

**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-нафталенил]-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  
N-[[[гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-  
ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида  
(ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны  
методом высокоэффективной жидкостной  
хроматографии (ВЭЖХ)**

**Методические указания  
МУК 4.1.2247—07**

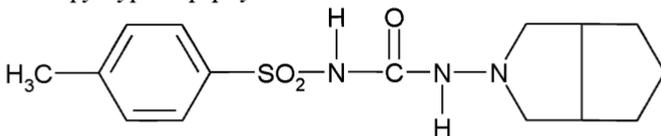
---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем гликлазида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,1—1,0 мг/м<sup>3</sup>.

**2. Характеристика вещества**

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S

2.3. Молекулярная масса 323,4

2.4. Регистрационный номер CAS 21187-98-4

2.5. Физико-химические свойства

Гликлазид – порошок белого цвета, без запаха, температура плавления 168 °С, нерастворим в воде, этиловом спирте 96 %, хорошо растворим в ацетонитриле, ацетоне, хлористом метилене.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

### 2.6. Токсикологическая характеристика

Гликлазид – малоопасное вещество при поступлении внутрь, не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаза и кожу, не проявляет способности к резорбции через кожу, обладает слабыми кумулятивными свойствами, оказывает специфическое влияние на углеводный обмен.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) гликлазида в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м<sup>3</sup>.

## 3. Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Метрологические характеристики методики

Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Границы расширенной неопределенности (точности), ± $U$ , мг/м <sup>3</sup>	Повторяемость, $\sigma_r$ , мг/м <sup>3</sup>	Воспроизводимость, $\sigma_R$ , мг/м <sup>3</sup>	Границы систематической погрешности (правильности), ± $\delta$ , мг/м <sup>3</sup>	Суммарная стандартная неопределенность пробоотбора, ± $u$ , %
От 0,1 до 1,0	0,15 С	0,041 С	0,11 С	0,12 С	5,5
С – результат измерения массовой концентрации гликлазида, мг/м <sup>3</sup> .					

## 4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации гликлазида выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием при длине волны 230 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на бумажный обеззоленный фильтр «синяя лента».

Нижний предел измерения содержания гликлазида в анализируемом объеме раствора пробы – 0,02 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации гликлазида в воздухе 0,1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 100 дм<sup>3</sup> воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления препаративных форм на основе гликлазида. Измерению не мешают сопутствующие вещества: мальтодекстрин, магния стеарат, крахмал, аэросил, гидрофосфат кальция, гидроксипропилметилцеллюлоза.

### **5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы**

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

#### **5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы**

Хроматограф жидкостной фирмы Хьюлетт-Паккард, модель HP-1050 с градиентной системой элюирования, автосэмплером и УФ-детектором 190—400 нм типа «диодная матрица» № 14612-95 в Государственном реестре средств измерений

Колонка аналитическая Диасорб С<sub>16</sub>-Т, 7 мкм, (150 x 4 )мм

Аспирационное устройство, ПУ-4Э ЗАО «ХИМ-КО», № 14531—03 в Государственном реестре средств измерений

Фильтродержатель

ТУ 95-72-05—77

Весы лабораторные ВЛА-200

ГОСТ 24104—2001

Фильтры бумажные обеззоленные

«синяя лента»

ТУ 6-09-1678—77

Колбы мерные, 2-25-2, 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 притертыми пробками

П-2-10-0,1ХС

ГОСТ 1770—74

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»

ТУ 6-09-1678—77

Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10

ГОСТ 25336—82

Цилиндры мерные, 3-100

ГОСТ 1770—74

Палочки стеклянные

ГОСТ 25336—82

Воронки химические, В-30-50 ХС

ГОСТ 25336—82

Секундомер

ГОСТ 5072—79

### **5.2. Реактивы, растворы**

Гликлазид с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество.

НД 42-10252—99

Ацетонитрил о.с.ч. для ВЭЖХ

ТУ 6-09-5437—91

Вода бидистиллированная

ГОСТ 7602—72

Состав элюента: ацетонитрил:

бидистиллированная вода в соотношении

40 : 60 (об.).

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, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой хроматографического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

### **8. Условия выполнения измерений**

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)$  °С, 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: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку жидкостного хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

Подготовка посуды проводится общепринятым методом с использованием хромовой смеси.

### 9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор гликлазида с массовой концентрацией  $1000 \text{ мкг/см}^3$  готовят растворением  $0,0250 \text{ г}$  гликлазида в ацетонитриле в мерной колбе вместимостью  $25 \text{ см}^3$ . Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор гликлазида № 1 с массовой концентрацией  $100 \text{ мкг/см}^3$  готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора гликлазида ацетонитрилом.

Для этого берут  $2,5 \text{ см}^3$  основного стандартного раствора гликлазида, помещают в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$  и доводят до метки ацетонитрилом. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Приготовление элюента:

В мерной колбе вместимостью  $100 \text{ см}^3$  смешивают  $40 \text{ см}^3$  ацетонитрила и  $60 \text{ см}^3$  бидистиллированной воды.

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

### 9.2. Подготовка прибора

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

Контроль качества разделительной колонки проводится не реже 1 раза в квартал по стандартному раствору антрацена в ацетонитриле с концентрацией  $0,01 \text{ мкг/см}^3$  путем его анализа при длине волны  $250 \text{ нм}$  с элюентом ацетонитрил: бидистиллированная вода в соотношении  $70 : 30$  (об.). Скорость потока элюента  $0,8 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Эффективность колонки, рассчитанная при этих условиях, должна быть не менее  $4000$  теоретических тарелок.

### 9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков (приборные единицы) от содержания гликлазида в градуировочном объеме раствора устанавливают по методу абсолютной калибровки по пяти 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 гликлазида № 1 с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы устойчивы в течение трех суток.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении гликлазида**

№ градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора гликлазида № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	Объем ацетонитрила, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация гликлазида в градуировочном растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Содержание гликлазида в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	25,0	0,0	0,0
2	0,25	24,75	1,0	0,02
3	0,5	24,5	2,0	0,04
4	1,0	24,0	4,0	0,08
5	1,25	23,75	5,0	0,1
6	2,0	23,0	8,0	0,16
7	2,5	22,5	10,0	0,2

Инжектируют в хроматограф по 0,02 см<sup>3</sup> каждого из градуировочных растворов.

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

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб.

Состав элюента:

ацетонитрил: бидистиллированная вода 40: 60 (об.)

Скорость подачи элюента 0,8 см<sup>3</sup>/мин

Длина волны детектора	230 нм
Объем вводимой пробы	0,02 см <sup>3</sup>
Время удерживания гликлазида	5 мин 12 с

За время удерживания гликлазида принимается время удерживания пика стандарта гликлазида, полученного при анализе стандартного раствора, с погрешностью  $\pm 5\%$ .

Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций проводят не реже 1 раза в квартал, а также при смене колонки и/или реактивов; после проведения ремонта или поверки прибора; после длительного простоя хроматографа (2 недели и более); при изменении эффективности хроматографической системы и/или чувствительности детектора.

#### **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 10 дм<sup>3</sup> /мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 1/2 ОБУВ гликлазида необходимо отобрать 100 дм<sup>3</sup> воздуха. Отобранные пробы можно хранить в бюксах в холодильнике в течение недели.

### **10. Выполнение измерений**

После отбора пробы фильтр помещают в химический бюкс и экстрагируют 5,0 см<sup>3</sup> ацетонитрила, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 5—7 минут, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно экстрагируют 5,0 см<sup>3</sup> ацетонитрила, снова тщательно отжимают и удаляют. Экстракты последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента». Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы, соблюдая все условия, требуемые для градуировки хроматографической системы. Степень десорбции гликлазида с фильтра 97 %.

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

### 11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию гликлазида в воздухе рабочей зоны С, (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{\sigma \cdot V_{20} \cdot K}$$

*a* – содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

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

*b* – хроматографируемый объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>20</sub> – объем воздуха, отобранный для анализа (дм<sup>3</sup>) и приведенный к стандартным условиям (см. 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 гликлазида, мг/м<sup>3</sup>;

$\pm U$  – границы расширенной неопределенности (точности) результата измерения по таблице 1, мг/м<sup>3</sup>.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерения, то результат следует указать: массовая концентрация гликлазида менее 0,1 мг/м<sup>3</sup> (более 1,0 мг/м<sup>3</sup>).

### 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 бумажный фильтр «синяя лента», на который наносят 0,1-0,5 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора гликлазида № 1 в ацетонитриле. Принятое опорное значение

содержания гликлазида в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления ( $m_{\text{РМБ}}$  мкг) составляет 10,0– 50,0 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 гликлазида в пробе, 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 ( $m_{\text{ср}}$  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:

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

$\sigma_r$  – 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:

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

$m_1, m_2$  – среднееарифметическое значение результатов параллельных определений содержания гликлазида в пробе, полученное в условиях внутрилабораторной (промежуточной), 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.

Таблица 3

Значения нормативов внутрилабораторного контроля результатов измерений

Диапазон измерений содержания гликлазида в образце для контроля, мкг	Предел контроля повторяемости, $CL_r$ , мкг ( $n = 2$ , $P = 0,95$ )	Предел контроля воспроизводимости, $CL_R$ , 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	$0,11 \bar{m}$	$0,32 \bar{m}$	$m_{RM} - 0,12 m_{RM}$	$m_{RM} + 0,12 m_{RM}$

$\bar{m}$  – 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 гликлазида в образце для контроля, мкг.

#### **14. Нормы затрат времени на анализ**

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 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