Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций химических веществ в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2282—07, МУК 4.1.2208—07
МУК 4.1.2289—07, МУК 4.1.2338—08
МУК 4.1.2348—08

Издание официальное

Москва • 2008

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций химических веществ в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2282—07, МУК 4.1.2208—07
МУК 4.1.2289—07, МУК 4.1.2338—08
МУК 4.1.2348—08

ББК 51.24
И37

И37 **Измерение** концентраций химических веществ в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—60 с.

ISBN 5—7508—0784—3

ББК 51.24

Технический редактор Н. А. Волкова

Подписано в печать 04 12.08

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,75

Тираж 100 экз. Заказ 76

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

ISBN 5—7508—0784—3

© Роспотребнадзор, 2008
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 февраля 2008 г.
Дата введения: 18 мая 2008 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

Измерение концентраций фосфата эфира в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2348—08

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения массовой концентрации фосфата эфира в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов в диапазонах 0,17—3,4 мг/м^3, 0,5—5,0 мкг/смыв, соответственно.

Фосфат эфира – смесь моно- и ди-2-этилгексиловых эфиров фосфорной кислоты

2-этилгексиловый эфир фосфорной кислоты

$$CH_3\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH(C_2H_5)\text{-}CH_2O\text{-}P(O)\text{-}(OH)_2$$

$C_8H_{19}O_4P$ Мол. масса 210

бис(2-этилгексиловый эфир) фосфорной кислоты

$$[CH_3\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH(C_2H_5)\text{-}CH_2O]_2\text{-}P(O)\text{-}OH$$

$C_{16}H_{35}O_4P$ Мол. масса 322

Маслообразная жидкость от бесцветного до желтого цвета со специфическим запахом. Температура застывания – менее 10 °С, вспышки воспламенения – более 100 °С. Не растворима в воде, растворима в большинстве органических растворителей.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2 500 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс – 1 550 мг/м^3.

Область применения препарата

Фосфат эфира – неионогенное поверхностно-активное вещество, применяемое в качестве адъюванта совместно с послевсходовым гербицидом против однолетних и многолетних злаковых сорняков.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,6 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 фосфата эфира выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД) после дериватизации вещества обработкой диазометаном.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием в ацетон.

Смыв с кожных покровов проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,5 нг.

Определению не мешает действующее вещество – клетодим.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по фосфору в метафосе 5 х 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 2504-1797—75

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 215-73Е
Колбы мерные вместимостью 25 и 100 $см^3$	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Цилиндры мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Фосфат эфира (препарат МИКС, Ж (900 г/л), смесь моно- и ди-2-этилгексиловых эфиров фосфорной кислоты, с содержанием основного вещества 90 % (фирма «РосАгроХим»)	ГСО 7734—99
Азот особой чистоты, из баллона	ГОСТ 9293
Ацетон, осч	ГОСТ 2306
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Калия гидроксид, хч	ГОСТ 4328
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204
Лед	
Метиламин гидрохлорид, ч	ТУ 6-09-3755—74
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Мочевина, чда	ГОСТ 6691
Натрий азотистокислый, хч	ГОСТ 4197
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Стекловата	
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300
Эфир диэтиловый (для наркоза)	Фармакопея СССР

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Баня водяная	
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Вакуумный эксикатор	ГОСТ 9737
Вата хлопковая	

Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80 Е
Воронка делительная вместимостью 100 см^3	ГОСТ 9737
Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Генератор водорода	
Груша резиновая	
Индикаторная бумага универсальная	
Колба Бунзена	ГОСТ 56145
Колбы плоскодонные вместимостью 100 и 400—500 см^3	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50, 100 и 1 000 см^3	ГОСТ 9737
Мешалка магнитная ММ-5	ТУ 25-11.834—80
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Поглотительные приборы Рыхтера	ТУ 25-11-1136—75
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	
Стаканы химические, вместимостью 100, 400 и 2 000 см^3	ГОСТ 25 336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник водяной обратный	ГОСТ 9737
Часовые стекла	

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), получение N-нитрозо-N-метилмочевины (при необходимости), раствора диазометана, приготовление градуировочных растворов, раствора внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка поглотительных приборов и салфеток для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над небольшим количеством $KMnO_4$ и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.1.2. Очистка гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.2. Приготовление 40 %-ного раствора гидроксида калия

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 20 г гидроксида натрия, растворяют в 25—30 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки.

7.3. Получение N-нитрозо-N-метилмочевины

В отсутствии коммерческого препарата нитрозометилмочевины осуществляют его синтез.

Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 $дм^3$, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 $см^3$ воды и кипятят 3 ч с обратным холодильником на водяной бане. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры и добавляют в него 110 г нитрита натрия, охлаждают в бане со льдом, содержащим NaCl, до 0 °С и медленно при перемешивании вливают в смесь 600 г льда и 60 $см^3$ концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 $дм^3$, охлаждаемый снаружи смесью льда с поваренной солью. Выпавшие кристаллы нитрозометилмочевины немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера, хорошо отсасывают под вакуумом и промывают на фильтре ледяной водой.

Внимание! Нитрозометилмочевину хранят в темной склянке в холодильнике, так как под действием света и тепла она может взорваться.

7.4. Получение раствора диазометана

Диазометан взрывоопасен и очень ядовит. Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В коническую колбу на 100 $см^3$ вносят 20 $см^3$ 40 %-го раствора КОН и 50 $см^3$ диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2—5 °С. В охлажденную смесь порциями при перемешивании на магнитной мешалке или путем встряхивания вносят 5 г нитрозометилмочевины. Реакционную смесь выдерживают на холоду 10 мин. Затем эфирный слой сливают в чистую коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10—15 гранул КОН и колбу оставляют в бане со льдом на 2,5—3 ч для осушения раствора.

Раствор диазометана в эфире годен к употреблению при хранении в холодильнике в течение 1—2 суток. При хранении сосуды с диазометаном нельзя плотно закрывать!

7.5. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.5.1. Исходный раствор фосфата эфира (концентрация 2,5 мг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,2 778 г препарата МИКС, Ж (900 г/л), доводят до метки диэтиловым эфиром,

тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике при 4—6 °С в течение месяца.

7.5.2. Раствор внесения (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,4 см^3 исходного раствора фосфата эфира (приготовленного по п. 7.5.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают раствор с концентрацией фосфата эфира 10 мкг/см^3.

Раствор хранятся в холодильнике в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

7.5.3. Исходный раствор метилового эфира фосфата эфира для градуировки (концентрация фосфата эфира 100 мкг/см3). В круглодонную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора фосфата эфира с концентрацией 2,5 мг/см^3, вносят 3 см^3 раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель потоком теплого воздуха (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в гексане порциями по 4—5 см^3, перенося в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят гексаном до метки, перемешивают. Раствор хранится в холодильнике не более 10-ти дней.

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.5.4. Рабочие растворы № 1—4 метилового эфира фосфата эфира для градуировки (концентрация фосфата эфира 0,5—10 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0; 5,0 и 10 см^3 исходного раствора метилового эфира фосфата эфира (приготовленного по п. 7.5.3), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 1—4 с концентрацией фосфата эфира 0,5; 1,0; 5,0 и 10,0 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике в течение 5-ти дней.

7.6. Установление градуировочной характеристики

7.6.1. Воздух рабочей зоны

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость суммы площадей хроматографических пиков производных моно- и диэфиров фосфорной кислоты (мВ·сек) от концентрации фосфата эфира в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений. Устанавливают площади пиков производных моно- и диэфиров фосфорной кислоты, рассчитывают их сумму.

7.6.2. Смывы с кожных покровов

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика производного диэфира фосфорной кислоты (мВ·сек) от концентрации фосфата эфира в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений. Устанавливают площади пика диэфира фосфорной кислоты.

Градуировочный график проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более чем на 11 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.6.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный термоионным детектором

Колонка капиллярная ZB-5, длиной 15 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм

Температура детектора: 320 °С

испарителя: 180 °С

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 80 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в мин до температуры 90 °С, выдержка 30 с, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в мин до температуры 180 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 40 градусов в мин до температуры 260 °С, выдержка 2 мин.

Скорость газа 1 (азот): 30 см/сек, давление 10,788 кПа, поток 4,0 431 см^3/мин.

Газ 2 : деление потока 1 : 2,473; сброс 10 см^3/мин

Хроматографируемый объем: 1 мм^3

Ориентировочное время выхода производных

– 2-этилгексилового эфира фосфорной кислоты (моноэфир) 7 мин 08—7 мин 10 с

– бис(2-этилгексилового эфира) фосфорной кислоты (диэфир) 12 мин 34—12 мин 39 с

Линейный диапазон детектирования: 0,5—10 нг

7.7. Подготовка поглотительных приборов для отбора проб воздуха

В поглотительные приборы Рыхтера помещают по 10 $см^3$ ацетона, герметизируют заглушками.

7.8. Подготовка салфеток для проведения смыва

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 × 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5 %-ым раствором углекислого натрия (при кипячении), водой до нейтральной реакции промывных вод, 2-х кратно промывают этиловым спиртом, сушат на воздухе при комнатной температуре. До использования салфетки хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

8. Отбор и хранение проб воздуха

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». Воздух с объемным расходом 1 $дм^3$/мин аспирируют через поглотительный прибор Рыхтера, заполненный 10 $см^3$ ацетона.

Для измерения концентрации фосфата эфира на уровне 0,5 ОБУВ для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 1,7 $дм^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб в холодильнике при температуре 4—6 °С – 20 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, спина, 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 холодильнике при температуре 4—6 °С – 15 дней.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздух рабочей зоны

Содержимое поглотительных приборов переносят в круглодонную колбу вместимостью 50 $см^3$, поглотитель дополнительно обмывают 2—3 $см^3$ ацетона, который также переносят в колбу, растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха. Для полного удаления влаги в колбу вносят 3—4 $см^3$ ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 $см^3$ раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 1 $см^3$ гексана и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.3.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площади пиков производных моно- и диэфиров фосфорной кислоты, суммируют их, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию фосфата эфира в хроматографируемом растворе.

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 досуха. Для полного удаления влаги в колбу вносят 3—4 $см^3$ ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 $см^3$ раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 1 $см^3$ гексана и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.3.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика производного диэфира фосфорной кислоты, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию фосфата эфира в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 10 мкг/см^3, разбавляют гексаном (не более чем в 50 раз).

Перед анализом опытных образцов проводят хроматографирование холостых (контрольных) проб – неэкспонированных поглотительных приборов и экстракта салфетки.

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

Массовую концентрацию фосфата эфира в пробе воздуха (X), мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W/Vt, \text{ где}$$

C – концентрация фосфата эфира в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной суммы площадей хроматографических пиков производных моно- и диэфиров фосфорной кислоты, 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.

$$Vt = 0{,}386 \cdot P \cdot ut/(273 + T), \text{ где}$$

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.

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

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

$$d = d_{отн} * \overline{X}/100, \text{ мг/м3, где}$$

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

$d_{отн}$ – норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 15 %).

11.2. Смывы с кожных покровов

Массовую концентрацию фосфата эфира в пробе смыва X, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W, \text{ где}$$

C – концентрация фосфата эфира в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика диэфира фосфорной кислоты, мкг/см^3;

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

Примечание: Идентификация и расчет концентрации вещества в пробах могут быть проведены с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

12. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

результат анализа $\overline{X}$ в мг/м^3 или мкг/смыв (с указанием площади смыва в см^2), характеристика погрешности δ, % (± 25 %), P = 0,95 или

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

Δ – абсолютная погрешность.

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

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 фосфата эфира в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,17 мг/м^3; смыва – менее 0,5 мкг/смыв*

* – 0,17 мг/м^3; 0,5 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 3 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

Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, С. К. Рогачева (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»); Г .Е. Иванов (Роспотребнадзор).

gost.e-ecolog.ru