

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций флуметсулама
в атмосферном воздухе населенных мест
методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

Методические указания
МУК 4.1.3128—13

Издание официальное

Москва • 2014

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций флуметсулама
в атмосферном воздухе населенных мест
методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3128—13**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций флуметсулама в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1306—3

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора» (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, В. Н. Волкова, Л. П. Мухина); ГБОУ ДПО «Российская медицинская академия последипломного образования» Минздрава России (М. С. Орлов).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г. № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поновой 6 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1306—3

© Роспотребнадзор, 2014

© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ

Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации

А. Ю. Попова

6 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций флуметсулама в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3128—13

Свидетельство об аттестации МВИ № 01.00282-2008/0171.11.06.13
от 11.06.13.

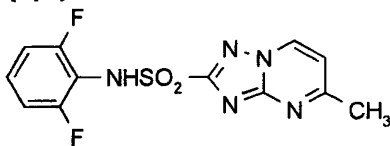
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе населенных мест массовой концентрации флуметсулама в диапазоне 0,0025—0,025 мг/м³.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: флуметсулам.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2',6'-дифтор-5-метил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-сульфонамид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₁₂H₉F₂N₅O₂S.

Молекулярная масса: 325,3.

Белое кристаллическое вещество со сладковатым запахом. Температура плавления 251—253 °С. Давление паров 3,7 · 10⁻⁷ мПа (при 25 °С). Коэффициент распределения н-октанол-вода: K_{ow} log P = -0,68.

Растворимость в воде при 25 °С (в г/дм³): 49 (рН 2,5). Легкорастворим в ацетоне и метаноле. Нерастворим в гексане.

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 > 1,2 мг/дм³ (4 ч).

Область применения:

Флуметсулам – гербицид из группы триазолпиримидинов, рекомендуется для применения на зерновых культурах, сое и кукурузе для борьбы с широколистными сорняками при предпосевной, довсходовой, повсходовой обработках.

Флуметсулам используется как отдельно, так и в комбинации с флорасуламом.

1. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в таблице для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³	Показатель точности (границы относительной погрешности, $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r , мг/м ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), 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	0,0025—0,025 мг/м ³	13	$0,026 \cdot \bar{X}$	$0,036 \cdot \bar{X}$	$0,07 \cdot \bar{X}$	$0,10 \cdot \bar{X}$

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

2. Метод измерений

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

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

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 92,7 %.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства 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 с пределом допустимой погрешности (1 ± 2,5) мм рт. ст.

ТУ 2504-1799—75

Весы аналитические, с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,001 г

ГОСТ Р 53228—08

Гигрометр психометрический с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 % и с пределом допускаемой абсолютной влажности ± (5—7) %

ТУ 25-11-1645—84

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-5 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 см³

ГОСТ 29227—91

Пробоотборное устройство 2-канальное, с диапазонами расхода 0,2—1,0 дм³/мин и 5,0—

МУК 4.1.3128--13

1,0 дм³/мин и пределом допустимой погрешности ± 5—7 %

Термометр лабораторный шкальный, пределы измерения –35 °С —55 °С ТУ 25-1102.055—83

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 100, 500 и 1 000 см³ ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Флуметсулам, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99,8 %

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, 85 % ГОСТ 6552—80

Спирт этиловый (этанол) ректифицированный ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87

Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), химически чистый ТУ 6-09-4173—85

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания проб ТУ 64-1-2851—78

Баня водяная

Бумажные фильтры высокой плотности, обеззоленные (фильтры) ТУ 2642-001-05015242—07

Воронка Бюхнера ГОСТ 9147—80

Воронки химические конусные ГОСТ 25336—82

Груша резиновая ТУ 9398-005-0576-908

Колба Бунзена ГОСТ 25336—82

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 150 см³ ГОСТ 9737—93

Мембраны микропористые капроновые, размер пор 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 градуированные с шлифованной пробкой	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
Стекланные емкости вместимостью 100 см ³ с герметичной металлической крышкой	
Стекланные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтродержатель	
Холодильник обратный	
Хроматографическая колонка стальная (длиной 150 мм, диаметром 4,6 мм), заполненная обращенно-фазовым сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 мм ³	

Примечание. Допускается использование вспомогательных устройств 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 электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—2009, 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 операторов

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 ± 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 для отбора 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 дм³ ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 дм³ ацетонитрила 10 г карбоната калия).

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. *Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,05 % (0,05 %-й раствор).* В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 500 см³ бидистиллированной или деионизованной воды, 0,5 см³ 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 1 000 см³ помещают 350 см³ ацетонитрила и 650 см³ 0,05 %-го раствора ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

Подвижную фазу хранят в темном месте (в емкости из темного стекла) не более 14 дней.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2.) при скорости подачи растворителя 0,8 см³/мин до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

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

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

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

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

Раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

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

7.4.3. *Рабочие растворы № 2—5 флуметсулама для градуировки (концентрации 0,1—1,0 мкг/см³).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 1,0; 2,5; 5,0 и 10,0 см³ градуировочного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см³ (п. 7.4.2). Растворы доводят до метки

подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией флуметсулама 0,1; 0,25; 0,5 и 1,0 мкг/см³ соответственно.

Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 14 дней.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика от концентрации флуметсулама в растворе, устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки № 2—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ 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 ультрафиолетовым детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки

Хроматографическая колонка стальная (длиной 150 мм, диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, зернением 5 мкм)

Температура колонки: 25 °С

Подвижная фаза: ацетонитрил — 0,05 % ортофосфорная кислота (35 : 65, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 см³/мин

Рабочая длина волны: 260 нм

Объем вводимой пробы: 20 мм³

Линейный диапазон детектирования: 2—20 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 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 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

Воздух с объемным расходом 4—5 дм³/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из фильтра, помещенного в фильтродержатель.

Для измерения концентрации флуметсулама на уровне предела обнаружения (0,0025 мг/м³) необходимо отобрать 80 дм³ воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—5 °С — 15 дней.

Для длительного хранения пробы помещают в морозильную камеру при температуре —18 °С.

9. Выполнение измерений

Экспонированный фильтр переносят в химический стакан вместимостью 150 см³, заливают 10 см³ ацетона, помещают на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают, фильтр 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 2 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. Установливают площадь пика действующего вещества, с помощью градуировочной характеристики определяют концентрацию флуметсулама в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 1,0 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Концентрацию флуметсулама в пробе воздуха (X), мг/м³, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot W}{V_1}, \text{ где}$$

C – концентрация флуметсулама 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, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (температура 0 °С и атмосферное давление 760 мм рт. ст.), дм³.

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

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 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;

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

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 флуметсулама в пробе атмосферного воздуха – менее 0,0025 мг/м³»**

* – 0,0025 мг/м³ – предел обнаружения при отборе 80 дм³ воздуха.

12. 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».

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 флуометсулама в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,1 до 1,0 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 флуометсулама в пробе при контрольном измерении, мкг/см³;

C — известная концентрация градуировочного раствора флуометсулама, 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 флуометсулама, 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.

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, необхо-

димому для проведения анализа по методике. После отбора проб экстракт с экспонированного 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.).

Величина добавки C_0 должна удовлетворять условию:

$$C_0 \geq \Delta_{\bar{x}, \bar{x}} + \Delta_{\bar{x}, \bar{x}'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{\bar{x}, \bar{x}}$ ($\pm \Delta_{\bar{x}, \bar{x}'}$) — характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/м³.

Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_n = \pm 0,84 \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации, где Δ — граница абсолютной погрешности, мг/м.

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}$$

δ — граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), %.

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

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

\bar{X}' , \bar{X} , C_0 — среднее значение массовой концентрации анализируемого компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/м³.

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_c) с нормативом контроля (K).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

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

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.

12.3. 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 предела воспроизводимости (R):

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

$$R = 0,10 \cdot \bar{X};$$

R — предел воспроизводимости (таблица), мг/м³,

$\bar{X} = \frac{1}{2} (X_1 + X_2)$, где X_1, X_2 — результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории, разное время, разные операторы), мг/м³.

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 флуометсулама в атмосферном
воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной
хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3128—13**

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 24.09.14

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 57

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 8(495)952-50-89