Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение вредных веществ в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2771—4.1.2774—10

Издание официальное

Москва • 2011

gost.e-ecolog.ru

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

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение вредных веществ в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.2771—4.1.2774—10

ББК 28.072
О60

О60 **Определение** вредных веществ в биологических средах: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—67 с.

ISBN 978—5—7508—0893—9

Методические указания разработаны Федеральным государственным учреждением науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Роспотребнадзора.

ББК 28.072

ISBN 978—5—7508—0893—9

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение массовых концентраций марганца, свинца, никеля в желчи методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.2774—10

1. Разработаны Федеральным государственным учреждением науки «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Роспотребнадзора (авторы Н. В. Зайцева, Т. С. Уланова, Е. В. Стенно, М. А. Баканина., Ю. В. Шардакова, Г. И. Леготкина).

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 14.10.2010 № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 22 ноября 2010 г.

4. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
22 ноября 2010 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение массовых концентраций марганца, свинца, никеля в желчи методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Методические указания МУК 4.1.2774—10

1. Общие положения и область применения

1.1. Методические указания по определению массовых концентраций металлов (марганца, свинца, никеля) в желчи предназначены для использования территориальными органами и подведомственными организациями Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, в лечебных и научных учреждениях, осуществляющих деятельность в области профпатологии и экологии человека, научно-исследовательских институтах, занимающихся вопросами гигиены окружающей среды.

1.2. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля за содержанием металлов в биологических средах у населения, проживающего в районах с повышенным уровнем загрязнения окружающей среды и метрологически аттестованы (свидетельство № 223.1.11.11.97/2009).

1.3. Свинец (Pb), Атомная масса 207,20.

Свинец – мягкий серый металл. $T_{пл.}$ – 327,4 °С, $T_{кип.}$ – 1 744 °С, плотность – 11,34 г/см^3. В разбавленных кислотах практически нерастворим. Растворяется в азотной кислоте, в дистиллированной воде, особенно хорошо в присутствии кислорода воздуха и углекислого газа. При нагревании непосредственно соединяется с кислородом воздуха, галогенами, серой, теллуром. Относится к 1 классу опасности /1/.

1.4. Марганец (Mn). Атомная масса 54,94.

Марганец – серебристо-белый металл. $T_{пл.}$ – 1 245 °С, $T_{кип.}$ – 2 080 °С, плотность – 7,44 г/см^3.

Медленно реагирует с холодной водой. Взаимодействует с кислотами. Относится ко 2 классу опасности /1/.

1.5. Никель (Ni). Атомная масса – 58,69.

Никель – серебристо-белый металл, ковкий, пластичный, средней активности, устойчив по отношению к воде, растворяется в разбавленных кислотах. $T_{пл.}$ – 1 453 °С, $T_{кип.}$ – 2 800 °С, плотность – 8,90 г/см^3. Большинство солей никеля разлагается при прокаливании (600—800 °С). Никель и ряд его соединений обладают ферромагнитными свойствами. Почти все соли никеля сильных кислот хорошо растворимы в воде. Никель и его соли относятся ко 2 классу опасности /1/.

1.6. Диапазон измерений массовых концентраций марганца, свинца, никеля приведен в табл. 1.

Таблица 1

Наименование определяемого элемента и диапазоны измерений

Наименование определяемого металла	Диапазон измерений, мкг/см^3
Никель	от 0,1 до 1 включ.
Свинец	» 0,1 » 1 »
Марганец	» 0,025 » 0,25 »

2. Приписанные характеристики погрешности измерений

Методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости

Диапазон измерений, мкг/см^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное значение среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
от 0,025 до 0,1 включ.	4	6	7,5	15
св. 0,1 » 1 »	3	4	5	10
* Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений при коэффициенте охвата 2.				

3. Сущность метода

Определение марганца, свинца и никеля методом атомно-абсорбционной спектрометрии основано на измерении величины поглощения света соответствующей длины волны исследуемого элемента в пламени.

Для измерения используется поглощение с длиной волны, соответствующей максимуму поглощения определяемого металла при прохождении через содержащий пары атомов металлов слой воздуха: марганца – 279,5 нм, свинца – 283,3 нм, никеля – 232,2 нм /2/.

Длительность выполнения анализа составляет около 3 часов, без учета прогрева лампы, юстировки аппаратуры, приготовления градуировочных растворов, построения градуировочных графиков, подготовки проб к измерению и измерения.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

При подготовке проб желчи и измерении концентраций металлов в анализируемом растворе применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, растворы, материалы и реактивы.

4.1. Средства измерений

Атомно- абсорбционный спектрофотометр Perkin Elmer-3110	
Весы аналитические ВЛР-200	ГОСТ 24104—01
Меры массы	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250, 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки вместимостью 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки П-1-10-01, центриф.	ГОСТ 1770—74
Пробирки П-2-10-14/23 ПМ	ГОСТ 1770—74
Пробирки из полипропилена с винтовыми крышками	ТУ 64-2-300—80
Государственные стандартные образцы растворов:	
– ионов марганца	ГСО 7266—96
– ионов свинца	ГСО 7252—96
– ионов никеля	ГСО 7265—96

4.2. Вспомогательные устройства

Редуктор ацетиленовый ДАП-1-65	ТУ 2605-463—76
Бидистиллятор стеклянный БС	ТУ 25-11.1592—81

Сушильный шкаф ШСС-80	ОСТ 16.0.801.397—87
Шкаф вытяжной химический	ТУ 25-11.1630—84
Холодильник для хранения проб КШД-280/40 УХЛ4,2	ГОСТ 16317—87
Прибор для получения особо чистой воды «Водолей», ЖНЛК 2.015.000.000 РЭ	
Компрессор для получения сжатого воздуха марки «GAST», производства USA, с характеристиками давления 100 psi, 7 bar	
Пробирочный электронагреватель, HACH COD REACTOR	
Пробирки химические, П-1-14-120 ТС	ГОСТ 25336—82

4.3. Материалы

Баллон для ацетилена	ГОСТ 949—73
Таблетки «Део-Хлор»	ТУ 9392-001-26433370—2002
Моющее средство	ТУ 2381-034-04643752—2004

4.4. Реактивы

Кислота азотная (18-4), осч	ГОСТ 11125—84
Ацетилен	ГОСТ 5457—75
Перекись водорода, 33 %	ГОСТ 177—88

4.5. Растворы

Азотная кислота (HNO_3), 1 %
Очищенная бидистиллированная вода, (бидистиллят, очищенный на приборе «Водолей»)
Перекись водорода, 6 %

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих вышеуказанным.

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении работ соблюдаются меры противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004—91 /3/, имеются средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83 /4/ и соблюдаются правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 /5/.

5.2. При работе необходимо соблюдать «Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях» (Утверждены МЗ СССР 20.12.1982), М., 1981 и «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлени-

ем» (Утверждены Госгортехнадзором СССР 27.11.1987), М.: Недра, 1989.

5.3. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76 /6/ и ГОСТ 12.1.005—88 /7/. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

5.4. При работе с биологическими средами необходимо соблюдать правила в соответствии с требованиями СП 1.3.2322—08 от 1.05.2008 /8/.

5.5. При выполнении измерений на приборе соблюдают правила, указанные в «Руководстве по правилам эксплуатации спектрофотометра».

6. Требования квалификации оператора

К выполнению измерений допускается химик-аналитик, имеющий соответствующую квалификацию, опыт работы на атомно-абсорбционном спектрофотометре, освоивший метод анализа и уложившийся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности. Операции по подготовке проб желчи к анализу может выполнять лаборант или техник, имеющий опыт работы в химической лаборатории. К обслуживанию атомно-абсорбционного спектрометра допускаются лица квалификации не ниже инженера КИП и А, прошедшие инструктаж по технике безопасности на рабочем месте и ознакомленные с правилами обслуживания спектрометра.

7. Условия измерений

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

– температура воздуха 15—25 °С;

– атмосферное давление 630—800 мм рт. ст.;

– влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

7.2. Выполнение измерений на атомно-абсорбционных спектрофотометрах проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией по прибору.

8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка обеззараженной химически чистой посуды, подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра, приготовление очищенной бидистиллированной воды, приготовление градуировочных растворов, построение градуировочного графика.

8.1. Подготовка посуды

Подготовка посуды предполагает предварительное дезинфицирование посуды, в которую производится отбор биологических сред с применением таблеток «Део-Хлор» согласно МУК № 11-3/355—99 от 27.09.2002. Подготовка химически чистой посуды производится с применением 6 %-го раствора перекиси водорода, моющего средства и многократного ополаскивания проточной, а затем бидистиллированной водой.

8.2. Подготовка прибора к анализу

Подготовку атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Устанавливают необходимую для анализа спектральную лампу, прогревают не менее 20 минут и после настройки прибора выводят на рабочий режим согласно инструкции. Для настройки прибора в качестве нулевого раствора используют 1 %-й раствор азотной кислоты.

8.3. Приготовление растворов для установки градуировочной характеристики

8.3.1. Раствор азотной кислоты 1 %-й.

8 $см^3$ концентрированной азотной кислоты плотностью 1,415 $г/см^3$ смешивают с 512 $см^3$ очищенной бидистиллированной воды.

8.3.2. Основной стандартный раствор с содержанием определяемого металла 100 $мкг/см^3$ (раствор готовят отдельно для каждого определяемого металла).

Раствор готовят из ГСО с массовой концентрацией ионов металла 1 $мг/см^3$. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 5 $см^3$ ГСО состава раствора ионов металла и доводят объем в колбе до метки 1 %-м раствором азотной кислоты. Раствор устойчив в течение 1 месяца при хранении во флаконах с притертой пробкой при температуре 15—25 °С /9/.

8.3.3. Рабочие растворы определяемых металлов (марганца, никеля или свинца) с массовой концентрацией 5 $мкг/см^3$.

Готовят из основного стандартного раствора с массовой концентрацией 100 $мкг/см^3$. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 5 $см^3$ основного стандартного раствора определяемого металла и доводят объем в колбе до метки 1 %-м раствором азотной кислоты. Раствор устойчив в течение 3 дней.

8.3.4. Рабочие растворы определяемых металлов с массовой концентрацией 5 $мкг/см^3$ используют для получения градуировочных растворов. Объем рабочего раствора согласно (табл. 3, 4, 5) вносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки 1 %-м раствором азотной кислоты. Применяют свежеприготовленными.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации свинца

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочего раствора (5 мкг/см^3), см^3	2,00	5,00	10,00	20,00
Массовая концентрация свинца, мкг/см^3	0,10	0,25	0,50	1,00

Таблица 4

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации марганца

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочего раствора (5 мкг/см^3), см^3	0,50	1,00	2,00	5,00
Массовая концентрация марганца, мкг/см^3	0,025	0,050	0,100	0,250

Таблица 5

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации никеля

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочего раствора (5 мкг/см^3), см^3	2,00	5,00	10,00	20,00
Массовая концентрация никеля, мкг/см^3	0,10	0,25	0,50	1,00

8.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на приготовленных градуировочных растворах металлов. Она выражает зависимость величины абсорбции от концентрации металла (мкг/см^3) и строится по 4 сериям растворов. Рабочую серию, состоящую из 4 растворов, готовят непосредственно перед использованием путем разведения рабочего раствора анализируемого металла.

Устанавливают начало отсчета, вводя в пламя 1 %-й раствор азотной кислоты (нулевой раствор). Для построения градуировочного графика на соответствующий элемент измеряют абсорбцию градуировочных растворов в порядке возрастания концентрации определяемого компонента. Измерения повторяют дважды. По результатам измерений строят график зависимости средней величины атомного поглощения определяемого металла от его массовой концентрации в градуировочном растворе.

8.4.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочного графика проводят через 5 проб в анализируемой серии измерений.

Содержание металла определяют в градуировочном растворе, концентрация которого соответствует середине градуировочного интервала. Градуировка признается стабильной, если расхождение между известным значением массовой концентрации иона металла в растворе для градуировки и измеренным значением концентрации металла в этом растворе не превышает 5 %:

$$|X - C| \le 0{,}05 \cdot C \text{, где}$$

C – известное значение массовой концентрации иона металла в растворе для градуировки;

X – измеренное значение массовой концентрации иона металла в растворе для градуировки.

8.5. Отбор проб

Отбор проб желчи производят из дуоденального содержимого при зондировании. Пробы для анализа на металлы отбирают в химически чистые, обеззараженные пробирки из полипропилена вместимостью 15 см^3 с винтовыми крышками. Возможно хранение проб в холодильнике (от 0 до 4 °С) до 3 сут. или длительное хранение при замораживании.

9. Подготовка проб к анализу

Предварительно замороженные пробы слегка размораживают и тщательно перемешивают стеклянной палочкой в целях гомогенизации исходного материала. Гомогенизированную пробу полностью размораживают и отбирают 1 см^3 желчи в химически чистую мерную пробирку, добавляют 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, выдерживают 15—20 минут, затем 5 минут в пробирочном электронагревателе при температуре 120—130 °С. Оставляют на 2,5—3 часа при комнатной температуре, добавляют 1 см^3 концентрированной перекиси водорода, подогревают в пробирочном электронагревателе 5—10 минут при температуре 120—130 °С. Полученный раствор охлаждают. Объем пробы желчи для подготовки к анализу можно увеличить до 2 см^3, при этом увеличивая объем азотной кислоты до 2 см^3 и перекиси водорода так же до 2 см^3.

Для каждой серии анализов ставят 2 холостые пробы, повторяя процедуру подготовки проб желчи. Для этого используют чистые пробирки из той же серии посуды, которая используется для анализа, и добавляют реактивы, что и в анализируемых пробах. Желчь в холостой пробе заменяют очищенной бидистиллированной водой. Измерение хо-

лостых проб проводят вместе с подготовленными пробами желчи. Среднее значение концентрации холостой пробы учитывают в формуле расчета анализа каждой пробы (п. 10).

Объемы полученных растворов пробы желчи и холостой пробы фиксируют, в случае упаривания, доводят до 3см^3 (соответственно первоначальному суммарному объему пробы желчи и добавленных реактивов) очищенной бидистиллированной водой и выполняют определение металлов на атомно-абсорбционном спектрометре.

Подготовку проб к анализу проводят в вытяжном шкафу.

10. Выполнение измерений

10.1. Подготовленные к анализу растворы проб желчи и холостые пробы анализируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре для определения исследуемого металла (марганца, свинца или никеля).

10.2. Спектральную лампу устанавливают в прибор и прогревают не менее 20 минут. Устанавливают монохроматор на нужную длину волны, выбирают ширину спектральной щели, ставят на распыление очищенную бидистиллированную воду, подбирают необходимое соотношение газов (ацетилен – воздух) для поддержания горения и поджигают пламя. Капилляр, подающий раствор в пламя опускают в 1 %-й раствор азотной кислоты и определяют нулевую линию.

10.3. Распыляют в пламя градуировочные растворы определяемого металла для построения градуировочного графика, затем вводят пробы и регистрируют значения концентраций исследуемых проб. Точность настройки прибора проверяют введением раствора заданной концентрации через каждые пять проб, в случае необходимости повторяют процедуру построения градуировочного графика. При высоком содержании определяемого компонента аликвоту пробы разбавляют 1 %-м раствором азотной кислоты, коэффициент разбавления учитывают при расчете результата анализа (общий объем минерализованной пробы).

11. Обработка (вычисление) результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию определяемого металла в желчи рассчитывают формуле:

$$Ч = \frac{(C - C') \cdot V}{V'}, \text{ где}$$

C – массовая концентрация пробы, определяемая по градуировочному графику, мкг/см^3;

C' – массовая концентрация холостой пробы, определяемая по градуировочному графику, мкг/см^3;

V – общий объем анализируемой минерализованной пробы (с учетом разбавления), см^3;

V' – объем пробы желчи, взятой для анализа, см^3.

11.2. За результат измерения $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1, X_2, для которых выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot \frac{X_1 + X_2}{2}, \text{ где} \qquad (1)$$

r – предел повторяемости.

Значения предела повторяемости приведены в табл. 6.

При невыполнении условия (1) получают дополнительно еще два результата измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое четырех результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие:

$$|X_{max,4} - X_{min,4}| \le 0{,}01 \cdot CR_{0,95}(4) \cdot \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4}{4}, \text{ где} \qquad (2)$$

$CR_{0,95}(4)$ – критический диапазон.

Значения критического диапазона приведены в табл. 6.

При невыполнении условия (2) в качестве окончательного результата измерений принимают медиану четырех результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (параллельных определений).

Дополнительно выявляют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (1).

11.3. Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le 0{,}01 \cdot R \cdot \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}, \text{ где} \qquad (3)$$

$\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ – результаты измерений массовых концентраций металлов, полученные в разных лабораториях – средние арифметические двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие (1);

R – значение предела воспроизводимости.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

При невыполнении условия (3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приво-

дящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Значения предела воспроизводимости приведены в табл. 6.

Таблица 6

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

Диапазон измерений, мкг/см^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 четырех результатов измерений, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости), $CR_{0,95}(4)$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,025 до 0,1 включ.	11	17	21
св. 0,1 » 1 »	8	11	14

12. Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде ($\overline{X} \pm \Delta$) мкг/см^3, где

Δ – характеристика погрешности, мкг/см^3, при $P = 0,95$, значение Δ рассчитывают по формуле:

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

значение δ приведено в табл. 2.

Примечание. При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;

– способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13. Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 и рекомендациями по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 ГСИ /10, 11/.

Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений, в пределах лаборатории.

14. Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| \overline{X'} - \overline{Ч} - C_д \right|, \text{ где}$$

$\overline{X'}$ – результат измерений массовой концентрации металла в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1);

$\overline{Ч}$ – результат измерений массовой концентрации металла в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1);

$C_д$ – величина введенной добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \text{ где}$$

$\Delta^2_{л,X'_{ср}}$, $\Delta^2_{л,X_{ср}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации металла в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (4)$$

При невыполнении условия (4) контрольную процедуру повторяют.

При повторном невыполнении условия (4) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

15. Алгоритм проведения контрольной процедуры при контроле внутрилабораторной прецизионности

Контрольные процедуры при контроле промежуточной прецизионности получают с использованием рабочих проб желчи.

При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного $\overline{Ч}_1$ и повторного $\overline{Ч}_2$) массовой концентрации металла в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \leq 0{,}01 \cdot R_л \cdot \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2} \qquad (5)$$

Значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в табл. 7.

Таблица 7

Значения предела внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон измерений, мкг/см^3	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_д$, %
от 0,025 до 0,1 включ.	17
св. 0,1 » 1 »	11

Приложение

Список литературы

1. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей /Под ред. Н. В. Лазарева и И. Д. Гадаскиной. Л.: «Химия», 1977. Т. III. С. 350, 444, 507.

2. Ермаченко Л. А. Атомно-абсорбционный анализ в санитарно-гигиенических исследованиях: Методическое пособие. М., 1997. 207 с.

3. ГОСТ 12.1.004—91 «Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования».

4. ГОСТ 12.4.009—83 «Система стандартов безопасности труда Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

5. ГОСТ 12.1.019—79 «Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

6. ГОСТ 12.1.007—76 «Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

7. ГОСТ 12.1.005—88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

8. СП 1.3.2322—08 «Безопасность работы с микроорганизмами III—IV групп патогенности (опасности) и возбудителями паразитарных болезней».

9. ГОСТ 4212—76 «Межгосударственный стандарт. Методы приготовления растворов».

10. ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

11. РМГ 76—2004 ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

Содержание

Определение массовых концентраций формальдегида, ацетальдегида, пропионового альдегида, масляного альдегида и ацетона в желчи методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2771—10 3

Определение массовой концентрации фталевой кислоты в пробах крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2772—10 21

Определение массовых концентраций летучих жирных кислот (уксусная, пропионовая, изо-масляная, масляная, валериановая, изо-капроновая, капроновая) в биосредах (кровь) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2773—10 35

Определение массовых концентраций марганца, свинца, никеля в желчи методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.2774—10 51

Определение вредных веществ в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля
МУК 4.1.2771—4.1.2774—10

Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 12.01.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,25

Тираж 200 экз. Заказ 1

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 952-50-89

gost.e-ecolog.ru