Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение химических соединений в биологических средах

Сборник методических указаний
МУК 4.1.763—4.1.779—99

Издание официальное

Минздрав России
Москва • 2000

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение химических соединений в биологических средах

Сборник методических указаний

МУК 4.1.763—4.1.779—99

ББК 51.20+51.244
О60

О60 **Определение** химических соединений в биологических средах: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—152 с.

ISBN 5—7508—0194—2

1. Разработаны под редакцией академика РАЕН, д. м. н., проф. Зайцевой Н. В., к. б. н. Улановой Т. С., к. б. н. Нурисламовой Т. В., Карнажицкой Т. Д., Суетиной Г. Н., Поповой Н. В., Митрофановой В. М., Плаховой Л. В., Рудаковой Е. А. (ПНИКИ детской экопатологии).

2. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 6 июля 1999 г.

ББК 51.20+51.244

Ответственный редактор Акопова Н. Е.
Верстка Юшкова Т. Г.
Технический редактор Смирнов В. В.

Подписано в печать 10.03.00

Формат 60x88/16 Печ. л. 9,5

Тираж 3000 экз. Зак. 6705

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава РФ
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена
Октябрьской революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия "Первая Образцовая типография"
Министерства Российской Федерации по делам печати,
телерадиовещания и средств массовых коммуникаций.
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10
Тел.: 235-20-30

© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000

Содержание

Область применения 4

Газохроматографический метод количественного определения ацетона в биосредах (моча): МУК 4.1.763—99 4

Газохроматографический метод количественного определения предельных (гексан, гептан) и ароматических (бензол, толуол, этилбензол, о-,м-,п-ксилол) углеводородов в биосредах (моча): МУК 4.1.764—99 4

Газохроматографический метод количественного определения ароматических (бензол, толуол, этилбензол, о-,м-,п-ксилол) углеводородов в биосредах (кровь): МУК 4.1.765—99 4

Газохроматографический метод количественного определения ароматических аминосоединений (анилин, N-метиланилин, о-толуидин, N,N-диметиланилин, N-этиланилин, N,N-диэтиланилин) в биосредах (моча): МУК 4.1.766—99 4

Газохроматографический метод количественного определения ароматических аминосоединений (анилин, N-метиланилин, о-толуидин, N,N-диметиланилин, N-этиланилин, N,N-диэтиланилин) в биосредах (кровь): МУК 4.1.767—99 4

Методика количественного определения экзогенного фенола в биосредах (моча): МУК 4.1.768—99 4

Количественное определение формальдегида в моче методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.769—99 4

Количественное определение формальдегида в крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.770—99 4

Газохроматографическое определение концентраций метилового, этилового, изопропилового, пропилового, изобутилового и бутилового спиртов в моче: МУК 4.1.771—99 4

Газохроматографическое определение концентраций метилового, этилового, изопропилового, пропилового, изобутилового и бутилового спиртов в крови: МУК 4.1.772—99 4

Количественное определение ионов фтора в моче с использованием ионселективного электрода: МУК 4.1.773—99 4

Определение содержания железа, цинка, никеля в моче методом атомной абсорбции: МУК 4.1.774—99 106

Определение содержания железа, цинка, никеля в желчи методом атомной абсорбции: МУК 4.1.775—99 113

Определение содержания железа, цинка, никеля, меди и хрома в волосах методом атомной абсорбции: МУК 4.1.776—99 120

Определение содержания цинка, никеля, меди и хрома в крови методом атомной абсорбции: МУК 4.1.777—99 128

Определение содержания цинка, никеля, меди и хрома в женском молоке методом атомной абсорбции: МУК 4.1.778—99 136

Определение содержания марганца, свинца в моче методом атомной абсорбции: МУК 4.1.779—99 144

Приложение А 151

Приложение Б 152

Приложение В 152

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
6 июля 1999 г.
МУК 4.1.768—99
Дата введения: 6 сентября 1999 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика количественного определения экзогенного фенола в биосредах (моча)

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 8.563—96 «Методики выполнения измерений» и ГОСТа Р1.5—92. Методика анализа метрологически аттестована и обеспечивает определение фенола в диапазоне концентраций 0,1—1,2 мкг/см^3.

C_6H_5OH Мол. масса – 94,12

Фенол – бесцветные кристаллы с характерным запахом. $T_{кип}$ – 181,75 °С, $T_{плавл}$ – 40,9 °С. Фенол растворим в воде и органических растворителях. Фенол относится ко 2 классу опасности.

Методика обеспечивает выполнение измерений с суммарной погрешностью результата измерений 12,6 % при доверительной вероятности 0,95.

Сущность метода

Метод основан на перегонке фенола с водяным паром и фотометрическом определении по азокрасителю, образующемуся при взаимодействии фенола с диазотированным паранитроанилином.

Определению мешают крезолы.

Нижний предел измерения в объеме пробы – 0,05 мкг.

Длительность анализа – 30 мин.

Издание официальное

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

При выполнении применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

Средства измерений

Спектрофотометр СФ-26	
Весы лабораторные ВЛР-200 аналит.	ГОСТ 24104—80Е
Шкаф сушильный ШСС-80 П УХЛ 4.2	ТУ 16.531.743—83
Секундомер «Агат»	ГОСТ 5072—79Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, предел измерения 0—100 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215—73Е
Колбы мерные 2—100—2, 2—50—2, 2—25—2	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки 4—2—1, 2—1—5, 6—2—10	ГОСТ 20292—74Е
Установка для перегонки с водяным паром (прилож. В)	

Реактивы

Фенол ч. д. а.	ГОСТ 6417—72
Натрия карбонат х. ч.	ГОСТ 83—79
Натрия нитрит х. ч.	ГОСТ 4197—74
Паранитроанилин х. ч.	ТУ 6—09—06—545—75
Соляная кислота х. ч.	ГОСТ 3118—77
Щавелевая кислота ч.	ГОСТ 22180—76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Требования к безопасности

Помещение для проведения измерений должно соответствовать требованиям «Пожарных норм проектирования зданий и сооружений» (СНиП ПА-5-700) и «Санитарных норм проектирования промышленных предприятий» (СН-245-71) и СН и П-74.

При выполнении работ должны быть соблюдены меры противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.004—85 и правила техники безопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.007—76.

При работе необходимо соблюдать «Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях», утверждены МЗ СССР 20.12.82 (М.,1981), и «Прави-

ла устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утверждены Госгортехнадзором СССР 27.11.87 (М.: Недра,1989).

При работе с реактивом соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88.

При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—79 и инструкции по эксплуатации прибора.

Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика и опыт работы на спектрофотометре.

Условия измерений

При проведении процессов приготовления растворов и подготовки проб к анализу соблюдают следующие условия:

- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление 630—800 мм рт. ст.;
- влажность воздуха – не более 80 % при температуре 25 °С.

Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией по прибору.

Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

Приготовление растворов

Соляная кислота, 4 %-ный раствор. 10,0 см³ концентрированной соляной кислоты (ρ = 1,19 г/см³) добавляют к 100,0 см³ дистиллированной воды.

Нитрит натрия, 25 %-ный раствор. 25 г нитрита натрия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

Паранитроанилин, 0,1 %-ный раствор. 0,1 г паранитроанилина, предварительно высушенного при температуре 60 °С в течение 2 ч, растворяют в 4 %-ном растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см³. Перед употреблением раствор охлаждают до 0—5 °С.

Диазотированный паранитроанилин. 12,5 см³ охлажденного раствора паранитроанилина приливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют постепенно 2,5 см³ раствора нитрита натрия и через несколько минут доводят объем до 50 см³ дистиллированной водой. Диазотирование паранитроанилина следует проводить в вытяжном шкафу.

Щавелевая кислота, 10 %-ный раствор. 10 г щавелевой кислоты растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

Исходный раствор для градуировочной характеристики, 1 мг/см³. В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 20—30 см³ дистиллированной воды и точную навеску свежеперегнанного фенола 50 мг и доводят объем до 50 см³ дистиллированной водой.

Рабочий раствор для установления градуировочной характеристики с содержанием фенола 10 мкг/см³ готовится путем разбавления перед отгонкой.

Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от концентрации фенола в пробе, устанавливают по 3 сериям растворов.

Растворы для градуировки готовят в мерных колбах вместимостью 100 см³. Для этого в каждую колбу вносят раствор согласно таблице.

Таблица

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации фенола (фрагмент шкалы)

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (10,0 мкг/см³), см³	1,6	2,0	4,0	8,0	16,0
Содержание фенола, мкг/см³	0,16	0,20	0,40	0,80	1,60

Для установления градуировочной характеристики в колбу для перегонки помещают 5 см³ стандартного раствора, добавляют щавелевую кислоту до кислой реакции среды по лакмусовой бумаге и проводят перегонку с водяным паром. Отгоняют 10 см³ пробы. К отгону объемом 5 см³ добавляют 0,04 г карбоната натрия и тщательно перемешивают, затем добавляют 0,4 см³ диазотированного паранитроанилина и через 20 мин замеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при 494 нм.

Отбор проб

Отбор проб мочи в объеме 100 см³ производится в тщательно вымытый стеклянный сосуд с притертой пробкой. Анализ мочи проводить сразу или хранить в холодильнике не более 12 ч после отбора пробы.

Выполнение измерений

Для анализа берут 5 см³ мочи, наливают в колбу для перегонки, добавляют щавелевую кислоту до кислой реакции среды по лакмусовой бумаге и ведут перегонку с водяным паром. Из полученного оттона отбирают 5 см³ пробы, добавляют 0,04 г карбоната натрия и тщательно перемешивают, затем добавляют 0,4 см³ раствора диазотированного паранитроанилина. Содержимое пробирки вновь энергично встряхивают и через 20 мин замеряют оптическую плотность растворов в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при 494 нм.

Вычисление результатов измерений

Концентрацию (*C*) фенола в моче (мкг/см³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_1 \cdot V_2}{V_1}, \text{ где}$$

C_1 – концентрация вещества по градуировочному графику, мкг/см³;

V_1 – объем мочи, взятой для перегонки, см³;

V_2 – объем перегнанной пробы, см³.

Внутренний оперативный контроль

Внутренний оперативный контроль качества результатов контрольного химического анализа (сходимость, воспроизводимость, точность) осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве анализов и принятия при необходимости оперативных мер по его повышению (МИ 2335—95).

Оперативный контроль сходимости

Периодичность контроля сходимости измерений зависит от количества рабочих измерений (2 параллельные пробы). Отбирают 2 пробы мочи и каждую из них анализируют в соответствии с прописью методики.

Результаты признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$| C_1 - C_2 | \leq 0{,}01\, d \cdot C_{ср}.$$ где

C_1 и C_2 – результаты анализа 1 и 2 проб;

d – допустимое расхождение между двумя результатами одной и той же пробы (d = 35 %);

$C_{ср}$ – среднее значение между двумя определениями.

Оперативный контроль точности

Периодичность контроля погрешности измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами для контроля являются представительные пробы биосред, к которым делаются добавки в виде раствора. Отбирают 2 пробы и к одной из них делают добавку в виде раствора таким образом, чтобы их содержание увеличилось по сравнению с исходным на 50—150 %. Каждую пробу анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы X и рабочей пробы с добавкой X'. Результаты анализа исходной рабочей пробы X и рабочей пробы с добавкой X' получают не по возможности, а в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$| X' - X - C | < K_Д,$$ где

C – добавка к пробе в виде раствора с концентрацией, мкг/см^3;

$K_Д$ – норматив оперативного контроля погрешности, мкг/см^3.

При внешнем контроле ($P = 0{,}95$) принимают

$$K_Д = \sqrt{\Delta^2_{x'} + \Delta^2_x},$$ где

$\Delta^2_{x'}$ и Δ^2_x – характеристики погрешностей для исходной пробы и пробы с добавкой, мкг/см^3.

$$\Delta_{x'} = 0{,}165 \cdot X' \text{ и } \Delta_x = 0{,}165 \cdot X$$

При внутрилабораторном контроле ($P = 0{,}90$) принимают, что

$$K'_Д = 0{,}84 \cdot K_Д$$

При превышении оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и их устраняют.

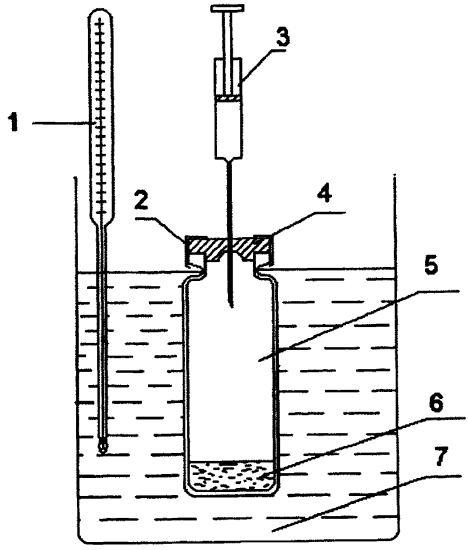


Рис. 1. Установка для создания равновесной паровой фазы.
1 – термометр; 2 – накидная гайка; 3 – шприц; 4 – резиновая мембрана; 5 – равновесный сосуд; 6 – проба; 7 – термостатируемая жидкостная баня.

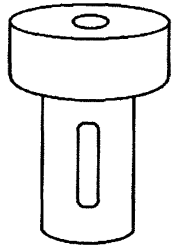
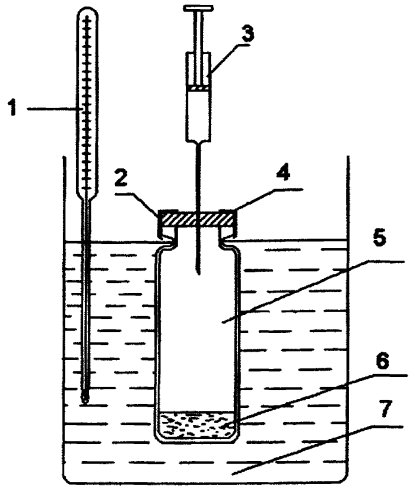


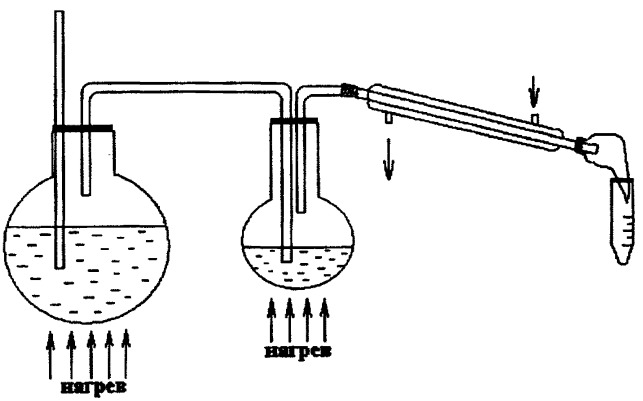
Рис. 2. Стакан с навинчивающейся крышкой для фиксации пробки на флаконе.

Приложение Б



Прибор для анализа равновесной паровой фазы:
1 – термометр; 2 – накидная гайка; 3 – шприц; 4 – резиновая мембрана; 5 – равновесный сосуд; 6 – проба; 7 – термостатируемая жидкостная баня

Приложение В



Установка для перегонки с водяным паром

gost.e-ecolog.ru