Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций сульфометурон-метила и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2373—08

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Измерение концентраций сульфометурон-метила и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2373-08

ББК 51.21
И-37

И-37 **Измерение** концентраций сульфометурон-метила и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 16 с.

1. Разработаны сотрудниками Федерального государственного унитарного предприятия Всероссийский научно-исследовательский институт химических средств защиты растений ФГУП «ВНИИХСЗР» (Т.В. Алдошина, Г.Ф. Бельская, Д.А. Соболева).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 3 апреля 2008 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 16 июня 2008 г.

4. Введены в действие с 5 сентября 2008 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

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.

Тиражировано 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

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
16 июня 2008 г.
Дата введения: 5 сентября 2008 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Измерение концентраций сульфометурон-метила и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии.

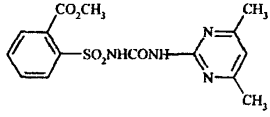
Методические указания МУК 4.1.2373-08

1. Вводная часть

Настоящие методические указания устанавливают методику газхроматографического измеренияия массовой концентрации сульфометурон-метила в воздухе рабочей зоны в диапазоне 0,5 – 5,0 мг/м^3 и в атмосферном воздухе в диапазоне 0.02 – 0.20 мг/м^3.

Сульфометурон-метил

Химическое название по ИЮПАК: метил 2-[(4,6 диметилпиримидин-2-ил) карбамоилсульфамоил]бензоат.



$C_{15}H_{16}N_4O_5S$.
Мол. масса 364,4.

Химически чистый сульфометурон-метила – кристаллы белого цвета без запаха. Давление паров сульфометурон-метила при 25°С) $7{,}4.10^{-14}$Па

($1{\cdot}10^{-16}$ мм рт. с.). Температура плавления 203 - 205°С. Коэффициент распределения октанол-вода log K_{ow}: 1,04 (pH 5); –0,46 (pH 7); –1,84 (pH 9).

Растворимость в воде 244 мг/л при 25°С и pH 7; 0,64 мг/л при pH 5.

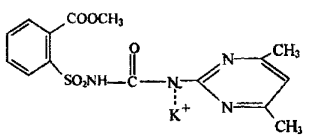
Растворимость в органических растворителях при 25°С мг/л:

ацетонитрил – 1.8; н-гексан – 1.0; ацетон – 3.3; этиловый спирт – 137; дихлорметан –15.

Стабилен в воздухе при температуре до 190°С, а также в воде при pH 7-9.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Калиевая соль сульфометурил-метила (К-соль СММ).



$C_{15}H_{15}N_4O_5KS$.

Мол. масса 402,4.

К-соль СММ – тонкодисперсный порошок белого или серого цвета. Давление паров при 20°С $6{,}65.10^{-14}$ Па. Температура плавления 155°С с разложением. Коэффициент распределения октанол-вода log K_{ow} 1,04 (pH 5), –0,46 (pH 7), –1,87 (pH 9).

Растворимость в воде при 25°С, мг/л: 10 (pH 5), 300 (pH 7), 720 (pH).

Растворимость в органических растворителях при 20°С мг/л: ксилол 30, циклогексан 12, хлорофолрм 140, ацетон 200, этиловый спирт 2000.

Относительно стабилен в нейтральной и щелочной среде. При pH 2-3 переходит в ионизированное состояние, т.е. в сульфометурон-метил, в результате чего растворимость в воде уменьшается, а в органических растворителях резко возрастает.

Устойчив при хранении.

Термостабилен до 155°С.

Фотостабилен при комнатной температуре.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика

Сульфометурон-метил относится к малоопасным веществам по острой оральной токсичности. Для мышей и крыс $ЛД_{50}$ >5000 мг/кг. Для кроликов $ЛД_{50}$ накожно >2000 мг, для крыс $СК_{50}$ при четырёхчасовой ингаляции >11 мг/л воздуха.

Слабо раздражает слизистую глаз и кожные покровы кроликов. Тератогенное действие наблюдается при концентрации сульфометурон-метила в пище 1000 мг/кг для крыс, 300 мг/кг – для кроликов. Класс токсичности 3.

К-соль СММ относится к малоопасным веществам по острой оральной токсичности. $ЛД_{50}$ 1771 – 10800 мг/кг для мышей и крыс. По острой ингаляционной токсичности $ЛД_{50}$ ≈20000 мг/кг для крыс. Не обладает резким запахом, не раздражает слизистые оболочки глаз, кожные покровы, дыхательные пути. Не обладает кожно-резорбтивным действием. Мутогенная, тератогенная и эмбриотоксичная активность отсутствуют.

Область применения препарата

Сульфометурон-метил и его калиевая соль – гербициды системного действия, проникающие через корни и листья растений. К-соль СММ в воде водоёмов и почве быстро переходит в сульфометурон-метил, который и является действующим началом. Рекомендуются для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми и двудольными сорняками на землях несельскохозяйственного пользования и в лесном хозяйстве.

При норме расхода 120 – 240 г/га и 240 – 350 г/га предназначены для борьбы с сорняками на трассах газо- и нефтепроводов, на полосах отчуждения железных и шоссейных дорог, насыпях, аэродромах, контрольно-следовых полосах и др. промышленных территориях.

При норме расхода 10 – 20 г/га – для обработки сосны и ели первого года; 30 – 50 г/га – второго и третьего года выращивания.

ОБУВ сульфометурон- метила для воздуха рабочей зоны –1,0 мг/м^3, в атмосферном воздухе населенных мест 0,04 мг/м^3.

ПДК К-соли сульфометурон-метила в воздухе рабочей зоны 5,0 мг/м^3, в атмосферном воздухе – 0,05 мг/м^3.

1. Погрешность измерения

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

2. Метод измерения

Измерение концентраций сульфометурон-метила и его калиевой соли по сульфометурон-метилу в виде метильного производного выполняют методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по «захвату электронов».

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием аэрозоля на бумажном фильтре «синяя лента». Анализируемое вещество с фильтра экстрагируют подкисленным этиловым спиртом и получают метильное производное сульфометурон-метил

Нижний предел измерения сульфометурон-метила в хроматографируемом объеме пробы – 0,5 нг.

Нижний предел измерения в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3 при отборе 50 дм^3 воздуха. Средняя полнота определения 94,6%

Нижний предел измерения в атмосферном воздухе 0,02 мг/м^3 при отборе 50 дм^3 воздуха. Средняя полнота определения 93,8%

Линейный диапазон измерения в воздухе рабочей зоны 0,5-5,0 мг/м^3.

Линейный диапазон измерения в атмосферном воздухе 0,02-0,20 мг/м^3.

Идентификацию анализируемого вещества проводят по времени удерживания, а количественное определение метильного производного сульфометурон-метила – методом соотношения со стандартом путем сравнения высоты пика рабочей пробы со стандартным раствором, высота которого наиболее близка к высоте пика рабочей пробы.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративных форм, а также других пестицидов.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. *Средства измерений*

Газожидкостной хроматограф "Цвет 500М" с детектором «по захвату электронов»	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-2001
Микрошприцы на 10 мкл	ТУ 2.833.105
Линейка измерительная с ценой деления 1 мм	ГОСТ 17435-72 или интегратор
Аспирационное устройство с ротаметром для измерения расхода воздуха	ТУ 64–1–1081–73

Мерные колбы вместимостью 100 и 200 см^3	ГОСТ 1770–74
Цилиндры вместимостью 100 см^3	ГОСТ 20292-74
Пробирки градуированные с пробками на шлифах вместимостью 5 см^3	ГОСТ 1770–74
Пипетки градуированные на 1, 2, 10 и 50 см^3	ГОСТ 20292–74

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. *Вспомогательные устройства и материалы*

Хроматографические колонки длиной 100 см и 200 см, внутренним диаметром 3 мм.

Фильтры бумажные «синяя лента», обеззоленные	ТУ 6-09-1678-86
Фильтродержатель	
Ротационный вакуумный испаритель ИР--1М	ТУ 25–11–917–76
Стеклянные палочки	
Резиновая груша	
Стаканы химические вместимостью 50 см^3	ГОСТ 25336-72
Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 50 и 100 см^3	ГОСТ 10394-72
Воронки конусные диаметром 30-37 мм	ГОСТ 25336-82

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 100 см^3 ГОСТ-10394-82

Прибор для получения диазометана (рис. 1).

Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении.

Холодильник водяной обратный	ГОСТ 10394-82
Шкаф сушильный	ТУ 64-1 -1411 -76
Баня водяная	ТУ 64–1–2850–76
Насос водоструйный	ГОСТ 10696-72

Лупа

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

3.3. *Реактивы*

Сульфометурон-метил, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,5 % (ВНИИХСЗР, Россия) или образец сульфометурон-метила с установленным содержанием основного вещества не менее 95%

Гексан, х.ч. ТУ 6–09–3375–78

Кислота серная х.ч. конц. и 10%-ный раствор	ГОСТ 4204–77
Калий марганцовокислый, ч.д.а.	ГОСТ 20490–75
Натрия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 4328–77
Натрия сульфат, безводный, х.ч.	ГОСТ 4166–76
Азот особой чистоты из баллона с редуктором	ГОСТ 9293–74

Хроматон N–AW–DMCS (0,16÷0,20 мм) с 3% OV–17, Хемапол, Чехия.

Хроматон N–AW–DMCS (0,16÷0,20 мм) с 2 % ПДЭГС (полидиэтиленгликоль сукцинат) ТУ 6-П-15–68

Хлороформ, хч,	ГОСТ 20015–74
Диэтиловый эфир, х.ч.	ГОСТ 6265–79
Этиловый спирт, ректификованный	ГОСТ Р 5961–81

Этиловый спирт подкисленный (на 100 $см^3$ спирта две капли ледяной уксусной кислоты).

Кислота уксусная, ч.д.а.,, ледяная	ГОСТ 61–75
Калия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 24363–80
Натрия сульфат, х.ч, безводный	ГОСТ 4166–76
Гидразин-гидрат, ч.д.а.	ГОСТ 58322–65.

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

4. Требования безопасности

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.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не 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 квалификации операторов

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

зовом 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 растворителей, приготовление раствора диазометана, подготовка хроматографических колонок, приготовление стандартных растворов.

7.1. Очистка гексана

Гексан встряхивают в течение 20-30 мин с тремя порциями концентрированной серной кислоты, взятой для каждой обработки в количестве 10% по объему. Встряхивание с серной кислотой следует производить на механической качалке в склянке с притертой пробкой, привязав хорошо пробку и завернув склянку в полотенце. После встряхивания с каждой порцией кислоты смеси дают отстояться, после чего отделяют нижний кислотный слой. Затем энергично встряхивают (в делительной воронке) с несколькими порциями концентрированного раствора перманганата калия в 10%-ой серной кислоте, пока цвет раствора не перестанет изменяться. Очищенный гексан промывают водой, 10%-ным раствором едкого натра, снова водой, высушивают безводным сульфатом натрия и перегоняют.

7.2. Приготовление раствора диазометана

В круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ (рис 1), снабжённую капельной воронкой с байпасом и обратным холодильником, помещают 12 г (0,2 моля) КОН, 6 $см^3$ метилового спирта, 6 $см^3$ или 6,1 г (0,12 моля) гидразин гидрата. Колбу охлаждают до +5°С смесью воды со льдом и начинают медленно, по каплям, прибавлять из капельной воронки

10 $см^3$ (0,12 моля) хлороформа, постепенно увеличивая скорость. При этом реакционная масса становится жёлтой.

Выделившийся в ходе реакции диазометан через обратный холодильник, соединённый стеклянным переходом с капилляром, поступает в двугорлую колбу-приёмник 2 вместимостью 100 $см^3$, содержащую 50 $см^3$ осушенного диэтилового эфира. Колба 2 погружена в баню, содержащую смесь воды со льдом.

По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагревают до 40°С на водяной бане для полного удаления диазометана из реакционной массы. После обесцвечивания реакционной массы и стенок холодильника реакцию считают оконченной. Диазометан хранят в склянке с притёртой пробкой в морозильной камере в течение двух недель.

7.3. Подготовка хроматографических колонок

Для газохроматографического анализа используют готовый товарный носитель хроматон N–AW–DMCS (0,16÷0,20 мм) с 3% OV–17 или хроматон –N-AW–DMCS (0,16÷0,20 мм) с 2% ПДЭГС. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку с 3% OV–17 кондиционируют при скорости азота 40 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 300°С (для колонки с 2% ПДЭГС температура кондиционирования от 50 до 230°С) со скоростью нагрева 2°С/мин, а затем в изотермическом режиме при температуре 300°С (и 230°С для колонки с 2 % ПДЭГС) в течение 6÷8 час без подсоединения колонки к детектору.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции.

7.4. Условия хроматографирования

Газожидкостной хроматограф Цвет 500 М или аналогичный с детектором «по захвату электронов».

	Колонка 1	Колонка 2
Насадка колонки	3% OV–17 на хроматоне N–AW-DMCS (0,16-0,20 мм)	2% ПДЭГС на хроматоне –AW–DMCS (0,16÷0,20мм)

Длина и внутренний диаметр колонки	200 см × 3 мм	100 см × 3 мм
Рабочая шкала электрометра	$64 \cdot 10^{-10}$ мА	$64 \cdot 10^{-10}$ мА
Скорость протяжки ленты самописца см/мин	0,25	0,25
Скорость потока газа-носителя азота	80 $см^3$/мин	80 $см^3$/мин
Температура термостата колонки, °С	230	200
Температура испарителя, °С	240	220
Температура, детектора, °С	320	320
Абсолютное время удерживания	3 мин 40 с	2 мин 57с
Объем вводимой пробы, $мм^3$	1	1
Линейный диапазон детектирования	0,5÷5,0 нг	0,5÷5,0 нг

7.5. Приготовление стандартных растворов сульфометурон-метила

7.5.1. Приготовление исходных стандартных растворов

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 мг сульфометурон-метила, растворяют в 50-80 $см^3$ подкисленного этилового спирта, доводят этиловым спиртом до метки, тщательно перемешивают (раствор № 1). Стандартный раствор № 1 содержит сульфометурон-метила 100 мкг/$см^3$.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ переносят пипеткой 10 $см^3$ стандартного раствора № 1 и доводят объем до метки этиловым спиртом (раствор № 2). Стандартный раствор № 2 содержит сульфометурон-метила 10 мкг/$см^3$.

Стандартные растворы № 1 и № 2 стабильны в течение 1 месяца при условии хранения в холодильнике.

7.5.2. Приготовление стандартных растворов сравнения

Серию стандартных растворов сравнения готовят одновременно с рабочей пробой следующим образом.

В 5 градуированных пробирок вместимостью 5 $см^3$, с пробками на шлифах, градуированной пипеткой на 1 $см^3$ вносят 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 и 1,0 $см^3$ стандартного раствора № 2 с концентрацией 10 мкг/$см^3$, что соответствует 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 10,0 мкг сульфометурон-метила. Из пробирок на горячей водяной бане или слабым током воздуха полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой одновременно с рабочей пробой добавляют по 2 $см^3$ раствора диазометана. Через

10÷15 мин эфир и диазометан отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 см^3 гексана, пробирку закрывают пробкой на шлифе и её содержимое аккуратно перемешивают. Растворы сравнения содержат сульфометурон-метила 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 мкг/мл.

8. Отбор проб

8.1. Воздух рабочей зоны

Отбор проб воздуха рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 «ССБТ Общие санитарно-гигие-нические требования к воздуху рабочей зоны». Воздух со скоростью 5 дм^3/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации сульфометурон-метила на уровне 0,5 ПДК воздуха рабочей зоны необходимо отобрат 50 дм^3 воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере 7 дней при 4 С.

8.2. Атмосферный воздух

Отбор проб воздуха рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02 — «ОПА Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест». Воздух со скоростью 5дм^3/мин аспирируют через фильтр «синяя лента, помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации сульфометурон-метила на уровне 0,5 ПДК необходимо отобрать 50 дм^3 воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при 4°С 7 дней.

9. Выполнение измерений

9.1. Воздух рабочей зоны

Фильтр пинцетом вынимают из фильтродержателя, помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 10 см^3 подкисленного этилового спирта. Через 10 мин фильтр несколько раз тщательно отжимают стеклянной палочкой в растворителе. Спиртовой раствор сливают в грушевидную колбу вместимостью 100 см^3, осторожно придерживая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют еще два раза, с

тем же количеством спирта. Из колбочки с помощью ротационного вакуумного испарителя почти полностью отгоняют растворитель. Следы растворителя отдувают слабым током воздуха

К сухому остатку пипеткой добавляют 5 см^3 раствора диазометана в диэтиловом эфире. Через 10-15 мин диазометан и эфир отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку в колбе пипеткой добавляют 50 см^3 гексана, колбу закрывают пробкой на шлиые и её стенки тщательно обмывают растворителем.

9.2. Атмосферный воздух

Фильтр пинцетом вынимают из фильтродержателя, помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 10 см^3 подкисленного этилового спирта. Через 10 мин фильтр несколько раз тщательно отжимают стеклянной палочкой в растворителе. Спиртовой раствор сливают в грушевидную колбу вместимостью 50 см^3, осторожно придерживая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют еще два раза, тем же количеством спирта. Из колбочки с помощью ротационного вакуумного испарителя почти полностью отгоняют растворитель. Следы растворителя отдувают слабым током воздуха

К сухому остатку пипеткой добавляют 2 см^3 раствора диазометана в диэтиловом эфире. Через 10-15 мин диазометан и эфир отдувают слабым током воздуха. Остаток в колбе растворяют в 2 см^3 гексана. Колбу закрывают пробкой на шлифе и её стенки аккуратно обмывают растворителем.

9.3 Выполнение измерений

Подготовленные по п. 9.1. пробы воздуха рабочей зоны или по п. 9.2. пробы атмосферного воздуха, анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п.7.4.

Параллельно с рабочей пробой в хроматограф вводят по 1 мкл стандартных растворов сравнения, полученных по п.7.5.2.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом, по высоте пиков. Расчет проводят по стандартному раствору, высота пика которого наиболее близка к высоте пика рабочей пробы.

Перед анализом рабочей пробы проводят хроматографирование холостой (контрольной) пробы экстракта с неэкспонированного фильтра.

10. Обработка результатов анализа

Содержание сульфометурон-метила в воздуха рабочей зоны (атмосферного воздуха), X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{cm} H_{pn} V}{H_{cm} V_a V_{20}} \text{ мг/м}^3,$$

где C_{cm} – количество стандарта, введенного в хроматограф, нг;

H_{pn} – высота пика рабочей пробы, мм;

H_{cm} – высота пика стандарта, мм;

V – общий объем рабочего раствора, см^3;

V_a – объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный стандартным условиям (давление 760 мм.рт.ст., температура 20°С), дм^3

$$V_{20} = \frac{V_t \times 0,386 \times P}{(273 + t)},$$

где V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

P – барометрическое давление, мм. рт. ст.;

Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики или происходит «зашкаливание», к рабочему раствору пипеткой добавляют замеренное количество гексана и анализируют более разбавленный раствор. Примечание: идентификация и расчет концентрации в пробах могут быть проведены с помощью программ обработки хроматографических данных с применением компьютера, включенного в аналитическую систему.

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

$$d = \frac{d_{отн} \cdot \overline{X}}{100}, \text{ мг/м}^3,$$

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

$d_{отн}$ –норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 10%)

11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

- результат количественного анализа

$\overline{X}$ (мг/м^3),характеристика погрешности δ, Δ %, $P = 0,95$

или $\overline{X} \pm \Delta$ мг/м^3, $P = 0,95$,

где Δ - абсолютная погрешность.

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \overline{X}}{100}, \text{ мг/м}^3.$$

- результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

Если содержание вещества менее нижней границы диапазона измеряемых концентраций,результат анализа представляется в виде: «содержание сульфометурон-метила в воздухе рабочей зоны менее 0,5 мг/м^3» или «содержание сульфометурон-метила в атмосферном воздуха менее 0,02 мг/м^3».*

* 0,5 мг/м^3 и 0,02 мг/м^3 предел обнаружения сульфометурон-метила в воздезе рабочей зоны и в атмосферном воздухе соответственно при отборе 50 дм^3 воздуха.

12. 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».

13. Разработчики

Т.В. Алдошина, с.н.с.; Д.А. Соболева, с.н.с.; к.х.н.; Г.Ф. Бельская, с.н.с., к.х.н.; ФГУП "ВНИИХСЗР", 115088, Москва, Угрешская ул., 31. Тел.(495) 679-34-27.

gost.e-ecolog.ru