

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1.3071—13

Издание официальное

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций бензойной кислоты
в атмосферном воздухе населенных мест
методом высокoeffективной
жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3071—13**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций бензойной кислоты в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1215—8

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 19 июля 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1215—8

© 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

19 июля 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Методические указания
МУК 4.1.3071—13**

Свидетельство о метрологической аттестации от 24.08.2012
№ 0128.24.08.12.

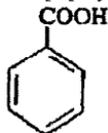
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе населенных мест массовой концентрации бензойной кислоты в диапазоне 0,01—0,10 мг/м³.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: бензойная кислота.

Название действующего вещества по ИЮПАК: бензолкарбоновая кислота.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C₇H₆O₂.

Молекулярная масса: 122,12.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления 122,4 °С. Давление паров 0,53 Па (при 20 °С). Коэффициент распределения н-октанол–вода: K_{ow} logP = 1,87. Растворимость в органических раствори-

телях (в г/дм³): ацетон – 556,0; бензол – 121,7; хлороформ – 150,2; этанол – 584; метанол – 715 (при 20 °С), этиловый эфир – 408; гексан – 9,4 (при 17 °С). Растворимость в воде при 20 °С (в г/дм³): 2,9 (рН 5,0; 7,0; 9,0).

Агрегатное состояние в воздушной среде – аэрозоль и пары.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD₅₀) для крыс > 2 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD₅₀) для крыс > 2 500 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC₅₀) > 3 000 мг/дм³. Оказывает умеренно раздражающее действие на кожу, слизистые оболочки глаз и дыхательные пути.

Область применения

Бензойная кислота – фунгицид класса карбоновых кислот, обладает высокой бактерицидной и бактериостатической активностью. Рекомендуются для однократной обработки корнеплодов сахарной свеклы и клубней картофеля против кагатных гнилей.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

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

Концентрирование вещества из атмосферного воздуха осуществляют на пробоотборные трубки, экстракцию с трубок проводят ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 1 нг. Средняя полнота извлечения с трубок – 93,58 %.

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 2504-1797—75

Весы аналитические, с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,001 г	ГОСТ Р 53228—08
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, 10,0 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 ± (5—7) %	ТУ 25-2021.003—88
Термометр лабораторный шкальный, пределы измерения —35—55 °С	ТУ 25-1102.055—83
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 100, 500 и 1 000 см ³	ГОСТ 1770—74
Гигрометр психометрический с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 % и с пределом допускаемой абсолютной влажности ± (5—7) %	ТУ 25-11-1645—84

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

3.2. Реактивы

Бензойная кислота, ВР-2000, 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*

Орбитальный шейкер для встряхивания проб, диапазон регулировки оборотов 50—200 об./мин, орбита до 10 мм	ТУ 64-1-2851—78
Баня водяная	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336—82
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ТУ 9471-002-10471723—03
Груша резиновая	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 150 см ³	ГОСТ 21241—89
Мембраны микропористые капроновые 0,45 мкм	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный	
Ректификационная колонна с числом теоретических колонок не менее 30	
Пинцет медицинский нержавеющей	
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой	ГОСТ 25336—82
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Трубки для отбора проб воздуха 2-секционные (длиной 100 мм, внутренним диаметром 8 мм), заполненные пористым полимерным сорбентом на основе 2,6-дифенил-п-фениленоксида (100 мг сорбента во фронтальной секции, 50 мг — в задней) — пробоотборные трубки	ГОСТ 1770—74
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см ³	
Стекловата	
Стекланные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтродержатель	
Холодильник обратный	
Хроматографическая колонка стальная, заполненная обращенно-фазным сорбентом с при-	

витами монофункциональными полярными группами С18, (150 × 4,6) мм, зернение 5 мкм

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 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 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 ± 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 органических растворителей (при необходимости), подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, приготовление растворов для градуировки и внесения, установление градуировочной характеристики.

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. Подготовка раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 0,1 % (0,1 %-й раствор). В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 500 см³ бидистиллированной или деионизованной воды, 1,0 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают, доводят до метки бидистиллированной или деионизованной водой и еще раз тщательно перемешивают.

7.2.2. Подготовка подвижной фазы. В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 300 см³ ацетонитрила и 700 см³ 0,1 %-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 см³/мин до установления стабильной базовой линии.

7.4. Подготовка градуировочных растворов и раствора внесения

7.4.1. Исходный раствор бензойной кислоты для градуировки (концентрация 100 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,01 г бензойной кислоты, растворяют в 50—60 см³ этилового спирта, доводят этиловым спиртом 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 бензойной кислоты для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ по-

мешают 10 см³ исходного раствора бензойной кислоты с концентрацией 100 мкг/см³ (п. 7.4.1), разбавляют этиловым спиртом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С 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—5 бензойной кислоты для градуировки (концентрация 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), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией бензойной кислоты 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 (мЕА · с) от концентрации бензойной кислоты в растворе (мкг/см³), 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 по п. 7.5.1. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков действующего вещества, на основании которых строят градуировочную зависимость.

7.5.1. 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 × 4,6) мм, зернение 5 мкм.

Температура колонки: 25 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил—0,1 %-я ортофосфорная кислота (30 : 70, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 см³/мин.

Рабочая длина волны: 230 нм.

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Линейный диапазон детектирования: 1—10 нг.

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 в воздухе населенных мест».

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через пробоотборную трубку.

Для измерения концентрации бензойной кислоты на уровне предела обнаружения (0,01 мг/м³) необходимо отобрать 50 дм³ воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильнике при температуре 4—5 °С 20 дней.

9. Выполнение измерений

Содержимое экспонированной пробоотборной трубки (полимерный сорбент и стекловату) переносят в градуированные пробирки на 10 см³, заливают 10 см³ ацетона, помещают на ультразвуковую ванну на 3 мин, затем на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают, трубки еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 см³.

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. 7.5.1.

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

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

10. Обработка результатов анализа

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

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

C – концентрация бензойной кислоты 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, отобранного для анализа, приведенного к нормальным условиям (температура 0 °С и атмосферное давление 760 мм рт. ст.), дм³.

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

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;

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

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 бензойной кислоты в пробе атмосферного воздуха – менее 0,01 мг/м³»**

* 0,01 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)—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 бензойной кислоты 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 бензойной кислоты в пробе при контрольном измерении, мкг/см³;

C – известная концентрация градуировочного раствора бензойной кислоты, 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 бензойной кислоты, 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, повторяемости, воспроизводимости

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	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	0,01—0,1	14	$0,012 \cdot \bar{X}$	$0,03 \cdot \bar{X}$	$0,05 \cdot \bar{X}$

\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 пробоотборных трубок 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_d 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_d должна удовлетворять условию:

$$C_d \geq \Delta_{a,\bar{X}} + \Delta_{a,\bar{X}'}, \text{ где}$$

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

Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_a = \pm 0,84 \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации, где Δ – граница абсолютной погрешности, мг/м³;

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

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

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

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

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

\bar{X}' , \bar{X} , C_d – 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:

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

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

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

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

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):

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

$$R = 0,05 \cdot \bar{X};$$

R – предел воспроизводимости (табл.), 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 бензойной кислоты в атмосферном
воздухе населенных мест методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.3071—13**

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

Подписано в печать 05.12.13

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 88

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 (495)952-50-89