

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций вредных веществ
в воздухе рабочей зоны**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07**

Выпуск 49

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16

Тираж 500 экз.

Печ. л. 14,0
Заказ

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
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Введение..... | 5 |
| Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07..... | 6 |
| Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07..... | 30 |
| Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07..... | 43 |
| Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафтalenил]-4-гидрокси-N-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07..... | 53 |
| Измерение массовых концентраций N-[[гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-ил]амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07..... | 63 |
| Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1H-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07..... | 74 |
| Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07..... | 84 |
| Измерение массовых концентраций (±)-дис-1-Ацетил-4-[4-[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1H-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07..... | 97 |
| Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07..... | 112 |
| Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07..... | 130 |
| Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07..... | 146 |

МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глокопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 | 156 |
| Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомойл)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 | 166 |
| Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 | 179 |
| Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметиламиноэтаноламина), 1,4-дизабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноломина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 | 190 |
| Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноломина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 | 205 |
| Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 | 215 |

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

17 августа 2007 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ
**Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-
бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина
(ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны
спектрофотометрическим методом**

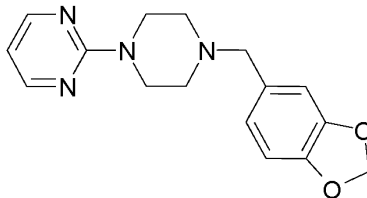
**Методические указания
МУК. 4.1.2245—07**

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем пирибедила спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций 0,1—1,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C₁₆H₁₈N₄O₂

2.3. Молекулярная масса 298,35

2.4. Регистрационный номер CAS 3605-01-4

2.5. Физико-химические свойства

Пирибедил—мелкокристаллический порошок от белого до светло-бежевого цвета, без запаха, с температурой плавления 97—99 °С, негигроскопичен. Практически нерастворим в воде, легко растворим в хлороформе, растворим в соляной кислоте, мало растворим в этиловом спирте 95 % (1 г пирибедила растворим в 250 см³ этилового спирта).

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Пирибедил относится к противопаркинсоническим средствам. Пирибедил умеренно опасен при введении внутрь, оказывает слабое раздражающее действие на кожу, не раздражает слизистые оболочки глаза, не выявлена способность к кумуляции и резорбции через кожу.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) пирибедила в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций пирибедила с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики

| Диапазон измерений масс. конц. пирибедила в воздухе, мг/м ³ | Границы расширенной неопределенности (точности), $\pm U$, мг/м ³ | Повторяемость, σ_r , мг/м ³ | Воспроизводимость, σ_R , мг/м ³ | Границы систематической погрешности (правильности), $\pm \delta$, мг/м ³ | Суммарная стандартная неопределенность пробоотбора, $\pm u$, % |
|-------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| От 0,1 до 1,0 | 0,15 С | 0,043 С | 0,11 С | 0,13 С | 5,5 |
| С – результат измерения массовой концентрации пирибедила, мг/м ³ . | | | | | |

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций пирибедила выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на способности растворов пирибедила в этиловом спирте поглощать УФ-излучение.

Измерение проводят при длине волны 244 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10. Нижний предел измерения содержания пирибедила в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации пирибедила в воздухе – 0,1 мг/м³ (при отборе 100 дм³ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток, содержащих пирибедил. Определению не мешают карбоксиметилцеллюлозы натриевая соль, магния стеарат, поливинилпирролидон, аэросил, титана диоксид, натрия гидрокарбонат, тальк.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

| | |
|---------------------------------------------------------|-----------------|
| Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zeiss. | |
| Весы лабораторные ВЛА-200 | ГОСТ 24104—2001 |
| Аспирационное устройство, ПУ-4Э ЗАО «ХИМКО», № 14531—03 | |
| в Государственном реестре средств измерений | |
| Фильтродержатели | ТУ 95.72.05—77 |
| Фильтры АФА-ВП-10 | ТУ 52-01-367—80 |
| Колбы мерные 2-100-2 | ГОСТ 1770—74 |
| Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 | ГОСТ 29227—91 |
| Пробирки мерные с шлифованными пробками П-2-10-01 ХС | ГОСТ 1770—74 |
| Бюксы стеклянные СВ 19/19, СВ 24/10 | ГОСТ 25336—82 |
| Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» | ТУ 6-09-1678—77 |
| Палочки стеклянные | ГОСТ 25336—82 |
| Ворон Воронки химические В-30-50 ХС | ГОСТ 25336—82 |
| Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм. | |
| Секундомер | ГОСТ 5072—79 |
| Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |

5.2. Реактивы

5.2.1. Пирибедил с содержанием основного вещества не менее 98,5 % в пересчете на сухое вещество, Extra Pharmacopoeia, 30-е изд., стр. 595.

5.2.2 Этиловый спирт 96%, ректификат, ГОСТ 5963—67.

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией не хуже приведенных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и необходимо иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой спектрофотометрического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовку проб к анализу проводят в стандартных условиях при температуре воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор пирибедила с массовой концентрацией 500 мкг/см^3 готовят растворением $0,0500 \text{ г}$ пирибедила в этиловом спирте 96% в мерной колбе, вместимостью 100 см^3 . Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор пирибедила № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят разбавлением 20 см^3 основного стандартного раствора пирибедила этиловым спиртом 96 % в мерной колбе, вместимостью 100 см^3 . Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.3. Рабочий стандартный раствор пирибедила № 2 с массовой концентрацией 20 мкг/см^3 готовят разбавлением 20 см^3 рабочего стандартного раствора пирибедила № 1 этиловым спиртом 96 % в мерной колбе, вместимостью 100 см^3 . Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике

9.2. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы пирибедила, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении пирибедила

| Номер градуировочного раствора | Объем рабочего стандартного раствора пирибедила № 1 с массовой концентрацией $100 \text{ мкг/см}^3, \text{ см}^3$ | Объем рабочего стандартного раствора пирибедила № 2 с массовой концентрацией $20 \text{ мкг/см}^3, \text{ см}^3$ | Объем этилового спирта 96 %, см^3 | Содержание пирибедила в градуировочном растворе, мкг |
|--------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|
| 1 | 0,0 | 0,0 | 10,0 | 0,0 |
| 2 | 0,0 | 0,5 | 9,5 | 10,0 |
| 3 | 0,0 | 1,0 | 9,0 | 20,0 |
| 4 | 0,0 | 1,5 | 8,5 | 30,0 |
| 5 | 0,5 | 0,0 | 9,5 | 50,0 |
| 6 | 0,7 | 0,0 | 9,3 | 70,0 |
| 7 | 1,0 | 0,0 | 9,0 | 100,0 |

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 20 минут измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 244 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (таблица 2, раствор 1). Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им содержания пирибедила в мкг.

Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в квартал или в случае использования новой партии реактивов, оборудования и после ремонта или поверки прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006-05 (приложение 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 объёмным расходом 10,0 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ОБУВ пирибедила следует отобрать 100 дм³ воздуха. Пробы можно хранить в бюксах с пришлифованными крышками в течение трех дней в холодильнике.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бюкс, вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ этилового спирта 96 % и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно обрабатывают 5 см³ того же растворителя, снова тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в мерную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см³, далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. Степень десорбции вещества с фильтра 97 %.

Оптическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 244 нм по отношению к раствору сравнения, используя фильтр

АФА-ВП-10. Раствор сравнения необходимо предварительно профильтровать через фильтр «белая лента».

Количественное определение содержания пирибедила проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в этиловом спирте вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток, содержащих пирибедил.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию пирибедила (C , мг/м³) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V_{20} \cdot K}, \text{ где}$$

a – количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочной характеристике, мкг;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм³) и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1).

K – степень десорбции вещества с фильтра, $K = 0,97$.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$C \pm U, \text{ мг/м}^3, (P=0,95), \text{ где:}$$

C – значение результатов измерения массовой концентрации пирибедила, мг/м³;

$\pm U$ – границы расширенной неопределенности (точности) результата измерения по табл. 1, мг/м³.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерения, то результат следует указать: «массовая концентрация пирибедила менее 0,1 мг/м³ (более 1,0 мг/м³).

13. Контроль результатов измерений

13.1. Контроль правильности

При проведении контроля правильности следует использовать концентрации стандартных растворов, которые входят в серию растворов, используемых при построении градуировочной характеристики.

Образцом для контроля правильности является фильтр АФА-ВП-10, на который наносят 0,1—0,5 см³ стандартного раствора пирибедила № 1 в этиловом спирте 96 %. Принятое опорное значение содержания пирибедила в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления (m_{RM} , мкг) составляет 10—50 мкг.

Проводят анализ образца в соответствии с разделом 10 данной методики. Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \leq m_k \leq UCL, \text{ где:}$$

m_k – значение результата контрольного измерения, мкг;

$LCL(UCL)$ – нижний (верхний) предел контроля правильности по табл. 3.

При отрицательном результате контроля правильности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

13.2. Контроль повторяемости

Контроль повторяемости проводят при каждом измерении.

Образцом для контроля повторяемости служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости (измерение идентичных образцов выполняет один и тот же оператор на одном экземпляре прибора практически в одно и то же время и т. д.)

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|m_1 - m_2| \leq CL_r, \text{ где:}$$

$m_{1,2}$ – значение результатов измерений содержания пирибедила на фильтрах, полученные в условиях повторяемости, мкг;

CL_r – предел контроля повторяемости, приведенный в табл. 3, мкг в виде зависимости от среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, мкг.

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми.

За результат измерения (m_{cp} , мкг) принимают значение среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают еще один результат измерений.

Если при этом расхождение $|m_{max} - m_{min}|$ из результатов трех измерений равно или меньше предела повторяемости для трех измерений ($P = 0,95$), рассчитанного по формуле:

$$CL_r(3) = 3,3 \cdot \sigma_r, \text{ где:}$$

σ_r – значение характеристики повторяемости, приведенное в табл. 1, выраженное в абсолютных единицах, то в качестве результата фиксируется среднее арифметическое значение результатов трех измерений.

При превышении предела повторяемости для трех измерений в качестве результата измерения фиксируется медиана трех измерений, т. е. выбирается второе по значению измерение в ряду расположенных по возрастанию значений.

13.3. Контроль промежуточной прецизионности

Образцом для контроля прецизионности служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра.

Выполняют два измерения в условиях промежуточной прецизионности с участием одной лаборатории. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа (время между измерениями, оборудование и его калибровка, партии реактивы, оператор и др.) при соблюдении вышеуказанных условий.

Результат контроля воспроизводимости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|m_1 - m_2| \leq CL_R, \text{ где:}$$

m_1, m_2 – среднеарифметическое значение результатов параллельных определений содержания пирибедила в пробе, полученное в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности, мкг;

CL_R – предел контроля воспроизводимости, приведенный в табл. 3, мкг.

При отрицательном результате контроля прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

**Значения нормативов внутрилабораторного контроля
результатов измерений**

| Диапазон измерений содержания пирибедила в образце для контроля, мкг | Предел контроля повторяемости, CL_{P_2} , мкг ($n = 2$, $P = 0,95$) | Предел контроля воспроизводимости, CL_{R_2} , мкг ($n = 2$, $P = 0,95$) | Пределы контроля правильности для диапазона 10—50 мкг в контрольном образце ($P = 0,90$) | |
|----------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| | | | нижний LCL , мкг | верхний UCL , мкг |
| от 10 до 100 | 0,12 \bar{m} | 0,31 \bar{m} | $m_{RM}-0,13 m_{RM}$ | $m_{RM}+0,13 m_{RM}$ |

\bar{m} - значение среднего арифметического результатов двух единичных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

\bar{m} - значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, мкг;

m_{RM} - принятое опорное значение содержания пирибедила в образце для контроля, мкг.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч 30 мин.

Методические указания разработаны ОАО «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» («ВНЦ БАВ»): М.И. Голубева, Л.И. Крымова, А.П. Крымов.