

**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование  
Российской Федерации**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ  
КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ,  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ  
И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

**Сборник методических указаний**

**МУК 4.1.2138—4.1.2151—06**

**Издание официальное**

**Москва, 2009**

**ББК 51.21  
О37**

**О37      Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—146с.**

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Формат 60x88/16

Печ. л. 9,25

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

## **Содержание**

1. Методические указания по измерению концентраций 2,4-Д в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2138-06.....	4
2. Методические указания индоксакарба в воздухе рабочей зоны методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2139-06.....	14
3. Методические указания по определению остаточных количеств бромадиолона в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2140-06 .....	23
4. Методические указания по измерению концентраций манкоцеба в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2141-06...34	
5. Методические указания по измерению концентраций металаксила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2142-06.....45	
6. Методические указания по измерению концентраций МЦПА в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2143-06.....56	
7. Газохроматографическое определение 1-метоксипропан-2-ол ацетата в атмосферном воздухе. МУК 4.1. 2144-06.....65	
8. Фотометрическое определение натрия перкарбоната в атмосферном воздухе. МУК 4.1. 2145-06.....77	
9. Методические указания по газохроматографическому определению концентраций 1,1 диметилгидразина в почве. МУК 4.1. 2146-06.....85	
10. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурана в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2147-06.....94	
11. Методические указания по измерению концентраций проквиназида в воздухе рабочей зоны методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2148-06.....106	
12. Методические указания по определению остаточных количеств пропаргита в воде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2149-06.....114	
13. Методические указания по измерению концентраций цимоксанила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1. 2150-06.....126	
14. Методические указания по измерению концентраций метомила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2151-06.....138	

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав потребителей и  
благополучия человека

Главный государственный санитарный врач

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

МУК 4.1/2006  
« 4 » декабря

2006 г.

Дата введения: 1 марта 2007.

### Методические указания

по измерению концентраций цимоксанила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения массовой концентрации цимоксанила в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе в диапазонах 0,1 - 1,0 мг/м<sup>3</sup>; 0,5 - 5 мкг/смыв; 0,0024 - 0,024 мг/м<sup>3</sup>.

Цимоксанил - действующее вещество препарата ОРДАН, СП (689 г/кг хлорокиси меди + 42 г/кг цимоксанила), производитель ЗАО Фирма «Август».

1-(2-циано-2-метоксииминоацетил)-3-этилмочевина (IUPAC)



C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>

Мол. масса 198,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Плотность 1.31 (при 25<sup>0</sup>С). Температура плавления 160 - 161<sup>0</sup>С. Давление паров при 20<sup>0</sup>С: 0.15 мПа. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей – бензole, толуоле, хлороформе, дихлорметане. Слабо растворим в петролейном эфире. Растворимость в органических растворителях: ацетон – 62.4; ацетонитрил – 57; хлористый метилен – 133; метанол – 22.9; гексан – 1.85; толуол – 5.29 г/дм<sup>3</sup> (при 20<sup>0</sup>С). Растворимость в воде – 890 мг/дм<sup>3</sup>.

В почве цимоксанил быстро разрушается под воздействием микроорганизмов. В тепличных условиях период полураспада составляет около трех дней, в полевых условиях от 7 до 14 дней. Миграция по почвенному профилю слабая.

*Краткая токсикологическая характеристика:*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс – 960 мг/кг; острые дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс - > 2000 мг/кг; острые ингаляционная токсичность для крыс 5060 мг/м<sup>3</sup> (4 часа).

*Область применения препарата*

Цимоксанил – контактный фунгицид с местным системным эффектом, обладающий защитным и лечебным действием против болезней, вызываемых споровыми грибами.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м<sup>3</sup>; ОБУВ в атмосферном воздухе населенных мест – 0,003 мг/м<sup>3</sup>.

**1. Погрешность измерений**

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

**2. Метод измерений**

Измерения концентраций цимоксанила выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД).

Концентрирование цимоксанила при исследовании воздуха рабочей зоны осуществляют на фильтр «синяя лента», атмосферного воздуха - на последовательно соединенные фильтр “синяя лента” и фильтр из пенополиуретана, экстракцию с фильтров проводят ацетоном.

Смыв с кожных покровов проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,5 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 91,0%, с поверхности кожи – 90,4%.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

**3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реагенты и материалы**

*3.1. Средства измерений*

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М»,  
снабженный термоионным с пределом детектирования

Номер Госреестра  
14516-95

по азоту в азобензоле $5 \times 10^{-13}$ г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 мм <sup>3</sup>	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°C, пределы измерения 0 - 55°C	ТУ 215-73Е
Колбы мерные вместимостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227
Цилиндры мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

Цимоксанил, аналитический стандарт с содержанием ГСО 7658-99 действующего вещества 99,4% (НИИХСЗР, НПК «Блок-1»)	
Азот особой чистоты, из баллона	ГОСТ 9293
Ацетон, осч	ГОСТ 2306
Вода дистиллированная	ГОСТ 6790
Натрий углекислый, хч	ГОСТ 83
Спирт этиловый ректифицированный	ГОСТ Р 51652 или ГОСТ 18300

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

### 3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
--------------------------------------	-----------------

Баня водяная		
Бумажные фильтры "синяя лента", обеззоленные		ТУ 6-09-2678-77
Бязь хлопчатобумажная белая		
Ворона Бюхнера		ГОСТ 9147
Воронки конусные диаметром 40-45 мм		ГОСТ 25336
Генератор водорода		
Груша резиновая		
Колба Бунзена		ГОСТ 25336
Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 150 см <sup>3</sup>		ГОСТ 9737
Компрессор		
Насос водоструйный		ГОСТ 25336
Пенополиуретан ППУ ПЕНОР-301		ТУ 2254-018-329-57768-2002
Пинцет		
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см <sup>3</sup>		ГОСТ 25336
Стекловата		
Стеклянные емкости вместимостью 100 см <sup>3</sup> с герметичной металлической крышкой		
Стеклянные палочки		
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 50		
Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария		
Установка для перегонки растворителей		
Хроматографическая колонка капиллярная ZB-5, длиной 15 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм		
Хроматографическая колонка капиллярная ZB-50, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 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 реагентами 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 «проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20\pm 5)^\circ\text{C}$  и относительной влажности не более 80%».

#### **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  $(20\pm 5)^\circ\text{C}$  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 ацетона (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров и салфеток для отбора проб, отбор проб.

##### **7.1. Очистка ацетона**

Ацетон перегоняют над небольшим количеством  $\text{KMnO}_4$  и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

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

*7.2.1. Исходный раствор цимоксанила для градуировки (концентрация 1 мг/см<sup>3</sup>).* В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,1 г цимоксанила, растворяют в 40 - 50 см<sup>3</sup> ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

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

*7.2.2. Раствор № 1 цимоксанила для градуировки (концентрация 50 мкг/см<sup>3</sup>).* В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> исходного раствора цимоксанила с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.1.), разбавляют ацетоном до метки.

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

*7.2.3. Рабочие растворы № 2 - 5 цимоксанила для градуировки и внесения (концентрация 0.25 - 2.5 мкг/см<sup>3</sup>)*

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 0.5, 1.0; 2.5 и 5.0 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 1 цимоксанила с концентрацией 50 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.2.), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией цимоксанила 0.25, 0.5, 1.25 и 2.5 мкг/см<sup>3</sup>, соответственно.

Растворы хранят в холодильнике при температуре 4-6°С в течение 10-ти дней.

Эти растворы цимоксанила используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

## *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ\*сек) от концентрации цимоксанила в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 2 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений. Устанавливают площадь пика действующего вещества.

Градуировочный график проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более, чем на 15% 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 «Кристалл-2000М», снабженный термоионным детектором

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

Температура детектора: 310<sup>0</sup>С

испарителя: 260<sup>0</sup>С

Температура терmostата колонки программируемая. Начальная температура – 150<sup>0</sup>С, выдержка 30 сек, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 160 °С, выдержка 3 мин, нагрев колонки со скоростью 25 градусов в минуту до температуры 250<sup>0</sup>С, выдержка - 3 мин.

Скорость газа 1 (азот): 40 см/сек, давление 17,235 кПа, поток 5,554 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 1,8 ; сброс 10 см<sup>3</sup>/мин

Скорость воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин; водорода 14 см<sup>3</sup>/мин

Хроматографируемый объем: 2 мм<sup>3</sup>

Ориентировочное время выхода цимоксанила: 3 мин 29 сек.

3.1.2. Колонка капиллярная ZB-50, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,5 мкм

Температура детектора: 310<sup>0</sup>С

испарителя: 250<sup>0</sup>С

Температура терmostата колонки программируемая. Начальная температура – 170<sup>0</sup>С, выдержка 7 мин, нагрев колонки со скоростью 35 градусов в минуту до температуры 240<sup>0</sup>С.

Скорость газа 1 (азот): 31.1 см/сек, давление 70 кПа, поток 1.4 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 3.6; сброс 5.0 см<sup>3</sup>/мин

Скорость водорода 12.5 см<sup>3</sup>/мин, воздуха – 200 см<sup>3</sup>/мин.

Хроматографируемый объем: 2 мм<sup>3</sup>

Ориентировочное время выхода цимоксанила: 6 мин

Линейный диапазон детектирования: 0.5 – 5 нг

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

Из пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2 – 2,5 мм, диаметром 48-50 мм, соответствующим внутреннему диаметру фильтродержателя. Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» также должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры из пенополиуретана и бумаги последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетоном порциями 25-30 см<sup>3</sup>, 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 смыча*

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10x10 см, затем их последовательно обрабатывают 5%-ным 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**

### *8.1. Воздух рабочей зоны*

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 2 – 5 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации цимоксанила на уровне 0,5 ОБУВ для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 5 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре +4-6°C - 10 дней.

### *8.2. Атмосферный воздух*

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02-81 "ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест". Воздух с объемным расходом 5 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через пробоотборную систему - последовательно соединенные бумажный фильтр "синяя лента" и фильтр из пенополиуретана, помещенные в фильтродержатель.

Для измерения концентрации цимоксанила на уровне 0,8 ОБУВ для атмосферного воздуха необходимо отобрать 105 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре +4-6°C - 10 дней.

## **9. Условия проведения смыча**

Смычи проводят в конце работы или после выполнения отдельных операций 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<sup>2</sup>). При необходимости отбирают фоновые смычи.

Смычи проводят способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 см<sup>3</sup> в стеклянную емкость с металлической крышкой. Тканевый салфеткой, смоченной растворителем, с помощью пинцета (индивидуально) обмывают кожный покров сверху вниз. Операцию повторяют дважды.

Срок хранения отобранных проб смычков, помещенных в герметично закрытую емкость, в холодильнике при температуре +4-6°C - 10 дней.

## **10. Выполнение измерений**

### ***10.1. Воздушная среда***

Экспонированные фильтры («синяя лента» - при исследовании воздуха рабочей зоны; «синяя лента + «пенополиуретан» - при исследовании атмосферного воздуха) переносят в химический стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, заливают 30 см<sup>3</sup> ацетона, помещают на встряхиватель на 10 минут. Растворитель сливают, фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 20 см<sup>3</sup>, выдерживая их в встряхивателе по 5 минут.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°C почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> (исследование воздуха рабочей зоны) или 1 см<sup>3</sup> (исследование атмосферного воздуха) ацетона и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

### ***10.2. Смычи с кожных покровов***

Пробу смыча 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<sup>3</sup>, предварительно ополоснув растворителем емкость, в которой находилась проба.

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

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию цимоксанила в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией  $2.5\text{ мкг/см}^3$ , разбавляют ацетоном (не более чем в 50 раз).

Перед анализом опытных образцов проводят хроматографирование холостых (контрольных) проб - экстрактов неэкспонированных фильтров и салфетки.

## 11. Обработка результатов анализа

### 11.1. Воздушная среда

Массовую концентрацию цимоксанила в пробе воздуха  $X, \text{ мг/м}^3$ , рассчитывают по формуле:

$$X = C * W/V_1, \text{ где}$$

$C$  - концентрация цимоксанила в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика,  $\text{мкг/см}^3$ ;

$W$  - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным (давление 760 мм рт. ст., температура  $20^{\circ}\text{C}$ ) при исследовании воздуха рабочей зоны или нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура  $0^{\circ}\text{C}$ ) при исследовании атмосферного воздуха,  $\text{дм}^3$ .

$$V_1 = R * P * u t / (273 + T),$$

где  $T$  - температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), град.С,

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

$u$  - расход воздуха при отборе пробы,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ,

$t$  - длительность отбора пробы, мин.

$R$  - коэффициент, равный 0,386 для воздуха рабочей зоны и 0,357 для атмосферного воздуха.

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

$$d = d_{\text{отн.}} * \bar{X}/100, \text{ мг/м}^3$$

где  $d$  - норматив оперативного контроля сходимости,  $\text{мг/м}^3$ ;

$d_{\text{отн.}}$  - норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 18%).

### 11.2. Смывы с кожных покровов

Массовую концентрацию цимоксанила в пробе смыва  $X$ ,  $\text{мкг/смыв}$ , рассчитывают по формуле:

$$X = C * W, \text{ где}$$

$C$  - концентрация цимоксанила в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика,  $\text{мкг/см}^3$ ;

$W$  - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования,  $\text{см}^3$ ;

Примечание: Идентификация и расчет концентрации металаксина 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  $\text{мг/м}^3$  или  $\text{мкг/смыв}$  (с указанием площади смыва в  $\text{см}^2$ ), характеристика погрешности  $\delta, \%$  ( $\pm 25\%$ ),  $P = 0,95$  или

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

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность.

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

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 цимоксанила в пробе воздуха рабочей зоны – менее  $0,1 \text{ мг/м}^3$ ; атмосферного воздуха – менее  $0,0024 \text{ мг/м}^3$ ; смыва – менее  $0,5 \text{ мкг/смыв}$ »\*

\* -  $0,1 \text{ мг}/\text{м}^3$ ;  $0,0024 \text{ мг}/\text{м}^3$ ;  $0,5 \text{ мкг}/\text{см}^2$  - пределы обнаружения при отборе  $25 \text{ дм}^3$  воздуха рабочей зоны;  $105 \text{ дм}^3$  атмосферного воздуха, в пробе смыва (фиксированная площадь смыва,  $\text{см}^2$ ), 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., Рогачева С.К. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»)