

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций
трифлусульфурон-метила
в атмосферном воздухе населенных мест
методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

Методические указания
МУК 4.1.3087—13

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций
трифлусульфурон-метила
в атмосферном воздухе населенных мест
методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3087—13**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 Измерение концентраций трифлуорсульфурон-метила в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—14 с.

ISBN 978—5—7508—1220—2

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, В. Н. Волкова, Л. П. Мухина).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 30 мая 2013 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 29 июля 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1220—2

© Роспотребнадзор, 2013

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

29 июля 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций трифлусульфурон-метила в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3087—13

Свидетельство об аттестации МВИ от 9.10.2012 № 01.00282—2008/
0140.09.10.12.

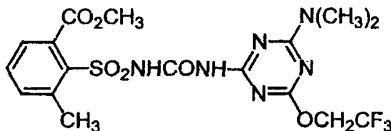
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе населенных мест массовой концентрации трифлусульфурон-метила в диапазоне 0,005—0,05 мг/м³.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: трифлусульфурон-метил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: метиловый эфир 2-[4-диметиламино-6-(2,2,2-трифторэтокси)-1,3,5-триазин-2-илкарбомоил-сульфонил]-мета-толуиловой кислоты.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₁₇H₁₉F₃N₆O₆S.

Молекулярная масса: 492,4 г/моль.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления 159—162 °С. Давление паров 6×10^{-7} мПа (при 25 °С). Коэффициент распре-

деления н-октанол–вода: $K_{ow} \log P = 0,96$. Растворимость в органических растворителях (в г/дм³): дихлорметан – 580, ацетон – 120; толуол – 2,0; ацетонитрил – 80; метанол – 7 (при 25 °С). Растворимость в воде при 25 °С (в г/дм³): 1 (рН 3,0); 3,8 (рН 5,0); 260 (рН 7,0); 11 000 (рН 9,0).

Агрегатное состояние в воздушной среде – аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD₅₀) для крыс > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD₅₀) для кроликов > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC₅₀) для крыс > 5,1 мг/дм³.

Область применения

Трифлусульфурон-метил – гербицид из группы сульфонилмочевин, эффективен в борьбе с сорняками сахарной свеклы.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентраций трифлусульфурон-метила выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

Концентрирование вещества из атмосферного воздуха осуществляют на бумажный фильтр высокой плотности, экстракцию с фильтров проводят ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 95,14 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки
Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. и пределом допустимой погрешности (1 ± 2,5) мм рт. ст.

ТУ 2504-1797—75

Весы аналитические с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,001 г	ГОСТ Р53228—08
Гигрометр психометрический с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 % и пределом допускаемой абсолютной влажности $\pm (5—7) \%$	ТУ 25-11-1645—84
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см ³	ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81)
Пробоотборное устройство 2-канальное, с диапазонами расхода 0,2—1,0 дм ³ /мин и 5,0—1,0 дм ³ /мин и пределом допустимой погрешности $\pm (5—7) \%$	
Термометр лабораторный шкальный, пределы измерения $-35—55 \text{ }^\circ\text{C}$	ТУ 25-2021.003—88
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 500 и 1 000 см ³	ГОСТ 1770—74

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Трифлуорсульфурон-метил, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,4 %	
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-14.2167—84
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Спирт этиловый (этанол) ректифицированный	ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87
Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), хч	ТУ 6-09-4173—85

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией.

3.3. *Вспомогательные устройства, материалы*

Аппарат для встряхивания проб	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	
Ультразвуковая ванна с рабочей частотой 35 кГц	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336—82
Бумажные фильтры высокой плотности, обеззоленные (фильтры)	ТУ 2642-001-05015242—07
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-9082—03
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 150 см ³	ГОСТ 25336—82
Мембраны микропористые капроновые 0,45 мкм	ТУ 9471-002-10471723—03
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82
Пинцет медицинский нержавеющей	ГОСТ 21241—89
Пробирки со шлифом	ГОСТ 1770—74
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Стаканы химические с носиком вместимостью 150 см ³	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник обратный	ГОСТ 25336—82
Хроматографическая колонка стальная, заполненная обращенно-фазным сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, (150 х 4,6) мм, зернение 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 мм ³	

Примечание. Допускается применение 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—76, требования по электробезопасности при работе с электро-

установками по ГОСТ Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускают специалиста, прошедшего обучение, освоившего методику, владеющего техникой, имеющего опыт работы на жидкостном хроматографе и подтвердившего соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров, отбор проб.

7.1. Очистка растворителей

7.1.1. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.1.2. Ацетонитрил

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора (на 1 дм^3 ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 ч,

после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 дм^3 ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,3 % (0,3 %-й раствор). В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500 см^3 бидистиллированной или деионизованной воды, $3,0 \text{ см}^3$ ортофосфорной кислоты, перемешивают, доводят до метки бидистиллированной или деионизованной водой и еще раз тщательно перемешивают.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 570 см^3 ацетонитрила и 430 см^3 0,3 %-го раствора ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя $0,8 \text{ см}^3/\text{мин}$ до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.4.1. Исходный раствор трифлуорсульфурон метила для градуировки (концентрация $1 \text{ мг}/\text{см}^3$). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают $0,100 \text{ г}$ трифлуорсульфурон-метила, растворяют в $50\text{—}60 \text{ см}^3$ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре $4\text{—}6 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3 месяцев.

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

7.4.2. Раствор № 1 трифлуорсульфурон-метила для градуировки и внесения (концентрация $10 \text{ мкг}/\text{см}^3$). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора трифлуорсульфурон-метила с концентрацией $1 \text{ мг}/\text{см}^3$ (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре $4\text{—}6 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено», а также контроля качества результатов методом «добавок».

7.4.3. Рабочие растворы № 2—5 трифлуорсульфурон-метила для градуировки (концентрация $0,05\text{—}0,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по $0,5; 1,0; 2,5$ и $5,0 \text{ см}^3$ градуировочного рас-

твора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.4.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией трифлуорсульфурон-метила 0,05; 0,1; 0,25 и $0,5 \text{ мкг/см}^3$ соответственно.

Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре $4-6 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 14 дней.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ($\text{мЕА} \cdot \text{с}$) от концентрации трифлуорсульфурон-метила в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования, указанных ниже. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков действующего вещества, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с быстросканирующим ультрафиолетовым детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Хроматографическая колонка стальная, заполненная обращенно-фазным сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, ($150 \times 4,6$) мм, зернение 5 мкм.

Температура колонки: $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Подвижная фаза: ацетонитрил—0,3 %-я ортофосфорная кислота (57 : 43, по объему).

Скорость потока элюента: $0,8 \text{ см}^3/\text{мин}$.

Рабочая длина волны: 230 нм.

Объем вводимой пробы: 20 мм^3 .

Линейный диапазон детектирования: 1—10 нг.

7.6. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха

Диаметр фильтра должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетонитрилом порциями $25-30 \text{ см}^3$, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

8. Отбор и хранение проб воздуха

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

Воздух с объемным расходом 5 дм³/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из фильтра, помещенного в фильтродержатель.

Для измерения концентрации трифлусульфурон-метила на уровне предела обнаружения (0,005 мг/м³) необходимо отобрать 50 дм³ воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—5 °С 14 дней.

9. Выполнение измерений

Экспонированные фильтры переносят в химический стакан вместимостью 150 см³, заливают 10 см³ ацетона, помещают на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают, фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 см³, выдерживая на встряхивателе по 10 мин.

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С досуха. Остаток растворяют в 5 см³ подвижной фазы (подготовленной по п. 7.2), тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочной характеристики определяют концентрацию трифлусульфурон-метила в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 0,5 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой (не более, чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Концентрацию трифлусульфурон-метила в пробе воздуха (X), мг/м³, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot W}{V_t}, \text{ где}$$

C — концентрация трифлусульфурон-метила в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;

V_i – объем пробы воздуха, отобранной для анализа, приведенной к нормальным условиям (температура 0 °С и атмосферное давление 760 мм рт. ст.), дм³:

$$V_i = \frac{R \cdot P \cdot ut}{273 + T}, \text{ где}$$

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, дм³/мин;

t – длительность отбора пробы, мин;

R – коэффициент, равный 0,357 для атмосферного воздуха.

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

11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляю в виде:

• результат анализа \bar{X} в мг/м³, характеристика погрешности δ , % (табл.), $P = 0,95$ или

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

\bar{X} – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/м³;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м³:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, табл.), %.

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 трифлуорсульфурон-метила в пробе атмосферного воздуха – менее 0,005 мг/м³»**.

* – 0,005 мг/м³ – предел обнаружения при отборе 50 дм³ воздуха.

12. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов градуировочных растворов, содержание трифлусульфурон-метила в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,05 до 0,5 мкг/см³.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{|X - C| \cdot 100}{C} \leq B, \text{ где}$$

X — концентрация трифлусульфурон-метила в пробе при контрольном измерении, мкг/см³;

C — известная концентрация градуировочного раствора трифлусульфурон-метила, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см³;

B — норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % ($B = 10\%$ при $P = 0,95$).

Если величина расхождения (A) превышает 10 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов трифлусульфурон-метила, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.5.

Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

Таблица

Значения характеристики погрешности, нормативов повторяемости, воспроизводимости

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³	Показатель точности (границы относительной погрешности, $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение по повторяемости), σ_r , мг/м ³	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , мг/м ³	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R , мг/м ³ ($P = 0,95$)
Атмосферный воздух	0,005—0,05 мг/м ³	17	$0,02 \cdot \bar{X}$	$0,06 \cdot \bar{X}$	$0,08 \cdot \bar{X}$

\bar{X} – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе (мг/м³).

12.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом «добавок».

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранных для контроля процедуры выполнения анализа проб воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с экспонированных фильтров делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – X . Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (величина добавки C_0 должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой – X' . Результаты анализа исходной рабочей пробы (X) и рабочей пробы с добавкой (X') получают в условиях повторяемости (один аналитик, использование одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Контроль проводят путем сравнения результата контрольной процедуры K_x с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = \bar{X}' - \bar{X} - C_0, \text{ где}$$

\bar{X}' , \bar{X} , C_d – среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно (мг/м^3).

Норматив оперативного контроля точности K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\bar{x}, \bar{x}'}^2 + \Delta_{\bar{x}, \bar{x}}^2}$$

Проводят сопоставление результата контрольной процедуры (K_k) с нормативом контроля (K).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (1)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (1) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), не должно превышать предел воспроизводимости (R):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad \text{где} \quad (2)$$

R – предел воспроизводимости (табл.), мг/м^3 .

$R = 0,08 \cdot \bar{X}$, где

$\bar{X} = \frac{1}{2}(X_1 + X_2)$, где X_1, X_2 – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), мг/м^3 .

Если выполняется условие (2), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют, при повторном превышении указанного норматива выясняют причины и по возможности их устраняют.

Измерение концентраций трифлуорсульфон-метила в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

**Методические указания
МУК 4.1.3087—13**

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 3.10.13

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 56

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 7

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 (495)952-50-89