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

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. 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 И37

- 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. Муравьёва, 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 60х88/16

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-нафталенил]-4-гидрокси-Н-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-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе	
рабочей зоны спектрофотометрическим методом:	74
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
	04
Измерение массовых концентраций (±)-щис-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
	,91
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии:	
МУК 4.1.2251—07	112
	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-	150
измерение массовых концентрации ( <i>±</i> )-и-метил-тамма-[4- (трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида	
(трифторметил) фенокси ј оензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим	
методом: МУК 4.1.2253—07	146
Market product and the little war to the control of	

# МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (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-ксилилкарбомоил)-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-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2] октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07	190
Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) 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. Онишенко

17 августа 2007 г.

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ)

# Методические указания МУК 4.1.2246—07

# 1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем дифенакума методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,001—0,04 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула

2.2. Эмпирическая формула  $C_{31}H_{24}O_3$ 

- 2.3. Молекулярная масса 444,55
- 2.4. Регистрационный номер CAS 56073-07-5
- 2.5. Физико-химические свойства

Дифенакум – порошок белого цвета, без запаха, без вкуса, температура плавления (228—232) °С, нерастворим в воде, умеренно растворим в этаноле, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе, стабилен на свету.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Дифенакум является антикоагулянтом.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) дифенакума в воздухе рабочей зоны  $0.005~{\rm Mr/m}^3$ 

# 3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность и ее составляющие результатов измерений не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1 Диапазон измерений, значение показателей точности, повторяемости, воспроизводимости и показатель точности

Диапазон измерений массовой концентрации дифенакума в воздухе рабочей зоны, мг/ м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$ , %, при $P = 0.95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{\rm r}$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Предел повторя- емости, г, %, P = 0,95, n = 2
От 0,001 до 0,005 вкл.	40	13	15	36
От 0,005 до 0,0 1 вкл.	25	8	10	22
От 0,0 1 до 0,04 вкл.	15	5	5	14

# 4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации дифенакума выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием при длине волны 260 нм

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания дифенакума в анализируемом объеме раствора пробы – 0,004 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации дифенакума в воздухе 0,001 мг/м3 /при отборе 200 дм<sup>3</sup> воздуха/

Метод специфичен в условиях приготовления препаративных форм на основе дифенакума. Измерению не мешают сопутствующие вещества: растительные масла, крахмал, триэтиленгликоль, пищевые основы.

# 5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы.

#### ы

5.1. Средства измерений, вспомогательные уст	тройства, материаль
Хроматограф жидкостной фирмы Хьюлетт-	
Паккард, модель НР-1050 с градиентной систе-	
мой элюирования, автосэмплером и УФ-	
детектором 190—1050 нм типа «диодная матри-	
ца» и вакуумной дегозацией.	
Колонка аналитическая Separon NH <sub>2</sub> , 7 мкм,	
150 x 3 мм, фирмы Tessek (Чехия)	
Аспирационное устройство, модель 822	ТУ 64-1-862—82
Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные, 2-25-2	ΓΟCT 1770—74
Колбы мерные, 2-100-2	ΓΟCT 1770—74
Пипетки, 1-1-2-1	ГОСТ 29227—91
Пипетки, 1-1-2-2	ГОСТ 29227—91
Пипетки, 1-1-2-5	ГОСТ 29227—91
Пипетки, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические с притертыми	
пробками, П-4-1-10/19	ГОСТ 25336—82
Фильтродержатель, снабженный металлической	
сеткой	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ВП-20	ТУ 95-1892—89
Ротационный испаритель ИР-1М	
с набором колб	ТУ 25-11-917—76
Стаканчик СВ19/9(бюкс)	ГОСТ 25336—82
Термометр ТЛ-31-А, предел измерения	
0—100 °C	ΓΟCT 28498—90
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82

#### 5.2. Реактивы, растворы

Дифенакум с содержанием основного вещества не менее 99%, сертификационный № L13653, производство фирмы «Colland» Италия.

 Ацетонитрил о.с.ч для ВЭЖХ
 ТУ 6-09-14-2167—84

 Вода бидистиллированная
 ГОСТ 7602—72

Уксусная кислота ледяная, х.ч.,

0,5 %(об.) раствор ГОСТ 61—75

Этиловый спирт, ректификат, (этанол), 96 %-ный ГОСТ 8314—77

Состав элюента:

А – ацетонитрил о.с.ч. для ВЭЖХ

B - 0.5 %(об.) раствор уксусной кислоты

A : B = 85 : 15

Допускается применение других средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе.

#### 6. Требования безопасности

- 6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88
- 6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования 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 жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

# 7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или специальным химическим образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности анализа.

#### 8. Условия выполнения измерений

- 8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха ( $20 \pm 5$ ) °C, атмосферном давлении (84—106) кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.
- 8.2. Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

### 9. Подготовка к выполнению измерений

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

#### 9.1. Приготовление растворов.

- 9.1.1. Исходный стандартный раствор № 1 с концентрацией дифенакума 1 мг/см³ готовят растворением 25 мг дифенакума в мерной колбе вместимостью 25 см³ в горячем этаноле (t = 50 °C для лучшего растворения вещества). Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.
- 9.1.2. Рабочий стандартный раствор № 2 с концентрацией дифенакума  $10~{\rm Mkr/cm^3}$  готовят соответствующим разведением исходного стандартного раствора № 1 этанолом.

Для этого берут  $0.25 \text{ см}^3$  исходного стандартного раствора  $N_2$  1, помещают в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$  и доводят до метки этанолом. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

- 9.1.3.~0.5~% (об.) раствор уксусной кислоты готовят следующим образом:  $0.5~{\rm cm}^3$  ледяной уксусной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью  $100~{\rm cm}^3$  и доводят до метки бидистиллированной водой.
  - 9.1.4. Приготовление элюента:

В мерной колбе вместимостью  $100~{\rm cm}^3$  смешивают  $85~{\rm cm}^3$  ацетонитрила и  $15~{\rm cm}^3~0,5\%$  (об.)раствора уксусной кислоты. Срок хранения в течение месяпа.

#### 9.2. Подготовка прибора

Подготовку жидкостного хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

#### 9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (приборные единицы) от содержания дифенакума в градуировочном объеме раствора устанавливают по методу абсолютной калибровки по шести сериям растворов. Каждую серию, состоящую из шести градуировочных растворов, и холостой пробы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Для этого в соответствии с таблицей № 2 в каждую колбу вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора дифенакума № 2 с концентрацией  $10~\rm mkr/cm^3$  и доводят объем раствора до метки этанолом.

Градуировочные растворы устойчивы в течение трех суток.

Таблица 2 Растворы для установления градуировочной характеристики при определении дифенакума

№ брас- твора	Объем рабочего стандартного раствора дифе- накума № 2 с мас- совой конц. 10 мкг\см³, см³	Объем этанола, см <sup>3</sup>	Концентрация дифенакума в градуировочном растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Содержание дифенакума в гра- дуировочном растворе, мкг
1	0	25,0	0	0
2	0,5	24,5	0,2	0,004
3	1,0	24,0	0,4	0,008
4	2,0	23,0	0,8	0,016
5	4,0	21,0	1,6	0,032
6	8,0	17,0	3,2	0,064
7	20,0	5,0	6,4	0,16

Инжектируют в хроматограф по  $0.02~{\rm cm}^3$  каждого из градуировочных растворов.

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости площади пика (приборные единицы) от содержания дифенакума в хроматографируемом объеме (мкг).

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб.

Состав элюента: ацетонитрил ос.ч. для ВЭЖХ: 0,5 %(об.) раствор уксусной кислоты = 85:15

Температура термостата колонки 20 °C Скорость подачи элюента 0,7 см<sup>3</sup>/мин

Длина волны детектора 260 нм

Объем вводимой пробы  $0.02 \text{ см}^3$ 

Время удерживания дифенакума 5 мин 54с.

Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в три месяца или в случае использования новой партии реактивов, а также при изменении других условий проведения анализа.

9.3.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Образцами для контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы. Выбирают образцы в начале, в середине и в конце диапазона измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (1)

$$\frac{\left|D_{u_{3M}} - D_{zp}\right|}{D_{zp}} \le K_{zp}, \text{ где}$$
 (1)

Dизм, Dгр – значение оптической плотности образца для контроля измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$$\mathit{Kep}$$
 – норматив контроля,  $\mathit{K}_{\mathit{ep}} = 0.5 \cdot \delta$  , где

 $\pm \delta$  – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировки прибор градуируют заново

#### 9.4. Отбор пробы 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 (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  $20\,\,\mathrm{дm}^3$ /мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в фильтродержатель, снабженный металлической сеткой

Для измерения 1/2 ОБУВ дифенакума необходимо отобрать 80 дм<sup>3</sup> воздуха. Отобранные пробы могут храниться в бюксах в холодильнике в течение нелели.

### 10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр помещают в бюкс и экстрагируют  $5.0 \, \mathrm{cm}^3$  горячего этанола ( $t=50 \, ^{\circ}\mathrm{C}$ ), помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 5-7 мин, затем фильтр тщательно отжимают и повторно экстрагируют  $5.0 \, \mathrm{cm}^3$  горячего этанола. Затем фильтр отжимают и удаляют. Экстракты объединяют и переносят в круглодонную колбу со шлифом. Колбу присоединяют к ротационному испарителю и под вакуумом упаривают растворитель досуха при температуре  $40-45 \, ^{\circ}\mathrm{C}$ . Сухой остаток растворяют в  $1.0 \, \mathrm{cm}^3$  горячего этанола ( $t=50 \, ^{\circ}\mathrm{C}$ ). Степень десорбции дифенакума с фильтра  $97 \, ^{\circ}\mathrm{M}$ . Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Количественное определение содержания дифенакума (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

### 11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию дифенакума в воздухе C, (мг/м $^3$ ) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{\sigma \cdot V_{20}}$$
, где (1)

a — содержание дифенакума в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

 $\delta$  – хроматографируемый объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

 $V_{20}$  – объем воздуха, отобранный для анализа (дм $^3$ ) и приведенный к стандартным условиям (см. прилож. 1).

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняются условия приемлемости.

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где } (2)$$

 $C_{I}$ ,  $C_{2}$  — результаты параллельных определений концентраций дифенакума. мг / м $^{3}$ :

r — значение предела повторяемости (табл. 1), %.

11.3. Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot \left| C_{\text{max}} - C_{\text{min}} \right| \cdot 100}{\left( C_1 + C_2 + C_3 + C_4 \right)} \le CR_{0.95}(n), \text{ где}$$
 (3)

 $C_{max}$   $C_{min}$  — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений, мг / м<sup>3</sup>;

 $CR_{0,95}(n)$  — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n — результатов определений.

$$CR_{0.95} = f(n) \cdot \sigma_r \tag{4}$$

f – коэффициент критического диапазона

 $\sigma_r$  – показатель повторяемости (таблица 1)

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3.6 \cdot \sigma_r, \tag{5}$$

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

# 12. Оформление результатов анализа

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{C} \pm 0.01 \cdot \delta \cdot \overline{C}$$
, где

 $\overline{C}$  — среднее арифметическое значение результатов п определений, признанных приемлемыми (п.п. 11,2—11,3), мг / м<sup>3</sup>.

 $\delta$  – границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую за-

пись в журнале: «содержание дифенакума менее  $0,001~{\rm Mr/m}^3$  (более  $0,04~{\rm Mr/m}^3$ )».

# 13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по п.6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и показателя правильности по п.6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

## 14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч 30 мин. Методические указания разработаны: ГУ НИИ медицины труда РАМН. Грицун Е. Н.