

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1.2589—10

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Методические указания
МУК 4.1.2589—10**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение** концентраций тифенсульфурон-метила в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, В. Н. Волкова, С. К. Рогачева).

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 03.12.2009 № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 26 марта 2010 г.

4. Введены в действие с 26 марта 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2010

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

26 марта 2010 г.

Дата введения: 26 марта 2010 г.

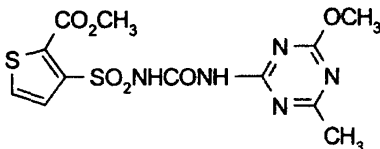
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Методические указания
МУК 4.1.2589—10**

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе массовой концентрации тифенсульфурон-метила в диапазоне 0,005—0,05 мг/м³.

3-[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)карбамоилсульфамоил]тиофен-2-карбоновая кислота, метиловый эфир (IUPAC):



$C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$
Мол. масса 387,4

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления 176 °С. Давление паров $1,7 \cdot 10^{-5}$ мПа (при 25 °С). Растворимость в органических растворителях при 25 °С (в г/дм³): ацетон – 11,9; ацетонитрил – 7,3; дихлорметан – 27,5; н-гексан <0,1; ксилол – 0,2; метанол, этанол – 0,9; этилацетат – 2,6. Растворимость в воде при 25 °С (в г/дм³):

0,23 (рН 5); 6,27 (рН 7). Коэффициент распределения н-октанол/вода $K_{ow} \log P = 0,20$ (рН 5); 0,02 (рН 7). Гидролитическая стабильность зависит от рН. DT_{50} (при 45 °С): 4,7 ч (рН 3); 38 ч (рН 5); 250 ч (рН 7); 11 ч (рН 9).

Константа диссоциации pK_a 4,0.

Агрегатное состояние в воздушной среде – аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс > 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс > 7,9 мг/дм³ (4 ч).

Область применения

Тифенсульфурон-метил – гербицид системного действия класса сульфонилмочевин, рекомендуется к применению на посевах зерновых культур для подавления роста широкого спектра однолетних и некоторых многолетних злаковых сорняков.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) тифенсульфурана в атмосферном воздухе – 0,01 мг/м³.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

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

Концентрирование тифенсульфурон-метила из воздуха осуществляют на бумажный фильтр «синяя лента», экстракцию с фильтров проводят этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1,0 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 92,93 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

| | |
|--|--|
| Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы «Perkin Elmer», США) | Номер в Государственном реестре средств измерений 15945—97 |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-1797—75 |

| | |
|--|---------------------------|
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104—2001 |
| Колбы мерные 2-100-2 и 2-1 000-2 | ГОСТ 1770—74 |
| Меры массы | ГОСТ 7328—2001 |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 см ³ | ГОСТ 29227—91 |
| Прооботборное устройство ОП 442ТЦ (ЗАО «ОПТЭК», г. Санкт-Петербург) | Номер Госреестра 18860—05 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С | ТУ 25-2021.003—88 |
| Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 500 см ³ | ГОСТ 1770—74 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

| | |
|--|-------------------------------------|
| Тифенсульфурон-метил, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,7 % (фирмы «Du Pont») | |
| Ацетонитрил для хроматографии, хч | ТУ-6-09-4326—76 |
| Вода бидистиллированная или деионизованная | ГОСТ 6709—72 |
| Калий углекислый (карбонат калия), хч | ГОСТ 4221—76 |
| Кислота орто-фосфорная, хч, 85 % | ГОСТ 6552—80 |
| Спирт этиловый ректифицированный | ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87 |
| Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), хч | ТУ 6-09-4173—85 |

Допускается использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией, не требующих выполнения п. 7.1 (очистки ацетонитрила).

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

| | |
|--|----------------------------|
| Аппарат для встряхивания типа АБУ-6с | ТУ 64-1-2851—78 |
| Баня водяная | |
| Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные | ТУ 6-09-2678—77 |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 9147—80 |
| Воронки конусные диаметром 40—45 мм | ГОСТ 25336—82 |
| Груша резиновая | ТУ 9398-005-0576-9082—2003 |
| Колба Бунзена | ГОСТ 25336—82 |
| Колбы грушевидные на шлифе (круглодонная колба) вместимостью 150 см ³ | ГОСТ 9737—93 |

| | |
|---|---------------|
| Насос водоструйный | ГОСТ 25336—82 |
| Пинцет медицинский нержавеющей | ГОСТ 21241—89 |
| Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см ³ | ГОСТ 25336—82 |
| Стеклянные палочки | |
| Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы «Buchi», Швейцария | |
| Установка для перегонки растворителей | |
| Фильтродержатель | |
| Набор для фильтрации растворителей через мембрану | |
| Хроматографическая колонка стальная длиной 250 мм, внутренним диаметром 2,0 мм, содержащая Spherisorb® S5 ODS 2 зернением 5 мкм | |
| Хроматографическая колонка стальная длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 С18 зернением 8 мкм | |
| Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 мм ³ | |

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—88, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79, 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 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—90.

5. Требования к квалификации операторов

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

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Очистка ацетонитрила

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

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Подвижная фаза № 1 (измерение по п. 7.5.1.1)

В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 650 см³ бидистиллированной или деионизованной воды, 1,0 см³ орто-фосфорной кислоты, 350 см³ ацетонитрила, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.2.2. Подвижная фаза № 2 (измерение по п. 7.5.1.2)

В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 550 см³ бидистиллированной или деионизованной воды, 1,0 см³ орто-фосфорной кислоты, 450 см³ ацетонитрила, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2.1 или 7.2.2) при скорости подачи растворителя 0,3 см³/мин (измерение по п. 7.5.1.1) или 1,0 см³/мин (измерение по п. 7.5.1.2) до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. *Исходный раствор тифенсульфурон-метила для градуировки (концентрация 100 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,0100 г тифенсульфурон-метила, растворяют в 50—60 см³ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.*

Раствор хранят в морозильной камере при температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 3 месяцев.

Растворы № 1—6 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.4.2. *Раствор № 1 тифенсульфурон-метила для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ исходного раствора тифенсульфурон-метила с концентрацией 100 мкг/см³ (п. 7.4.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.*

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

7.4.3. *Рабочие растворы № 2—6 тифенсульфурон-метила для градуировки (концентрация 0,05—1,0 мкг/см³). В 5 мерных колб вместимостью 100 см³ помещают по 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ градуировочного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см³ (п. 7.4.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—6 с концентрацией тифенсульфурон-метила 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/см³ соответственно.*

Рабочие растворы сразу после приготовления помещают в холодильник, где хранят при температуре $4\text{--}6\text{ }^{\circ}\text{C}$ не более 12 ч.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (относительные единицы) от концентрации тифенсульфурон-метила в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5 или № 3—6 (хроматографирование по п. 7.5.1.1 или п. 7.5.1.2 соответственно).

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.1.1 или п. 7.5.1.2.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу 2 растворов для градуировки различной концентрации. Если значения площадей отличаются более чем на 20 % от параметров градуировочной характеристики, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.5.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны.

7.5.1.1. Хроматографическая колонка стальная длиной 250 мм, внутренним диаметром 2,0 мм, содержащая Spherisorb® S5 ODS 2, зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Скорость потока элюента: 0,3 см³/мин.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода–орто-фосфорная кислота (35 : 65 : 0,1 по объему).

Рабочая длина волны: 250 нм.

Ориентировочное время выхода тифенсульфурон-метила: 7,2—7,4 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1—10 нг.

7.5.1.2. Хроматографирование по п. 7.5.1.2 осуществляется для определения в одной пробе 2 действующих веществ класса сульфонилмочевин-тифенсульфурон-метила и трибенурон-метила.

Хроматографическая колонка стальная длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 C18 зернением 8 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Скорость потока элюента: 1,0 см³/мин.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода–орто-фосфорная кислота (45 : 55 : 0,1 по объему).

Рабочая длина волны: 250 нм.

Ориентировочное время выхода тифенсульфурон-метила: 4,9—5,1 мин.

Ориентировочное время выхода трибенурон-метила: 9,8—10,0 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2—20 нг.

7.6. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха

Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетонитрилом порциями 25—30 см³, 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 «ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест». Воздух с объемным расходом 4—5 дм³/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации тифенсульфурон-метила на уровне предела обнаружения (0,005 мг/м³) необходимо отобрать 40 дм³ воздуха, для определения 0,8 ОБУВ (0,008 мг/м³) — 25 дм³ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—6 °С — 5 дней, в морозильной камере при температуре —18 °С — 20 дней.

10. Выполнение измерений

Экспонированный фильтр переносят в химический стакан вместимостью 150 см³, заливают 10 см³ этилового спирта, помещают на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями растворителя 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 почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 4 см³ подвижной фазы № 1 (подготовленной по п. 7.2.1) или 2 см³ подвижной фазы № 2 (подготовленной по п. 7.2.2) и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.5.1.1 или п. 7.5.1.2 соответственно.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Установив площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию тифенсульфурон-метила в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 0,5 мкг/см³ или 1,0 мкг/см³ (хроматографирование по п. 7.5.1.1 или п. 7.5.1.2 соответственно), разбавляют соответствующей подвижной фазой (не более чем в 50 раз).

11. Обработка результатов анализа

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

$$X = C \cdot W/V_t, \text{ где}$$

C – концентрация тифенсульфурон-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_t – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм³.

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

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.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости:

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \text{ где} \quad (1)$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг (дм³);

r – значение предела повторяемости (таблица), при этом $r = 2,8\sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

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/м³, характеристика погрешности δ , % (таблица), $P = 0,95$ 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;

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

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

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 тифенсульфурон-метила в пробе атмосферного воздуха менее 0,005 мг/м³».

** 0,005 мг/м³ – предел обнаружения при отборе 40 дм³ воздуха.*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Таблица

Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости

| Анализируемый объект | Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³ | Характеристика погрешности, $\pm \delta$, %, $P = 0,95$ | Норматив оперативного контроля точности, K , мг/м ³ ($P = 0,95$, $m = 2$) | Стандартное отклонение повторяемости, σ_r , мг/м ³ | Предел повторяемости, r , мг/м ³ | Предел воспроизводимости, R , мг/м ³ ($P = 0,95$, $m = 2$) |
|----------------------|---|--|---|--|---|--|
| Атмосферный воздух | 0,005—0,05 | 21 % | $0,21 \cdot \bar{X}$ | $0,054 \cdot \bar{X}$ | $0,15 \cdot \bar{X}$ | $0,18 \cdot \bar{X}$ |

X – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе;

\bar{X} – среднее значение (мг/м³, мкг/смыв).

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

13.2. Плановый внутривлабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранной для контроля процедуры выполнения анализа пробы воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Экстракт с фильтра 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 X_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.).

Решение об удовлетворительности процедуры анализа принимают при выполнении условия:

$$|X' - X - X_0| \leq K, \text{ где} \quad (2)$$

$$K = 0,21 \cdot \bar{X};$$

$$\bar{X} = 1/2(X + X' - X_0), \text{ где}$$

X, X' – результаты измерений исходной рабочей пробы и пробы с добавкой соответственно, мг/м³;

X_0 – величина добавки, мг/м³;

K – норматив оперативного контроля точности (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/м³.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) 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 двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \text{ где} \quad (3)$$

$$R = 0,18 \cdot \bar{X};$$

$$\bar{X} = 1/2(X_1 + X_2), \text{ где}$$

X_1, X_2 — результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/м³;

R — предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/м³.

Если выполняется условие (3), 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 тифенсульфурон-метила
в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2589—10**

Редактор Е. В. Николаева
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 22.10.10

Формат 60x88/16

Тираж 100 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 85

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 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 952-50-89