X}{d}| \leq K, \quad (2)$$

где:

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

$$K = 0,21 \times \bar{X} \text{ (смывы с кожи),}$$

$$X = 1/2 (X + X' - \frac{X}{d}),$$

X, X' - результаты измерений исходной рабочей пробы и пробы с добавкой, соответственно (мг/куб. м, мкг/смыв);

X - величина добавки (мг/куб. м, мкг/смыв);

d

K - норматив оперативного контроля точности (в соответствии с диапазоном концентраций, табл.), мг/куб. м, 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):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (3)$$

где:

$$R = 0,13 \times \bar{X} \text{ (воздушная среда);}$$

$$R = 0,17 \times \bar{X} \text{ (смывы с кожи),}$$

$$\bar{X} = 1/2 (X_1 + X_2),$$

где:

X_1, X_2 - результаты измерений в двух разных лабораториях (мг/куб. м, мкг/смыв);

R - предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл.), мг/куб. м, 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

ФГУН "Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора".