

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

**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  
ИЗ7

**ИЗ7 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

Тираж 100 экз.

Печ. л. 3,75  
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**

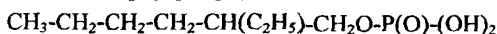
**Методические указания  
МУК 4.1.2348—08**

---

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<sup>3</sup>, 0,5—5,0 мкг/смыв, соответственно.

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

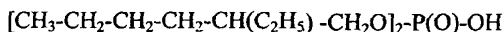
2-этилгексильный эфир фосфорной кислоты



C<sub>8</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>P

Мол. масса 210

бис(2-этилгексильный эфир) фосфорной кислоты



C<sub>16</sub>H<sub>35</sub>O<sub>4</sub>P

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<sup>3</sup>.

*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<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 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  $5 \times 10^{-14}$  г/с, предназначенный для  
работы с капиллярной колонкой

Весы аналитические ВЛА-200

Меры массы

Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 мм<sup>3</sup>

Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ

(ЗАО «ОПТЭК», г. Санкт-Петербург)

Барометр-анероид М-67

Номер Госреестра 14516—95

ГОСТ 24104

ГОСТ 7328

ТУ 2.833.105

Номер Госреестра

18860—05

ТУ 2504-1797—75

МУК 4.1.2338—08

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 215-73Е
Колбы мерные вместимостью 25 и 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 шлифованной пробкой вместимостью 50 см <sup>3</sup>	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-этилгексилловых 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 <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе	
вместимостью 50, 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	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 ( $20 \pm 5$ ) °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  $\text{KMnO}_4$  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<sup>3</sup> помещают 20 г гидроксида натрия, растворяют в 25—30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, доводят водой до метки.



### 7.3. Получение *N*-нитрозо-*N*-метилмочевины

В отсутствие коммерческого препарата нитрозометилмочевины осуществляют его синтез.

Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> вносят 20 см<sup>3</sup> 40 %-го раствора КОН и 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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 сосуда 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<sup>3</sup>)*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>).*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,4 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

Раствор хранится 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/см<sup>3</sup>).* В круглодонную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> исходного раствора фосфата эфира с концентрацией 2,5 мг/см<sup>3</sup>, вносят 3 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, перенося в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 0,5; 1,0; 5,0 и 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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 суммарной площади хроматографических пиков производных моно- и дизэфиров фосфорной кислоты (мВ·сек) от концентрации фосфата эфира в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм<sup>3</sup> 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 программируемая. 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<sup>3</sup>/мин.

Газ 2 : деление потока 1 : 2,473; сброс 10 см<sup>3</sup>/мин

Хроматографируемый объем: 1 мм<sup>3</sup>

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<sup>3</sup> 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-хкратно 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<sup>3</sup>/мин аспирируют через поглотительный прибор Рыхтера, заполненный 10 см<sup>3</sup> ацетона.

Для измерения концентрации фосфата эфира на уровне 0,5 ОБУВ для воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 1,7 дм<sup>3</sup> 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<sup>2</sup>). При необходимости отбирают фоновые смывы.

Смыв проводят способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 см<sup>3</sup> в стеклянную емкость 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<sup>3</sup>, поглотитель дополнительно обмывают 2—3 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> 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 дизэфиров 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> 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  $10 \text{ мкг/см}^3$ , 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 ( $X$ ),  $\text{мг/м}^3$ , рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W/V_t, \text{ где}$$

$C$  – концентрация фосфата эфира в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной суммы площадей хроматографических пиков производных моно- и диэфиров фосфорной кислоты,  $\text{мкг/см}^3$ ;

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

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

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

$T$  – 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,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ,

$t$  – длительность отбора пробы, мин.

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 ( $d$ ):

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

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

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

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

### 11.2. Смывы с кожных покровов

Массовую концентрацию фосфата эфира в пробе смыва  $X$ ,  $\text{мкг/смыв}$ , 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<sup>3</sup>;

$W$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>;

**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  $\bar{X}$  в мг/м<sup>3</sup> или мкг/смыв (с указанием площади смыва в см<sup>2</sup>), характеристика погрешности  $\delta$ , % ( $\pm 25$  %),  $P = 0,95$  или

$\bar{X} \pm \Delta$  мг/м<sup>3</sup> (мкг/смыв, площадь смыва, см<sup>2</sup>),  $P = 0,95$ , 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 фосфата эфира в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,17 мг/м<sup>3</sup>; смыва – менее 0,5 мкг/смыв\*

\* – 0,17 мг/м<sup>3</sup>; 0,5 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 3 дм<sup>3</sup> воздуха рабочей зоны; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 см<sup>2</sup>), 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).