Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови методом капиллярной газовой хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3357—16

Издание официальное

Москва • 2016

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови методом капиллярной газовой хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3357—16

ББК 51.244
И37

И37 **Измерение** массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови методом капиллярной газовой хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1483—1

1. Разработаны Федеральным бюджетным учреждением науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» (Т. С. Уланова, Н. В. Зайцева, Т. В. Нурисламова, Н. А. Попова, О. А. Мальцева, Г. И. Терентьев).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 17 декабря 2015 г. № 2).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 10 марта 2016 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.244

ISBN 978—5—7508—1483—1

© Роспотребнадзор, 2016
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А.Ю. Попова
10 марта 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови методом капиллярной газовой хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3357—16

Свидетельство об аттестации № 88-16374-055-01.00076—2014 от 08.08.2014.

1. Назначение и область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газовой хроматографии для измерения массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в пробах крови в диапазоне от 0,0059 до 0,059 мг/дм^3.

1.2. Методические указания по измерению массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в пробах крови предназначены для использования в санитарно-гигиенических, экологических, лечебных и научных организациях, осуществляющих деятельность в области профпатологии и экологии человека.

1.3. Методические указания носят рекомендательный характер.

2. Физико-химические и токсикологические свойства

Метил-трет-бутиловый эфир (трет-бутилметиловый эфир, 2-метил-2-метоксипропан, МТБЭ) – бесцветная, прозрачная, легкоподвижная, летучая жидкость с эфирным запахом. Добавление метил-трет-бутилового эфира в бензины снижает содержание оксида углерода, углеводородов и полициклических ароматических соединений в отработавших газах автотранспорта.

Действует угнетающе на центральную нервную систему, отмечена зернистая дистрофия гепатоцитов, ретикулоцитоз, десквамация бронхиального и трахеального эпителия.

CAS	1634-04-4
Формула	$C_5H_{12}O$
Молекулярная масса	88,0
$T_{плавл}$°C	–
$T_{кип}$°C	55,2
Плотность, г/см^3	0,74
Растворимость, г/100 см^3	4,8
Давление насыщенных паров при T = 20 °C, кПа	41,4—61,2
Класс опасности	4

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентированных условий и проведения анализа в точном соответствии с данной методикой значения погрешности (и ее составляющих) результатов измерений не превышают значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения точности (правильности и прецизионности) методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатели прецизионности (относительные значения), %		Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности 0,95), ± δ_c,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± $\delta_л$, %
	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r	Стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$		
От 0,0059 до 0,059 вкл.	4,2	6,0	13	18

Значения показателя точности используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории.

4. Метод измерения

Измерение массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови выполняют газохроматографическим методом на капиллярной колонке с использованием детектора ионизации в пламени с предварительным выделением метил-трет-бутилового эфира из биологического материала (кровь) путем нагревания объекта. Анализ метил-трет-бутилового эфира в крови осуществляют методом статического равновесия паровой фазы и количественного определения по градуировочному графику.

Определению не мешают предельные и ароматические углеводороды.

Длительность измерений – 20 мин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

5.1 Средства измерений

Хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени и капиллярной колонкой	
Секундомер 60-минутный счетчик с ценой деления 0,2 мин. Диапазон рабочих температур от –20 до 40 °С	ТУ 25-1894.003—90
Микрошприцы, диапазон дозируемого объема 1—10 мкл с ценой деления 0,2 мкл, погрешность ± 1 %	ТУ 2.833.106—2000
Весы лабораторные равноплечие 2-го класса точности; наибольший предел взвешивания 200 г, диапазон взвешивания от 0 до 100 мг, цена деления делительного устройства – 0,05 мг. Погрешность взвешивания по шкале ± 0,15 мг	ГОСТ Р 53228—08
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1 000-2 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 1-го класса точности вместимостью 1-2-1-1, 1-2-1-2, 1-2-2-5 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Дозаторы жидкости механические с погрешностью ± 0,1 $мм^3$, объемом дозирования 1—5 $см^3$, 100—1 000 $мм^3$, 20—200 $мм^3$ с одноразовыми наконечниками	ГОСТ 28311—89
Пробирки вместимостью 5, 10 $см^3$	ГОСТ 1770—74

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

5.2 Реактивы

Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная)	ГОСТ 52501—05
Толуол, осч	ТУ 2631-065-44493179—01
Калий двухромовокислый для хроматографии, хч	ГОСТ 4220—75
Серная кислота концентрированная, осч	ГОСТ 14262—78
Метил-трет-бутиловый эфир для хроматографии, хч	

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

5.3. Вспомогательные устройства, материалы

Хроматографическая капиллярная колонка из кварцевого стекла с внутренним диаметром 0,32 мм длиной 60 м и толщиной пленки 1,8 мкм	
Хроматографическая капиллярная колонка из кварцевого стекла с внутренним диаметром 0,32 мм, длиной 30 м и толщиной пленки 0,25 мкм	
Дозатор равновесного пара, давление равновесного пара в контейнере от 0,01 до 0,25 МПа, объем дозируемой петли 2 мл, температура термостата от 50 до 150 °С, относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала не более 3 %	ГОСТ 15150—69
Редуктор кислородный	ТУ 3645-032-00220531—97
Центрифуга лабораторная медицинская Диапазон дискретного регулирования частоты вращения ротора (об./мин) от 0 до 8 000 об./мин. Напряжение питания от сети переменного тока частотой (50 ± 0,5) Гц (В) (220 ± 22) В, потребляемая мощность не более (В·А) 350	ГОСТ12.2.025—76
Виалы вместимостью 20 $см^3$	
Колпачок алюминиевый	
Септа для виалы	

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев до 150 °С с погрешностью ±5 °С	ТУ 16.531.743—83
Азот газообразный	ГОСТ 9293—74
Водород технический	ГОСТ 3022—80
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026—76
Стаканы термостойкие вместимостью 2 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Пробирки вакуумные для забора крови с напылением гепарина вместимостью 6 $см^3$	
Пробирки из полипропилена конические градуированные на 15 $см^3$, ТС 15А	

Примечание. Допускается использование вспомогательных устройств и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

6. Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1. При выполнении работ необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76.

6.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

6.3. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—09 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. При работе с сосудами, работающими под давлением, необходимо соблюдать правила их устройства и безопасной эксплуатации в соответствии с ПБ 03-576-03.

6.5. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005—88, ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

6.6. Организуют обучение работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

6.7. При работе с биологическими средами соблюдают санитарно-эпидемиологические правила СП 1.3.2322—08.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика и

опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения работ на газовом хроматографе.

8. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха 30—80 %;
- напряжение в сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 10) Гц.

Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- подготовка посуды;
- подготовка хроматографической системы;
- приготовление растворов;
- приготовление градуировочных растворов;
- построение градуировочной характеристики;
- отбор проб.

9.1. Подготовка посуды

Используемую посуду необходимо замочить в свежеприготовленном 3 %-м растворе бихромата калия в серной кислоте, промыть проточной водопроводной водой, ополоснуть дистиллированной водой и высушить в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

9.2. Подготовка хроматографической системы

Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

9.2.1. Подготовка хроматографической колонки.

Хроматографическую колонку перед эксплуатацией устанавливают в хроматограф и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 4 $см^3$/мин при температуре 240 °С в течение 2 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок. При отсутствии мешающих влияний колонка готова к работе.

9.2.2. Режим работы газового хроматографа.

Устанавливают режим работы газового хроматографа в соответствии со следующими условиями:

– температурный режим термостата колонки: первоначальная температура 50 °С, подъем со скоростью 10 °С/мин до 200 °С;

– режим испарителя: температура 200 °С; деление потока: 1 : 20;

– режим детектора: температура 250 °С;

– режим расхода газа-носителя (азота): 32 $см^3$/мин;

– время удерживания метил-трет-бутилового эфира: (9,59 ± 0,04) мин.

Записывают нулевую линию при установленных режимных параметрах. При отсутствии флуктуации приступают к работе.

9.3. Приготовление растворов

9.3.1. Приготовление исходного раствора. В мерную пробирку объемом 10 $см^3$ дозатором добавляют толуол в объеме 5 $см^3$, вводят микрошприцем 2 $мм^3$ метил-трет-бутилового эфира. Весовое содержание метил-трет-бутилового эфира в исходном стандартном растворе составляет (с учетом плотности и содержания основного вещества): 0,296 мг/$см^3$. Срок хранения раствора 12 ч.

9.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора. В мерную пробирку объемом 10 $см^3$ дозатором добавляют толуол в объеме 4,0 $см^3$, 1,0 $см^3$ исходного раствора метил-трет-бутилового эфира. Весовое содержание метил-трет-бутилового эфира в рабочем стандартном растворе составляет (с учетом плотности и содержания основного вещества) 0,0592 мг/$см^3$. Срок хранения раствора 12 ч.

9.3.3. Приготовление 1 %-го раствора серной кислоты. В термостойкий химический стакан помещают 100 $см^3$ бидистиллированной воды, при непрерывном помешивании приливают 1,1 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают. Срок хранения неограничен.

9.3.4. Приготовление 3 %-го раствора калия двухромовокислого. В термостойкий стакан вместимостью 1 $дм^3$ помещают 25 г калия двухромовокислого, осторожно приливают по палочке частями, тщательно перемешивая, 1 $дм^3$ концентрированной серной кислоты.

9.4. Приготовление градуировочных растворов

9.4.1. Приготовление градуировочных растворов. Градуировочные растворы метил-трет-бутилового эфира готовят в мерных пробирках объемом 5 $см^3$. Для этого в каждую пробирку дозатором вносят по 5 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют рабочий стандартный раствор в

соответствии с табл. 2 с концентрацией $C = 59{,}2$ мг/дм^3 и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций метил-трет-бутилового эфира

Градуировочный раствор	1	2	3	4	5
Объем рабочего стандартного раствора, мм^3	0,5	1,0	2,0	3	5
Массовая концентрация метил-трет-бутилового эфира, мг/дм^3	0,00592	0,01184	0,0236	0,0355	0,0592

9.5. Построение градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах методом абсолютной градуировки. Приготовленные градуировочные растворы метил-трет-бутилового эфира хроматографируют на капиллярной колонке не менее 5 раз. На полученной хроматограмме определяют площади пиков определяемого компонента и по средним результатам из 5 серий растворов для градуировки строят градуировочную характеристику. Она выражает зависимость площади пика исследуемого вещества на хроматограмме (мВ – при автоматическом обсчете с использованием программно-аппаратного комплекса) от концентрации (мкг/см^3). Каждая серия состоит из 5 растворов.

В виалы объемом 20 см^3 помещают дозатором по 5 см^3 градуировочных растворов (табл. 2) и подкисляют 1 %-м раствором серной кислоты до pH = 2—3. Виалы закрывают алюминиевыми колпачками с септами и ставят в дозатор равновесного пара. По истечении 10 мин осуществляется автоматический отбор парогазовой пробы объемом 2 см^3 и ее ввод в хроматографическую колонку через испаритель. Процедуру повторяют аналогично для каждого градуировочного раствора. На полученной хроматограмме определяют площади пиков определяемого компонента и по средним результатам из 5 серий строят градуировочную характеристику.

Градуировку проводят 1 раз в месяц и при смене реактивов.

9.6. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал в анализируемой серии измерений. Образцами для контроля стабильности являются градуировочные растворы, выбранные таким образом, чтобы массовая концентрация метил-трет-бутилового

эфира соответствовала нижней, верхней границам и середине диапазона построения градуировочной характеристики. Градуировка признается стабильной при выполнении условия:

$$|C_m - C| \le K_{гр}, \text{ где} \quad (1)$$

C – заданная массовая концентрация метил-трет-бутилового эфира в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C_m – результат измерения массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в образце для градуировки, мг/дм^3;

$K_{гр}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм^3, рассчитанный по формуле:

$$K_{гр} = 0{,}01 \cdot \delta_{гр} \cdot C, \text{ где} \quad (2)$$

$\delta_{гр}$ – погрешность установления градуировочной характеристики, %, ($\delta_{гр} = 9$ %).

При невыполнении условия стабильности градуировочной характеристики эксперимент повторяют с другим градуировочным раствором. При повторном невыполнении условия стабильности градуировочной характеристики выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и устанавливают новую градуировочную характеристику.

9.7. Отбор проб

Отбор проб венозной крови объемом не менее 10 см^3 производят в одноразовый шприц, оттуда переносят в пластмассовые пробирки с антикоагулянтом и закручивающимися крышками (использование резиновых крышек недопустимо). В качестве антикоагулянта используется гепарин (из расчета на 5 см^3 крови – 0,05 см^3 гепарина с концентрацией 5 000 ЕД/см^3). Анализ крови проводят в течение суток. Возможно хранение пробы крови в морозильной камере не более пяти дней.

10. Выполнение измерений

В виалы помещают по 5 см^3 крови, подкисляют 1 %-м раствором серной кислоты до pH = 2—3. Виалы закрывают алюминиевыми колпачками с септами и ставят в дозатор равновесного пара. По истечении 10 мин осуществляется автоматический отбор парогазовой пробы объемом 2 см^3 и ее ввод в хроматографическую колонку через испаритель.

Процедуру повторяют аналогично для второго образца и проводят выполнение измерений двух параллельных проб крови. Условия выполнения измерений аналогичны условиям при установлении градуировочной характеристики (п. 9.5).

11. Обработка (вычисление) результатов измерений

11.1. На хроматограмме рассчитывают площадь пика и по градуировочной характеристике определяют массовую концентрацию метилтрет-бутилового эфира в крови.

11.2. За окончательный результат измерения принимают результат среднего арифметического значения двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости C_1, C_2 (параллельных определений), для которых выполняется условие:

$$|C_1 - C_2| \le 0,01 \cdot r \cdot \frac{C_1 + C_2}{2}, \text{ где} \qquad (3)$$

r – предел повторяемости. Значения предела повторяемости приведены в табл. 3.

При невыполнении условия (3) получают дополнительно еще два результата измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое четырех результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие:

$$|C_{max,4} - C_{min,4}| \le 0,01 \cdot CR_{0,95}(4) \cdot \frac{C_1 + C_2 + C_3 + C_4}{4}, \text{ где} \qquad (4)$$

$CR_{0,95}(4)$ – критический диапазон. Значения критического диапазона приведены в табл. 3;

$C_{max,4}$ – максимальное значение из четырех результатов измерений;

$C_{min,4}$ – минимальное значение из четырех результатов измерений;

C_1, C_2, C_3, C_4 – значения четырех результатов измерений (параллельные определения).

При невыполнении условия (4) в качестве окончательного результата измерений принимают медиану четырех результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (параллельных определений). Дополнительно выявляют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условий (3) и (4).

Таблица 3

Значения пределов повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и критического диапазона при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости), r, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между наибольшим и наименьшим из четырех результатов измерений, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости), $CR_{0,95}(4)$, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_л$, %
От 0,0059 до 0,059 вкл.	12	15	17

12. Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде:

$$(\overline{C} \pm \Delta_л)\ \text{мг/дм}^3, \text{ где} \qquad (5)$$

$\overline{C}$ – средний результат измерений массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира, полученный в соответствии с процедурами раздела 9.5, мг/дм^3;

$\pm \Delta_л$ – границы абсолютной лабораторной погрешности измерений массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира, мг/дм^3 при $P = 0,95$.

Значение $\Delta_л$ рассчитывают по формуле:

$$\Delta_л = \frac{\delta_л \cdot \overline{C}}{100}, \text{ где} \qquad (6)$$

значение $\delta_л$ приведено в табл. 1.

13. Процедуры обеспечения достоверности измерений

13.1. Обеспечение достоверности измерений в пределах лаборатории организуют и проводят путем проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2. Контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля.

Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left|\overline{C'} - \overline{C} - C_д\right|, \text{ где} \quad (7)$$

$\overline{C'}$ – результат измерений массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3);

$\overline{C}$ – результат измерений массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3);

$C_д$ – величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,C'_ф} + \Delta^2_{л,C_ф}}, \text{ где} \quad (8)$$

$\Delta_{л,C'_ф}$, $\Delta_{л,C_ф}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, рассчитанные по формуле (6) или установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \le K \quad (9)$$

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Образцами для проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности, являются образцы крови с внесенными в них добавками градуировочных растворов метил-трет-бутилового эфира, подготовленных в соответствии с п. 9.4.

Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности (в пределах одной лаборатории, разными операторами, в разное время), проводят по результатам измерений массовых концентраций метил-трет-бутилового эфира в образцах крови с одинаковым содержанием метил-трет-бутилового эфира.

Результаты измерений признают приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 - C_2|}{(C_1 + C_2)/2} \cdot 100\,\% \leq R_л\text{, где} \qquad (10)$$

C_1 и C_2 – результаты измерений массовых концентраций метил-трет-бутилового эфира, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, т. е. в одной лаборатории в разное время, разными операторами;

$R_л$ – предел внутрилабораторной прецизионности, значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в табл. 3.

При невыполнении условия (10), процедуру повторяют. При повторном превышении предела внутрилабораторной прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.4. Оперативный контроль процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

Измерение массовой концентрации метил-трет-бутилового эфира в крови методом капиллярной газовой хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3357—16

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редакторы Л. С. Кучурова, Ю. А. Паршина
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 14.11.16

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 125 экз. Заказ 63

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
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru