

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
глюфосината аммония  
в атмосферном воздухе населенных мест  
методом капиллярной газожидкостной  
хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2374—08**

**Издание официальное**

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

4.1. Методы контроля. Химические факторы

**Измерение концентраций глюфосината аммония  
в атмосферном воздухе населенных мест методом  
капиллярной газожидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2374-08**

ББК 51.21

И-37

И-37 **Измерение** концентраций глюфосината аммония в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 14с.

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (Юдина Т.В., Волчек С.И., Ларькина М.В., Рогачева С.К.).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 3 апреля 2008 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 16 июня 2008 г.

4. Введены в действие с 5 сентября 2008 г.

5. Введены впервые

**ББК 51.21**

Формат 60x88/16

Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20.

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

© Роспотребнадзор, 2009

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

**УТВЕРЖДАЮ**

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

Г.Г. Онищенко

16 июня 2008 г.

Дата введения: 5 сентября 2008 г.

**4.1. Методы контроля. Химические факторы**

**Измерение концентраций глюфосината аммония  
в атмосферном воздухе населенных мест методом  
капиллярной газожидкостной хроматографии**

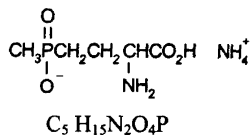
**Методические указания  
МУК 4.1.2374-08**

---

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе массовой концентрации глюфосината аммония в диапазоне 0,0016–0,016 мг/м<sup>3</sup>.

**Глюфосинат аммония**

Аммоний 4-[гидрокси(метил)фосфиноил]-DL-гомоаланинат (ИЮ-ПАК)



Мол. масса 198,2

Кристаллическое вещество белого цвета со слабым запахом. Температура плавления: 215<sup>0</sup>С. Давление паров: < 0,1мПа (20<sup>0</sup>С). Коэффициент распределения октанол/вода:  $K_{ow} \log P = < 0,1$  (рН 7, 22<sup>0</sup> С). Растворимость в воде 1370 мг/дм<sup>3</sup> (22<sup>0</sup>С). Растворимость в органических

## МУК 4.1.2374-08

растворителях (г/л, 20<sup>0</sup>С): ацетон – 0,16, этиловый спирт – 0,65, этилацетат – 0,14, толуол – 0,14, гексан – 0,2. Стабилен к свету

Агрегатное состояние в воздухе - пары и аэрозоль.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс – 1620-2000 мг/кг, для мышей – 431 мг/кг; собак 200-400 мг/кг. Острая дермальная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс - > 4000 мг/кг, для кроликов – 4000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK<sub>50</sub>) для крыс – 1,26 - 2,6 мг/ дм<sup>3</sup>.

ОБУВ в атмосферном воздухе населенных мест -0,002 мг/м<sup>3</sup>.

*Область применения препарата*

Глюфосинат аммония – неселективный контактный гербицид с ограниченной системностью, передвигающийся только внутри обработанных листьев. В процессе поступления в растение вещество диссоциирует и в клетках присутствует только глюфосинат свободная кислота. Гербицид используют для уничтожения однолетних и многолетних широколистных и злаковых сорняков в парах, посадках плодовых и цитрусовых культур, ягодных кустарниках и виноградниках путем направленного опрыскивания в период активного роста сорных растений, а также на овощных культурах при довсходовом применении препарата.

### 1. Погрешность измерений

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

### 2. Метод измерения

Измерения концентраций глюфосината аммония выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД), специфичным на фосфор, после превращения вещества в метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутират при взаимодействии с триметилортоацетатом. Концентрирование глюфосината аммония из воздуха осуществляют в поглотитель Рыхтера, заполненный дистиллированной водой.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки с использованием растворов производного глюфосината аммония - метил-4-(метоксиметил) фосфинил -2 ацетамидобутирата.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,1 нг, средняя полнота извлечения 91,18 %.

Определение глюфосината аммония в предлагаемых условиях избирательно.

### 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 не выше $1,7 \times 10^{-14}$ г/см <sup>3</sup> , предназначенный для работы с капиллярной колонкой	Номер Госреестра 14516-95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 мм <sup>3</sup>	ТУ 2.833.105
Пробоотборное устройство ПУ-4Э исп.1	Номер Госреестра 14531-03
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 <sup>o</sup> С, пределы измерения 0 - 55 <sup>o</sup> С	ТУ 215-73Е
Колбы мерные 2-100-2	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 0,1; 1,0; 2,0; 5,0; 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227
Цилиндры мерные вместимостью 25, 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### 3.2. Реактивы

Глюфосинат аммония, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,2% (Байер, Германия)	
Метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутират, содержание д.в. 98,9% (Байер, Германия).	
Аммиак водный (25% раствор), чда	ГОСТ 24177-80
Ацетон, хч	ТУ 6-09-3513-86
Азот особой чистоты, из баллона	
Кислота уксусная ледяная, хч	ГОСТ 61-75
Метилацетат (> 99%)/ Мерк, Германия (8.09711.1000)	
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995
Толуол, хч	ГОСТ 5789
Триметилортоацетат (98%)/Мерк, Германия(8.18804.0100)	
Натрия сульфат, хч, безводный	
Вода дистиллированная (деионизованная)	ГОСТ 4166
Кислота муравьиная (98%), хч	ГОСТ 6702
	ГОСТ 5848

МУК 4.1.2374-08

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

### **3.3. Вспомогательные устройства, материалы**

Аппарат для встряхивания типа АБУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Ванна ультразвуковая, модель DONAU LAB SONIK DLS 460 T/S (Австрия)	
Вакуумный эксикатор	ГОСТ 9737
Вата хлопковая	
Поглотительные приборы Рыхтера	ТУ 25-11-1136-75
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Патроны для твердофазной экстракции Waters Oasis MAX 6cc (500 мг)	
Колбы плоскодонные вместимостью 100 и 400 – 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50, 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель фирмы Buchi, Швейцария	
Стаканы химические, вместимостью 100, 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стекланные палочки	
Колонка капиллярная хроматографическая длиной 15 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщиной пленки 0,5 мкм, заполненная ZB-5	
Шприц для ввода образцов для газового хроматографа вместимостью 10 мм <sup>3</sup> (Hamilton, США)	
Холодильник водяной, обратный	ГОСТ 9737
Плитка электрическая	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 8-12 мм	
Силикагель для адсорбционной хроматографии (Серва, Германия) I степени активности (60-100 меш)	
Шприц медицинский с разъемом Льюера, одноразовый	
Компрессор	
Генератор водорода	ЖНЛК 2.000.010.0 ТУ

Допускается применение хроматографических колонок и 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 элек-

троустановками 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 не 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 специалиста с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

## **6. Условия измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$  и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## **7. Подготовка к выполнению измерений**

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органического растворителя (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, растворов внесения, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем, отбор проб, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с силикагелем.

### **7.1. Очистка толуола**

Растворитель сушат над молекулярными ситами 4А и подвергают фракционной перегонке на ректификационной колонне, целиком собранной из стекла с числом теоретических тарелок не менее 30.



### **7.2. Приготовление 0,015 М раствора водного аммиака**

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 2,0 см<sup>3</sup> водного аммиака (содержит 25% аммиака), добавляют 500 см<sup>3</sup> деионизованной воды, перемешивают и доводят водой до метки.

### **7.3. Приготовление 10%-ного раствора муравьиной кислоты**

В мерную колбу вместимостью 500 дм<sup>3</sup>, содержащую 200-300 см<sup>3</sup> деионизованной воды, добавляют 50 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты (98%), перемешивают и доводят до метки деионизованной водой.

### **7.4. Подготовка колонки с силикагелем**

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1,2 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и приливают около 5 см<sup>3</sup> метилацетата. Затем в колонку вносят суспензию 5 г силикагеля в 10 см<sup>3</sup> метилацетата. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 10 см<sup>3</sup> метилацетата со скоростью 1-2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

### **7.5. Приготовление градуировочных растворов**

7.5.1. Исходный раствор производного глюфосината аммония - метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутирата (соответствует концентрации глюфосината аммония 1 мг/см<sup>3</sup>).

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 126 мг метил-4-(метоксиметил) фосфинил-2-ацетамидобутирата, доводят до метки метанолом, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике при 4-6<sup>0</sup>С в течение 3-х месяцев.

7.5.2. Раствор №1 производного глюфосината аммония - метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутирата (соответствует концентрации глюфосината аммония 10 мкг/см<sup>3</sup>)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> исходного раствора метил-4-(метоксиметил)фосфинил – 2 ацетамидобутирата с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> (п. 7.5.1.), добавляют 50 см<sup>3</sup> метилацетата, перемешивают и доводят метилацетатом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4-6<sup>0</sup>С в течение 3 месяцев.

7.5.3. Рабочие растворы № 2 – 5 производного глюфосината аммония-метил-4- (метоксиметил)фосфинил – 2 ацетамидобутирата для градуировки (соответствует концентрации глюфосината аммония 0,1-1,0 мкг/см<sup>3</sup>). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 1; 2; 5 и 10 см<sup>3</sup> раствора № 1, доводят до метки метилацетатом и получают растворы с содержанием 0,1; 0,2; 0,5 и 1 мкг/см<sup>3</sup> глюфосината аммония. В испаритель хроматографа вводят 1 мм<sup>3</sup> растворов и анализируют по п. 7.8.1.

Растворы хранятся в холодильнике в течение одного месяца.

### **7.6. Приготовление растворов внесения глюфосината аммония**

#### **7.6.1. Исходный раствор №1 глюфосината аммония для внесения**

100 мг глюфосината аммония помещают в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, добавляют 60-70 см<sup>3</sup> 0,015 М раствора аммиака, перемешивают до полного растворения и доводят объем этим же растворителем до метки. Концентрация глюфосината аммония в растворе №1 составляет 1 мг/см<sup>3</sup>. Раствор хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

#### **7.6.2. Раствор №2 глюфосината аммония для внесения**

Переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> 1 см<sup>3</sup> раствора №1 и доводят 0,015М раствором водного аммиака до метки. Концентрация глюфосината аммония в растворе № 2 составляет 10 мкг/см<sup>3</sup>. Хранят в холодильнике не более 3-х месяцев. Раствор № 2 используют при изучении полноты извлечения глюфосината аммония.

### **7.7. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки**

Капиллярную кварцевую колонку ZB-5 устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 270<sup>0</sup>С и скорости газа-носителя 3 см<sup>3</sup>/мин в течение 4-5 часов.

### **7.8. Установление градуировочной характеристики**

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика производного метил-4-(метоксиметил) фосфинил-2-ацетамидобутирата (мВ\*сек) от концентрации глюфосината аммония в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по

4-м растворам для градуировки (№№ 2-5). Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

Градуировочный график проверяют перед выполнением измерений по одному из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более чем на 9% от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

#### *7.8.1. Условия хроматографирования*

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Хроматограф газовый «Кристалл 2000 М» с термоионным детектором, специфичным на фосфор с пределом детектирования (по фосфору в метафосе) не выше  $1,7 \times 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>.

Колонка стеклянная, кварцевая ZB-5, длина 15м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщиной пленки 0,5 мкм, фирма Phenomenex (США).

Температура детектора: 320<sup>0</sup>С, испарителя: 260<sup>0</sup>С, колонки (программа: 150<sup>0</sup>С-2мин.; 30<sup>0</sup>/мин до 180<sup>0</sup>С – 2 мин.; 35<sup>0</sup>/мин до 250<sup>0</sup>С – 5 мин).

Расход газов: газа-носителя (азот) 4,812 см<sup>3</sup>/мин; водорода и воздуха в ТИД – 11,0 и 200 см<sup>3</sup>/мин соответственно.

Деление потока: 1:3,005

Объем вводимой пробы – 1 мм<sup>3</sup>.

Время удерживания метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутирата: 3 мин 08 сек.

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

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 1 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют метилацетатом.

#### ***7.9. Проверка хроматографического поведения глюкофосината аммония на колонке с силикагелем***

В круглодонную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 0,5 см<sup>3</sup> градуировочного раствора №1 деривата глюкофосината аммония с концентрацией глюкофосината аммония 10 мкг/см<sup>3</sup> в метилацетате (п. 7.6.2.), раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 3 см<sup>3</sup> метилацетата. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.4. Промывают колонку 30 см<sup>3</sup> смеси метилацетат-метанол (95:5, по объему) со скоростью 1-2 капли сек., элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 60 см<sup>3</sup> смеси метилацетат-метанол (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в секунду. Фракционно (по 10 см<sup>3</sup>) отбирают элюат, упаривают, остат-

ки растворяют в 3 см<sup>3</sup> метилацетата и анализируют содержание деривата по п. 7.8.1.

Фракции, содержащие дериват глюфосината аммония, объединяют и вновь анализируют. Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

**Примечание:** При использовании новой партии сорбента или растворителей проводится проверка хроматографического поведения деривата глюфосината аммония.

### **7.10. Приготовление поглотительных приборов для отбора проб воздуха**

В поглотительные приборы Рыхтера помещают по 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, герметизируют заглушками.

### **7.11. Отбор проб**

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02-81 ОПА «Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест». Воздух с объемным расходом 3 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через поглотительный прибор Рыхтера, заполненный 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Для измерения концентраций глюфосината аммония на уровне 0,8 ОБУВ необходимо отобрать 62,5 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб (в поглотительных приборах, герметизированных заглушками) в холодильнике - 1 месяц.

## **8. Выполнение измерений**

### **8.1. Концентрирование пробы**

Содержимое поглотительного прибора Рыхтера объемом 10 см<sup>3</sup> с помощью медицинского шприца наносят на патрон для твердофазной экстракции Oasis MAX бсс и пропускают через него со скоростью 4-5 капель в секунду, при нанесении последней порции продавливают раствор до нижнего края сорбента. Промывают патрон 20 см<sup>3</sup> деионизованной воды, элюат отбрасывают. Для элюирования глюфосината аммония используют 20 см<sup>3</sup> 10%-ной муравьиной кислоты, собирают элюат в грушевидную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре 40-50<sup>0</sup>С. Для

удаления следов муравьиной кислоты к остатку приливают 10 см<sup>3</sup> деионизованной воды, вновь упаривают. Остаток воды удаляют упариванием с метилацетатом (3-5 см<sup>3</sup>). Далее подвергают дериватизации по п. 8.2.

### **8.2. Проведение дериватизации**

К сухому остатку приливают 2 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты, перемешивают, помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Затем добавляют 8 см<sup>3</sup> триметилортоацетата, снова подвергают ультразвуковой обработке в течение минуты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 4,5 часов. К охлажденной реакционной смеси трижды добавляют по 15 см<sup>3</sup> толуола и каждый раз упаривают содержимое на роторном испарителе при температуре 45<sup>0</sup>С до объема 1-2 см<sup>3</sup>.

Дальнейшую очистку деривата проводят по п. 8.3.

### **8.3. Очистка деривата на колонке с силикагелем**

К раствору деривата глюфосината аммония добавляют 2 см<sup>3</sup> метилацетата, перемешивают и наносят пипеткой на колонку с силикагелем (п.7.9). Колбу омывают 2 см<sup>3</sup> метилацетата и переносят их в колонку. Дают растворителю стечь до верхнего слоя сорбента, затем промывают колонку 30 см<sup>3</sup> смеси метилацетат-метанол (95:5, по объему), которые отбрасывают. Дериват глюфосината аммония элюируют с колонки 50 см<sup>3</sup> смеси метилацетат-метанол (80:20, по объему) со скоростью 1-2 капли в секунду. Элюат упаривают на роторном испарителе при температуре 40<sup>0</sup>С досуха. В колбу добавляют 1 см<sup>3</sup> метилацетата и анализируют дериват по п. 7.8.1.

Перед анализом опытных проб проводят контроль неэкспонированного поглотительного раствора, подвергая его процедуре пробоподготовки, дериватизации, очистки и измерения, изложенной в п.п. 8.1, 8.2, 8.3, 7.8.1.

## **9. Обработка результатов измерений**

Массовую концентрацию глюфосината аммония в пробе атмосферного воздуха  $X$ , мг/м<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

$$X = C * W/V_0, \text{ где}$$

C - концентрация глюфосината аммония в хроматографируемом объеме, мкг/см<sup>3</sup>, устанавливается по градуировочным характеристикам производного;

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

V<sub>0</sub> - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт.ст., температура 0° С), дм<sup>3</sup>

$$V_0 = 0,357 * P * t / (273 + T),$$

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

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

u - расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин,

t - длительность отбора пробы, мин.

**Примечание:** Идентификация и расчет концентраций глюфосината аммония в пробах могут быть проведены с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

## 10. Оформление результатов измерений

За результат анализа ( $\bar{X}$ ) принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X<sub>1</sub> и X<sub>2</sub> ( $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$ ), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости (d):

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

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

Огде d - норматив оперативного контроля сходимости, мг/м<sup>3</sup>;

d<sub>отн.</sub> - норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 6%).

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа  $\bar{X}$  (мг/м<sup>3</sup>), характеристика погрешности δ, % (равна 25%), P = 0,95 или  $\bar{X} \pm \Delta$  мг/м<sup>3</sup>, P = 0,95, где Δ - абсолютная погрешность

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

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:

МУК 4.1.2374-08

«содержание глюфосината аммония в пробе атмосферного воздуха – менее  $0,0016 \text{ мг/м}^3$ »\*

\* -  $0,0016 \text{ мг/м}^3$  - предел обнаружения при отборе  $62,5 \text{ дм}^3$  воздуха.

### **11. 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».