

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

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

**Сборник методических указаний**

**МУК 4.1.1417 - 03; 4.1.1421 - 4.1.1425 -03;**

**4.1.1473 - 4.1.1477 - 03; 4.1.1785 - 4.1.1792 - 03**

**Выпуск 3**

**Часть 9**

Издание официальное

198

## УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач  
Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра здравоохранения  
Российской Федерации  
Г.Г. Онищенко

31.10.00 ММК.1. 1992-03

Дата введения: 01.04.2004.

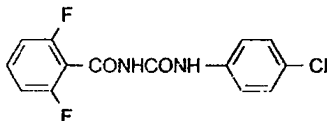
### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентрации дифлубензурана в воздухе рабочей зоны  
методами высокоэффективной жидкостной и газожидкостной  
хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны методами высокоэффективной жидкостной и газожидкостной хроматографии для определения в нем массовой концентрации дифлубензурана в диапазоне 0,3 - 3,0 мг/м<sup>3</sup>.

Дифлубензуран - действующее вещество препарата ДИМИЛИН, СИ (250 г/кг),  
фирма производитель Юнирояль Кемикал Ко Лтд, Великобритания.

3-(2,6-Дифторбензоил)-1-(4-хлорфенил)мочевина (IUPAC)



C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>ClF<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
Мол. масса 310,7

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления: 239°С.

Давление паров при 20° С : менее 1,3×10<sup>-5</sup> Па. Растворимость в органических растворителях (г/дм<sup>3</sup>): при 20°С: ацетон - 6,5; при 25°С: диметилформамид - 104,0; диметилсульфоксид - 120,0; диоксан - 24,0; метанол - 1,0; дихлорметан - 0,6. Растворимость в воде при 25° С - 0,08 мг/дм<sup>3</sup>.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

199

#### *Краткая токсикологическая характеристика:*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс и мышей - более 4600 мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс - более 10000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ( $LK_{50}$ ) для крыс - более 35 мг/дм<sup>3</sup>.

#### **Область применения препарата**

Дифлубензурон используется в качестве инсектицида гормонального действия, нарушающего процесс образования хитина в организме насекомых. Активен против большого числа насекомых, обладает, в основном, кишечным действием. Рекомендуется для борьбы с болезнями плодовых культур (яблоня), овощных (капуста), в лесопосадках для защиты грибов, борьбы с личинками комаров.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны - 3,0 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 измерения**

Измерения концентраций дифлубензурана выполняют методами высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором или газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов после кислотного гидролиза дифлубензурана с последующей обработкой трифторуксусным ангидридом.

Концентрирование дифлубензурана из воздуха осуществляют на бумажные фильтры "синяя лента".

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы - 0,1 нг (ГЖХ) и 2 нг (ВЭЖХ).

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

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

#### **3.1. Средства измерений**

Газовый хроматограф "Цвет -560", снабженный детектором постоянной скорости рекомби.

200

нации ионов (ДПР) с пределом детектирования по лиддану  $4 \times 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>

ТУ 2.722.150

Жидкостной хроматограф Perkin-Elmer (США) с ультрафиолетовым детектором  
Микрошприцы типа МШ-1

Номер Госреестра 15945-97

емкостью 1 мм<sup>3</sup>

ТУ 5Е2-833-024

Аспирационное устройство ЭА-1

ТУ 25-11-1414-78

Барометр-анероид М-67

ТУ 2504-1797-75

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 24104-80Е

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2,  
цена деления 1<sup>0</sup>С, пределы измерения 0 - 55<sup>0</sup>С

ТУ 215-73Е

Мерные колбы емкостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770-74Е

Пипетки емкостью 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>

ГОСТ 20292-74Е

Пробирки градуированные со шлифом  
емкостью 10 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770-74Е

Цилиндры мерные емкостью 100 и 250 см<sup>3</sup>

ГОСТ 1770-74Е

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

Дифлубензурон с содержанием действующего  
вещества 99,0% (Юнироял Кемнкал Лтд, Великобритания)

Азот особой чистоты, из баллона

ГОСТ 9293-79

Ангидрид трифторуксусной кислоты  
(Riedel-de Haen А6)

Ацетон, ч.д.а.

ГОСТ 2603-79

Ацетонитрил для хроматографии, х.ч.

ТУ 6-09-4326-76

Вода бидистиллированная или деионизованная

Вода дистиллированная

Бензол, х.ч.

ГОСТ 5955-75

н-Гексан, х.ч.

ТУ 6-09-4521-77

Натрий гидроксид, х.ч.

ГОСТ 4221-76

201

Метиловый спирт, х.ч.	ГОСТ 6995-77
Натрий серноокислый безводный, х.ч.	ГОСТ 1277-81
Соляная кислота, х.ч.	ГОСТ 3118-67
Супелкопорт с 5% OV-210 (0,16 - 0,20 мм), Хемапол, Чехия	

### 3.3. *Вспомогательные устройства*

Бумажные фильтры “синяя лента”, обеззоленные, предварительно промытые ацетоном или этанолом	ТУ 6-09-2678-77
Воронки химические, конусные, диаметром 34-40 мм	ГОСТ 25336-82Е
Воронка Бюхнера, диаметром 20 мм	ГОСТ 9147-80Е
Водяная баня	
Груша резиновая	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336-82Е
Колбы грушевидные со шлифом, емкостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 10394-72
Колба плоскодонная со шлифом емкостью 300 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737-70
Насос водоструйный	ГОСТ 25336-82Е
Пробирки центрифужные	ГОСТ 25336-82Е
Ректификационная стационарная установка РУТ	ТУ 25-11-1103-75
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М	
Стаканы химические, емкостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336-82Е
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Термостат суховоздушный	ТУ 64-1-1411-76Е
Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении	
Фильтродержатели пластмассовые, диаметром 18 - 20 мм	

202

ГОСТ 9737-70

Холодильник водяной обратный

Хроматографическая колонка стеклянная,  
длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм

Хроматографическая колонка стальная,  
длиной 25 см, внутренним диаметром  
4 мм, содержащая Zorbax ODS, зернением  
5 мкм

Шприц для ввода образцов для жидкост-  
ного хроматографа вместимостью 50 мм<sup>3</sup>

Допускается применение другого оборудования и хроматографических колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими аналогичное разделение.

#### **4. Требования безопасности**

4.1. При работе с реактивами соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового и жидкостного хроматографов соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

#### **5. Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на газовом и жидкостном хроматографах.

#### **6. Условия измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150-69 при температуре воздуха  $20 \pm 5$  °С, атмосферное давление 630 - 800 мм рт. ст. и влажности не более 80%.
- выполнение измерений на газовом и жидкостном хроматографах проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к приборам.

203

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений осуществляют следующие работы: подготовка органических растворителей, приготовление растворов, подготовка хроматографических колонок и установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Метод ВЭЖХ

#### 7.1.1. Подготовка органических раствориелей

##### 7.1.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют. Непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

##### 7.1.1.2. Очистка ацетона

Растворитель сушат над молекулярными ситами 4А и подвергают фракционной перегонке на ректификационной колонне, целиком собранной из стекла с числом теоретических тарелок не менее 30. До начала отбора главной фракции приемник несколько раз промывают дистиллятом. Перегонку продолжают до тех пор, пока в сосуде для перегонки не останется приблизительно 100 см<sup>3</sup> ацетона. Температуру водяной бани следует снижать по мере уменьшения объема ацетона, во всех случаях она не должна превышать температуру кипения ацетона более чем на 20<sup>0</sup>.

##### 7.1.1.3. Контроль чистоты ацетона

В круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 30 см<sup>3</sup> ацетона, упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха, в колбу вносят 5 см<sup>3</sup> подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 7.1.2.) и анализируют раствор в условиях хроматографирования по п. 7.6.1.1.

#### 7.1.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 600 см<sup>3</sup> ацетонитрила, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

204

## 7.2. Метод ГЖХ

### 7.2.1. Приготовление 12,5 N раствора гидроксида натрия

Навеску гидроксида натрия массой 50,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

### 7.2.2. Приготовление 3,6 M раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

## 7.3. Приготовление стандартных растворов

### 7.3.1. Серия №1 (метод ВЭЖХ)

7.3.1.1. Исходный раствор дифлубензурана для градуировки (концентрация 1 мг/см<sup>3</sup>). В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 0,0500 г дифлубензурана, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

7.3.1.2. Раствор №1 дифлубензурана для градуировки (концентрация 10 мкг/см<sup>3</sup>). В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> исходного стандартного раствора дифлубензурана (п. 7.3.1.1.) с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup>, разбавляют ацетонитрилом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.3.1.3. Рабочие растворы №№ 2-6 дифлубензурана для градуировки (концентрации 0,1-1,0 мкг/см<sup>3</sup>).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора №1 (п. 7.3.1.2.) с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup>, доводят до метки подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 7.1.2.) и тщательно перемешивают. Получают рабочие растворы №№ 2-3, 5-6 с концентрацией дифлубензурана 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см<sup>3</sup>, соответственно. Раствор № 4 с концентрацией дифлубензурана 0,3 мкг/см<sup>3</sup> готовят аналогично, помещая в мерную колбу емкостью 50 см<sup>3</sup> 1,5 см<sup>3</sup> раствора № 1 (п. 7.3.1.2.). Растворы хранятся в холодильнике в течение суток.

### 7.3.2. Серия № 2 (метод ГЖХ)

7.3.2.1. Исходный раствор дифлубензурана для градуировки (концентрация 100 мкг/см<sup>3</sup>). В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,0100 г



205

дифлубензурана, доводят до метки метиловым спиртом, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 2-х недель.

*7.3.2.2. Раствор №1 для градуировки (соответствует концентрации дифлубензурана 20 мкг/см<sup>3</sup>). В конический концентратор вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2 см<sup>3</sup> исходного стандартного раствора дифлубензурана (п. 7.3.2.1.) с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>, растворитель отдувают потоком теплого воздуха и проводят гидролиз и дериватизацию согласно п.п. 8.2. и 8.3, соответственно. Раствор полученного производного упаривают до 5-7 см<sup>3</sup>, переносят в мерную пробирку и добавляют бензол до объема 10 см<sup>3</sup>. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.*

*7.3.2.3. Рабочие растворы №№ 2-6 для градуировки (соответствуют концентрации дифлубензурана 0,1-1,0 мкг/см<sup>3</sup>).*

В две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят с помощью пипетки 0,5 и 5,0 см<sup>3</sup> раствора № 1 концентрации 20 мкг/см<sup>3</sup> в бензоле (п. 7.3.2.2.) и доводят до метки бензолом. Получают растворы № 2 и № 6 с концентрациями 0,1 и 1,0 мкг/см<sup>3</sup>. Растворы №№ 3-5 с концентрациями 0,2; 0,3 и 0,5 мкг/см<sup>3</sup> готовят аналогично, помещая в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> 0,5; 0,75 и 1,25 см<sup>3</sup> раствора № 1, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике в течение месяца.

#### **7.4. Отбор проб**

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 "ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны".

В течение 15 минут последовательно отбирают 3 пробы, для чего воздух с объемным расходом 0,5-1 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют в течение 5 минут через фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации дифлубензурана на уровне 0,5 ПДК воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 0,33 дм<sup>3</sup> воздуха (измерение по п. 7.6.1., ВЭЖХ) или 0,67 дм<sup>3</sup> воздуха (измерение по п. 7.6.2., ГЖХ).

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при +4<sup>o</sup>C, - 7 дней.

**7.5. Подготовка и кондиционирование хроматографических колонок**

206

### 7.5.1. Метод ГЖХ

Готовую насадку (5% OV-210 на Супелкопорте, 0,16 - 0,20 мм) засыпают в стеклянную колонку длиной 1 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 260 °С в течение 10-12 часов.

### 7.5.2. Метод ВЭЖХ

Промывают колонку подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 7.1.2.) в течение 30 минут при скорости подачи растворителя 1 см<sup>3</sup>/мин до установления стабильной базовой линии.

## 7.6. Установление градуировочной характеристики

### 7.6.1. Метод ВЭЖХ

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации дифлубензурана в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной градуировки с использованием серии стандартных растворов № 1, состоящей из 5-ти растворов №№ 2 - 6, приготовленных по п. 7.3.1.3. В инжектор хроматографа вводят по 20 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.1.1.

#### 7.6.1.1. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором Perkin-Elmer (США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая

Zorbax ODS, зернисем 5 мкм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода (60:40, по объему)

Скорость потока элюента: 1 см<sup>3</sup>/мин

Рабочая длина волны: 254 (или 280)\* нм

\*ПРИМЕЧАНИЕ - детектирование при длине волны 280 нм приемлемо при наличии в натуральных пробах воздуха примесей, поглощающих в области 254 нм, время выхода которых совпадает с временем выхода дифлубензурана.

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мм<sup>3</sup>

204

Время выхода дифлубензурана: 5,8 -6,0 мин

Линейный диапазон детектирования: 2 - 20 нг

Градуировочный график проверяют ежедневно по 1-2 -м стандартным растворам различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более, чем на  $\pm 5\%$  от данных, заложенных на графике, градуировочный график строят заново, используя свежеприготовленные рабочие стандартные растворы.

#### 7.6.2. Метод ГЖХ

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах дифлубензурана. Она выражает зависимость высоты пика (мм) от концентрации дифлубензурана в растворе ( $\text{мкг}/\text{см}^3$ ) и строится с использованием серии стандартных растворов № 2, состоящей из 5-ти растворов №№ 2-6, приготовленных по п. 7.3.2.3. В испаритель прибора вводят по  $1 \text{ мм}^3$  данных градуировочных растворов и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.2.1.

##### 7.6.2.1. Условия хроматографирования

Хроматограф газовый "Цвет - 560" с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов

Хроматографическая колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная 5% OV-210 на Супелкопорте (0,16-0,20 мм)

Температура термостата колонки -  $130^\circ\text{C}$

детектора -  $300^\circ\text{C}$

испарителя -  $150^\circ\text{C}$

Скорость газа-носителя (азота) -  $25 \pm 1 \text{ мл/мин}$

Рабочая шкала электрометра  $64 \times 10^{10} \text{ ом}$

Скорость движения ленты самописца  $200 \text{ мм/час}$

Объем вводимой пробы -  $1 \text{ мм}^3$

Время удерживания производного дифлубензурана - 2 мин 35 сек

Линейный диапазон детектирования: 0,1 - 1,0 нг

Градуировочный график проверяют ежедневно по 1-2 -м стандартным растворам различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более, чем на  $\pm 11\%$  от данных, заложенных на графике, градуировочный график строят заново, используя свежеприготовленные рабочие стандартные растворы.

## 8. Выполнение измерений

### 8.1. Подготовка проб к анализу

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, заливают 10 см<sup>3</sup> ацетона, оставляют на 10 минут, периодически перемешивая. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 см<sup>3</sup>.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 40 - 45<sup>0</sup> С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Сухой остаток при проведении измерений методом ВЭЖХ ( по п. 7.6.1.1.) растворяют в 5 см<sup>3</sup> подвижной фазы, центрифугируют (фильтруют через слой стекловаты, помещенный в конусную химическую воронку), хроматографируют. При проведении измерений методом ГЖХ (по п. 7.6.2.1.) сухой остаток подвергают гидролизу и дериватизации в соответствии с пп. 8.2 и 8.3. и хроматографируют.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Измеряют площадь или высоту пика, при ручной обработке хроматограмм высоты пиков измеряют на хроматограмме с помощью линейки с точностью до 0,5 мм.

Перед анализом испытываемой пробы проводят хроматографирование холостой пробы - экстракта неэкспонированного фильтра.

Образцы, дающие пики, большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup> разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ или бензолом (ГЖХ).

### 8.2. Гидролиз дифлубензурана

В конический концентратор емкостью 100 см<sup>3</sup> помещают стандартный раствор дифлубензурана или экстракт с фильтра, упаривают до влажного остатка, отдувают растворитель потоком воздуха, вносят 60 см<sup>3</sup> 3,6 М раствора соляной кислоты и в течение 6-ти часов выдерживают на водяной бане при кипении с обратным холодильником. После охлаждения к реакционной массе добавляют 12,5 N раствор гидроксида натрия до рН 10, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup> и проводят экстракцию 50 см<sup>3</sup> бензола при встряхивании в течение 1 мин. Процедуру экстракции повторяют трижды. Бензольные слои собирают, пропуская через обезвоженный сульфат натрия (весом около 20 г), помещенный на бумажный фильтр. По окончании сульфат натрия промывают тремя порциями бензола по 4 см<sup>3</sup>.

209

Объединенный бензолный экстракт упаривают на роторном испарителе до объема 20-30 см<sup>3</sup> и подвергают дериватизации.

### 8.3. Дериватизация

К бензолному раствору в концентраторе добавляют 0,5 см<sup>3</sup> ангидрида трифторуксусной кислоты и выдерживают с обратным холодильником в течение 3-х часов при температуре 50°C на водяной бане или в термостате. После охлаждения раствор упаривают до 5-7 см<sup>3</sup>, переносят в градуированную пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup> и добавляют бензол до объема 10 см<sup>3</sup>.

## 9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию дифлубензурана в пробе воздуха, X, мг/м<sup>3</sup> рассчитывают по формуле:

$$X = C * W/V_{20}, \text{ где}$$

X - содержание дифлубензурана в пробе воздуха, мг/м<sup>3</sup>;

C - концентрация дифлубензурана в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

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

V<sub>20</sub> - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт.ст., температура 20 °C), дм<sup>3</sup>.

$$V_{20} = 0,386 * P * ut / (273 + T), \text{ где}$$

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, дм<sup>3</sup>/мин,

t - длительность отбора пробы, мин.

Если пробоотборное устройство фиксирует объем воздуха (V, дм<sup>3</sup>), в вышеприведенной формуле произведение ut заменяется на V.

Идентификация и расчет концентрации дифлубензурана в пробах могут быть проведены с помощью программ обработки хроматографических данных с применением компьютера, подключенного к хроматографу.

## 10. Оформление результатов измерений

2.10

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляется в виде:

- результат анализа  $X$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), характеристика погрешности  $\delta$ , %,  $P = 0,95$  или

$\bar{X} \pm \Delta \text{ мг}/\text{м}^3$ ,  $P = 0,95$ , где

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

За результат анализа ( $\bar{X}$ ) принимается среднее арифметическое результатов параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$  ( $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$ ), расхождение между которыми не превосходит значений норматива оперативного контроля сходимости  $d$ . Значения норматива оперативного контроля сходимости приведены в таблице.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность.

#### 11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335-95. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

#### 12. Разработчики

Юдина Т.В., Волчек С.И., Волкова В.Н. (ФНЦГ им. Ф.Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.)