Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентраций боскалида и димоксистробина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.2540—09**

Издание официальное

**Москва • 2009**

gost.e-ecolog.ru

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

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, БИОЛОГИЧЕСКИЕ И МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Измерение концентраций боскалида и димоксистробина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.2540—09**

ББК 51 21
И37

И37 **Измерение концентраций боскалида и димоксистробина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии:.—М.· Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 —15 с**

1 Разработаны Федеральным научным центром гигиены им Ф Ф Эрисмана (авторы Юдина Т В , Федорова Н Е , Горячева Л В )

2 Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 июня 2009 г № 2)

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 сентября 2009 г

4 Введены в действие с 4 ноября 2009 г

5 Введены впервые

ББК 51 21

**© Роспотребнадзор, 2009**
**© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009**

## Содержание

1 Погрешность измерений 6
2 Метод измерений 6
3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 6
3 1 Средства измерений 6
3 2 Реактивы 7
3 3 Вспомогательные устройства, материалы 7
4 Требования безопасности 8
5 Требования к квалификации операторов 8
6 Условия измерений 9
7 Подготовка к выполнению измерений 9
7 2 Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения 9
7 3 Установление градуировочных характеристик 10
7 4 Подготовка фильтров для отбора проб воздуха 11
7 5 Подготовка салфеток для проведения смыва 11
8 Отбор и хранение проб воздуха 12
9 Условия проведения смыва 12
10 Выполнение измерений 12
10 1 Воздух рабочей зоны 12
10 2 Смывы с кожных покровов 13
11 Обработка результатов анализа 13
11 1 Воздух рабочей зоны 13
11 2 Смывы с кожных покровов 14
12 Оформление результатов измерений 15
13 Контроль погрешности измерений 15
14 Разработчики 15

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
4 сентября 2009 г.
Дата введения: 4 ноября 2009 г

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

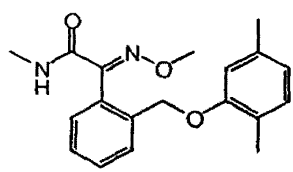
# Измерение концентраций боскалида и димоксистробина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.2540—09

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации димоксистробина и боскалида в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов в диапазонах 0,1—1,0 мг/м$^3$ и 0,5—5,0 мкг/смыв соответственно.

**Димоксистробин**

(*E*)-о-(2,5-диметилфеноксиметил)-2-метоксимино-N-метилфенилацетамид (IUPAC).



$C_{19}H_{22}N_2O_3$.

Мол. масса 326,4.

Димоксистробин представляет собой белое кристаллическое вещество без запаха. Давление паров – $6 \times 10^{-4}$ мПа (при 20 °С) и $1,4 \times 10^{-3}$ Па

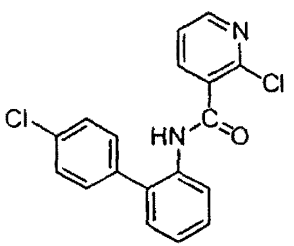
(при 25 °С). Плотность 1,23 (при 25 °С). Температура плавления – ~ 138,1—139,7 °С. Растворимость в воде – 4,3 мг/дм$^3$ (при pH 5,7; 20 °С). Растворимость в органических растворителях (г/дм$^3$, при 20 °С): н-гептан, 1-октанол, 2-пропанол < 10; ацетон – 67—80, этилацетат – 33—40, метанол – 20—25, дихлорметан > 250, ацетонитрил 50—57, диметилформамид 200—250. Коэффициент распределения н-октанол/вода $K_{ow}\log P$ = 3,59. Гидролитически стабилен при отсутствии света при температуре 50 °С (pH 4, 7 и 9) в течение 5 дней, при температуре 25 °С – в течение 30 дней.

*Краткая токсикологическая характеристика.*

Острая пероральная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – > 2 000 мг/кг, острая ингаляционная токсичность ($LC_{50}$) для крыс – > 1,7 мг/дм$^3$ (4 ч).

**Боскалид**

2-хлор-N-(4-хлорбифенил-2-ил)никотинамид (IUPAC)




$C_{18}H_{12}Cl_2N_2O$.

Мол. масса 343,2.

Боскалид представляет собой белое кристаллическое вещество без запаха. Давление паров – 7,2 × 10$^{-4}$ мПа (при 25 °С). Плотность 1,38 (при 20 °С). Температура плавления 142,8—143,8 °С. Растворимость в воде – 4,64 г/дм$^3$ (при pH 6,0; 20 °С). Растворимость в органических растворителях (г/дм$^3$, при 25 °С): ацетон – 160—200, ацетонитрил – 40—50, метанол – 40—50, дихлорметан – 200—250. Коэффициент распределения н-октанол/вода $K_{ow}\log P$ = 2,96 (при pH 7,0—7,2). Гидролитически стабилен при отсутствии света при температуре 50 °С (pH 4, 7 и 9) в течение 5 дней, при температуре 25 °С (pH 5, 7 и 9) – в течение 30 дней.

*Краткая токсикологическая характеристика.*

Острая пероральная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – > 2 000 мг/кг, острая ингаляционная токсичность ($LC_{50}$) для крыс – > 6,7 мг/дм$^3$ (4 ч).

*Область применения:*

Димоксистробин – высокоэффективный системный фунгицид длительного действия, применяемый для борьбы против различных возбудителей инфекционных заболеваний на рапсе и подсолнечнике.

Боскалид— высокоэффективный контактный фунгицид длительного действия, применяемый для борьбы против различных возбудителей болезней на рапсе и подсолнечнике.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны димоксистробин – 1,0 мг/м$^3$;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны боскалид – 1,0 мг/м$^3$.

## 1. Погрешность измерений

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

## 2. Метод измерений

Измерения концентраций боскалида и димоксистробина выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование боскалида и димоксистробина из воздушной среды осуществляют на фильтры «синяя лента», экстракцию с фильтров проводят этилацетатом.

Смыв с кожных покровов проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения димоксистробина и боскалида в анализируемом объеме пробы – 0,25 нг (каждого вещества). Средняя полнота извлечения с фильтров димоксистробина – 82,4 %, боскалида – 82,5 %, с поверхности кожи – 80,1 % и 79,0 % соответственно.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### *3.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный электоронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану $5 \times 10^{-14}$ г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой | Номер Госреестра 14516—95 |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104 |

| | |
|---|---|
| Меры массы | ГОСТ 7328 |
| Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 мм$^3$ | ТУ 2.833.105 |
| Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ (ЗАО «ОПТЭК», г. Санкт-Петербург) | Номер Госреестра 18860—05 |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-179775 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С | ТУ 215-73Е |
| Колбы мерные 2-100-2, вместимостью 100 см$^3$ | ГОСТ 1770 |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см$^3$ | ГОСТ 29227 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Боскалид, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 100 % (фирма «БАСФ») | |
| Димоксистробин, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,7 % (фирма «БАСФ») | |
| Азот особой чистоты, из баллона | ГОСТ 9293 |
| Ацетон, хч | ГОСТ 2306 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6790 |
| Натрий углекислый, хч | ГОСТ 83 |
| Спирт этиловый ректификованный | ГОСТ Р 51652 или ГОСТ 18300 |
| Этиловый эфир уксусной кислоты, ректификованный (этилацетат) | ГОСТ 22300 |

Возможно использование реактивов более высокой квалификации, которые не требуют выполнения п. 7.1. (очистка растворителей).

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с | ТУ 64-1-2851—78 |
| Баня водяная | |
| Бязь хлопчатобумажная белая | |
| Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные | ТУ 6-09-2678-77 |
| Вата хлопковая, гигроскопичная | |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 9147 |
| Воронки конусные диаметром 40—45 мм | ГОСТ 25336 |
| Груша резиновая | |
| Колба Бунзена | ГОСТ 25336 |

| | |
|---|---|
| Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 150 см$^3$ | ГОСТ 9737 |
| Насос водоструйный | ГОСТ 25336 |
| Пинцет | |
| Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30 | |
| Ротационный вакуумный испаритель B-169 фирмы Buchi, Швейцария | |
| Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см$^3$ | ГОСТ 25336 |
| Стекловата | |
| Стеклянные емкости вместимостью 100 см$^3$ с герметичной металлической крышкой | |
| Стеклянные палочки | |
| Установка для перегонки растворителей | |
| Фильтродержатель | |
| Хроматографическая колонка капиллярная DB-5, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм | |

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, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе на должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

## 5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе.

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

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов и растворов внесения, установление градуировочных характеристик, подготовка фильтров и салфеток для отбора проб, отбор проб.

*7.1.1. Очистка ацетона.* Растворитель сушат над молекулярными ситами 4 А и подвергают фракционной перегонке на ректификационной колонне, целиком собранной из стекла с числом теоретических тарелок не менее 30. До начала отбора главной фракции приемник несколько раз промывают дистиллятом. Перегонку продолжают до тех пор, пока в сосуде для перегонки не останется приблизительно 100 $см^3$ ацетона. Температуру водяной бани следует снижать по мере уменьшения объема ацетона, во всех случаях она не должна превышать температуру кипения ацетона (56 °С) более чем на 20 °С.

*7.1.2. Очистка этилацетата.* Этилацетат промывают последовательно 5 %-м водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

### *7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения*

*7.2.1. Исходный раствор димоксистробина для градуировки (концентрация 250 мкг/$см^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0, 025 г димоксистробина, растворяют в 50—60 $см^3$ этилацетата, доводят этилацетатом до метки, тщательно перемешивают.

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

*7.2.2. Исходный раствор боскалида для градуировки (концентрация 250 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 0, 025 г боскалида, растворяют в 50—60 см$^3$ этилацетата, доводят этилацетатом до метки, тщательно перемешивают.

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

*7.2.3. Раствор № 1 димоксистробина для градуировки (концентрация 25 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 10 см$^3$ исходного раствора димоксистробина с концентрацией 250 мкг/см$^3$ (п. 7.2.1), разбавляют этилацетатом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

*7.2.4. Раствор № 2 боскалида для градуировки (концентрация 25 мкг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 10 см$^3$ исходного раствора боскалида с концентрацией 250 мкг/см$^3$ (п. 7.2.2), разбавляют этилацетатом до метки.

Градуировочный раствор № 2 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение месяца.

*7.2.5. Рабочие растворы № 3—6 димоксистробина и боскалида для градуировки и внесения (концентрация по 0,25—2,5 мкг/см$^3$ каждого вещества).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ помещают по 1,0; 2,0; 4,0 и 10,0 см$^3$ градуировочных растворов № 1 и 2 с концентрацией 25 мкг/см$^3$ (п.п. 7.2.3 и 7.2.4), доводят до метки этилацетатом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 3—6 с концентрациями по 0,25; 0,5; 1,0 и 2,5 мкг/см$^3$ каждого вещества соответственно.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 14 дней.

Растворы №№ 1—6 используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества из проб методом «внесено-найдено».

### *7.3. Установление градуировочных характеристик*

Градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади пика (мВ·сек) от концентраций димоксистробина и боскалида в растворе (мкг/см$^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм$^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений. Устанавливают площадь пиков действующих веществ.

Градуировочные графики проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более, чем на 7 % (димоксистробин) и 9 % (боскалид) от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

*7.3.1. Условия хроматографирования.* Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Газовый хроматограф, снабженный электронозахватным детектором.

Колонка капиллярная DB-5, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм.

Температура детектора: 310 °С.

Температура испарителя: 270 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 100 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 20 °С/мин до температуры 200 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 20 °С/мин до температуры 280 °С, выдержка 9 мин.

Скорость газа 1 (азот): 38,2 см/с, давление 120,5 кПа, поток 1,5 $см^3$/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 5 ; сброс 7,5 $см^3$/мин.

Ориентировочное время выхода:

димоксистробин – ~ 12,55 мин;

боскалид – ~ 15,90 мин.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования: 0,25—2,5 нг (для каждого вещества).

### *7.4. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха*

Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетоном порциями 25—30 $см^3$, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

### *7.5. Подготовка салфеток для проведения смыва*

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 × 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5 %-м раствором углекислого натрия (при кипячении), водой до нейтральной реакции промывных вод,

двухкратно 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 проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». Воздух с объемным расходом 1—2 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентраций действующих веществ на уровне предела обнаружения (0,1 ОБУВ для воздуха рабочей зоны) необходимо отобрать 5 $дм^3$ воздуха, 0,5 ОВУВ для воздуха рабочей зоны – 1 $дм^3$. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при температуре 4—6 °С – 14 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 с целью удаления загрязнений, фиксируют площадь (не менее 200 $см^2$). При необходимости отбирают фоновые смывы.

Смыв проводят способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 $см^3$ в стеклянную емкостью с металлической крышкой. Тканевой салфеткой, смоченной растворителем, с помощью пинцета (индивидуально) обмывают кожный покров сверху вниз. Операцию повторяют дважды.

Срок хранения отобранных проб смывов, помещенных в герметично закрытые емкости, в холодильной камере при температуре 4—6 °С – 14 дней.

## 10. Выполнение измерений

### *10.1. Воздух рабочей зоны*

Экспонированный фильтр «синяя лента» переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 10 $см^3$ этилацетата, помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями этилацетата объемом 10 $см^3$, выдерживая на встряхивателе по 5 мин.

Объединенные экстракты переносят (через воронку) в круглодонную колбу, упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ этилацетата и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

### *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 $см^3$, предварительно ополаскивая растворителем емкость, в которой находилась проба.

Объединенный раствор упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 $см^3$ этилацетата и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площади пиков действующих веществ, с помощью градуировочного графика определяют концентрации димоксистробина и боскалида в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 2,5 $мкг/см^3$, разбавляют этилацетатом (не более чем в 50 раз).

## 11. Обработка результатов анализа

### *11.1. Воздух рабочей зоны*

Концентрации димоксистробина или боскалида в пробе воздуха ($X$), $мг/м^3$, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times \frac{W}{V_t}, \text{ где}$$

$C$ – концентрация димокссистробина или боскалида в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику (для каждого вещества индивидуальный график) в соответствии с величиной площади хроматографического пика, $мкг/см^3$;

$W$ – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

$V_t$ – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм$^3$.

$$V_t = R \times P \times \frac{u \times t}{(273 + T)}, \text{ где}$$

$T$ – температура воздуха при отборе проб (на входе в аспиратор), °С;

$P$ – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

$u$ – расход воздуха при отборе пробы, дм$^3$/мин;

$t$ – длительность отбора пробы, мин;

$R$ – коэффициент, равный 0,386 для воздуха рабочей зоны.

За результат анализа ($\bar{X}$) принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений $X_1$ и $X_2$ ($\bar{X} = \frac{(X_1 + X_2)}{2}$), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости ($d$):

$$|X_1 - X_2| \le d,$$

$$d = d_{отн} \times \frac{\bar{X}}{100}, \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

$d$ – норматив оперативного контроля сходимости, мг/м$^3$;

$d_{отн.}$ – норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 13 % – для димоксистробин, 9 % – для боскалида).

### *11.2. Смывы с кожных покровов*

Концентрации димоксистробина или боскалида в пробе смыва X, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times W, \text{ где}$$

$C$ – концентрация димоксистробина или боскалида в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику (для каждого вещества индивидуальный график) в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см$^3$;

$W$ – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см$^3$.

**Примечание:** Идентификация и расчет концентраций веществ 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/м$^3$ или мкг/смыв (с указанием площади смыва в см$^2$), характеристика погрешности δ, % (± 25 %), $P = 0{,}95$ или

$\bar{X} \pm \Delta$ мг/м$^3$ (мкг/смыв, площадь смыва, см$^2$), $P = 0{,}95$, где

Δ – абсолютная погрешность.

$$\Delta = \frac{\delta \times \bar{X}}{100}, \text{ мг/м}^3 \text{ (мкг/смыв)}$$

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 димоксистробина или боскалида в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,1 мг/м$^3$; смыва – менее 0,5 мкг/смыв»**

** - 0,1 мг/м$^3$; 0,5 мкг/смыв - пределы обнаружения при отборе 5 дм$^3$ воздуха рабочей зоны; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 см$^2$) соответственно.*

## 13. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725–1-6. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

## 14. Разработчики

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

**Измерение концентраций боскалида и димоксистробина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания**
**МУК 4.1.2540—09**

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 01.12.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

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

gost.e-ecolog.ru