Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение вредных веществ в биологических средах

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2102—4.1.2116—06

Издание официальное

Москва • 2008

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение вредных веществ в биологических средах

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2102—4.1.2116—06

Определение вредных веществ в биологических средах: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—183 с.

1. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 11.07.06 № 2).

2. Утверждены и введены в действие Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 9 августа 2006 г.

3. Введены впервые.

ББК 28.072

© Роспотребнадзор, 2008
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

Содержание

Измерение массовой концентрации селена в моче методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.2102—06.....4
Определение массовой концентрации ванадия в пробах крови методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией: МУК 4.1.2103—06 14
Определение массовой концентрации меди, магния, кадмия в пробах мочи методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.2104—06.....25
Определение массовой концентрации марганца, свинца, магния в пробах волос методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.2105—06 37
Определение массовой концентрации марганца, свинца, магния в пробах крови методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.2106—06.....50
Определение массовой концентрации фенола в биосредах (моча) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2107—06.....63
Определение массовой концентрации фенола в биосредах (кровь) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2108—06.....74
Определение массовой концентрации 2-хлорфенола в биосредах (моча) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2109—06.....85
Определение массовой концентрации формальдегида, ацетальдегида, пропионового альдегида, масляного альдегида и ацетона в пробах мочи методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2110—06.....96
Измерение массовой концентрации формальдегида, ацетальдегида, пропионового альдегида, масляного альдегида и ацетона в пробах крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2111—06.....110
Определение массовой концентрации хлороформа, 1,2-дихлорэтана, тетрахлорметана, хлорбензола в биосредах (кровь) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2112—06.....125
Определение массовой концентрации хлороформа, 1,2-дихлорэтана, тетрахлорметана в биосредах (моча) методом газохроматографического анализа равновесного пара: МУК 4.1.2113—06.....137
Определение массовой концентрации хлороформа, 1,2-дихлорэтана, тетрахлорметана, хлорбензола в биосредах (моча) газохроматографическим методом: МУК 4.1.2114—06.....149
Определение массовой концентрации хлороформа, 1,2-дихлорэтана, тетрахлорметана в биосредах (кровь) методом газохроматографического анализа равновесного пара: МУК 4.1.2115—06.....162
Определение массовой концентрации стирола в пробах крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2116—06.....174

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
9 августа 2006 г.
Дата введения: 1 сентября 2006 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение массовой концентрации марганца, свинца, магния в пробах крови методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.2106—06

1. Область применения

Методические указания по определению концентраций химических веществ в биологических средах предназначены для использования Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, лечебными и научными учреждениями, работающими в области профпатологии и экологии человека, научно-исследовательскими институтами, занимающимися вопросами гигиены окружающей среды.

Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля за содержанием металлов в биологических средах у населения, проживающего в районах с повышенным уровнем загрязнения окружающей среды.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—96 «ГСОЕИ. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р 1.5—92 «ГСС. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов». Методика анализа обеспечивает определение марганца в диапазоне концентраций 0,020—0,100 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 32,4 % при доверительной вероятности 0,95, свинца в диапазоне концентраций 0,050—0,500 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 31,3 % при довери-

тельной вероятности 0,95, магния в диапазоне концентраций 5,00—50,00 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 25,1 % при доверительной вероятности 0,95.

Свинец (Pb) Атомная масса 207,2

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, мягкой 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].

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 к 2 классу опасности [1].

Магний (Mg) Атомная масса 24,32

Магний – легкий серебристо-белый металл, на воздухе покрывается пленкой окиси, $T_{пл.}$ – 651 °С, $T_{кип}$ – 1 107 °С, плотность – 1,737 г/см^3, давление паров – 2,5 мм рт. ст. (651 °С). Нижний предел взрывоопасной концентрации магниевой пыли в воздухе – 10 г/м^3 , $T_{воспл.}$ – 520 °С. При 70 °С вступает в реакцию с водой, образует $Mg(OH)_2$ и H_2. Химически активен.

Хлорид магния – бесцветные кристаллы, $T_{пл.}$ – 708 °С, $T_{кип.}$ – 1 412 °С, плотность – 2,316 г/см^3, растворимость в воде 54,6/100 г (20 °С).

Оксид магния – белый порошок, $T_{пл.}$ – 2 640—2 800 °С, $T_{кип.}$ – 3 600 °С, плотность – 3,6—3,9 г/см^3. Легкая магнезия растворяется в кислотах, с водой образует $Mg(OH)_2$. Тяжелая магнезия кислотостойка, в воде практически нерастворима [1].

Магний и его соединения относятся к 3 классу опасности.

2. Сущность метода

Методика основана на измерении содержания металлов в биологическом материале (крови) после соответствующей подготовки проб биоматериала. Определение марганца, свинца и магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии основано на измерении величины поглощения света соответствующей длины волны исследуемого элемента в высокотемпературном пламени.

Для измерения используется поглощение с длиной волны соответствующей максимуму поглощения определяемого металла при прохождении через содержащий пары атомов металлов слой воздуха: марганца – 248,3 нм, свинца – 283,3 нм, магния – 285,2 нм.

Длительность выполнения анализа составляет 9 ч с учетом прогрева лампы, юстировки аппаратуры, приготовления аттестованных смесей, построения градуировочных графиков, подготовки проб к измерению и выполнения измерений.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

При проведении подготовки проб крови и измерении концентраций металлов в анализируемом растворе применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы или другие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы с характеристиками не хуже представленных в п. 3.

3.1. Средства измерений

Атомно-абсорбционный спектрофотометр С 115-М, 2.851.034-04ТО, Perkin Elmer 3110 либо спектрофотометры другого типа с характеристиками не хуже представленных	
Весы аналитические ВЛР-200	ГОСТ 24104—01
Меры массы	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные, емкостью 100, 200, 250, 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки, емкостью 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Государственные стандартные образцы:	
марганец	ГСО 7266—96
свинец	ГСО 7252—96
магний	ГСО 7767—2000

3.2. 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
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	

Муфельная печь ПМ-1,0-7	
Компрессор для получения сжатого воздуха марки «GAST», производства USA, с характеристиками давления 100 psi, 7 bar или другой компрессор с характеристиками не хуже представленного	
Электроплитка с регулируемым диапазоном температуры типа ЭПТ 2 -2,0/220	ГОСТ 14919—83
Пробирки с пришлифованными пробками П 4-5-14/23	ГОСТ 1770—74
Воронки, диаметром 2 и 5 см	ГОСТ 1770—74
Тигли фарфоровые	ГОСТ 9147—80

3.3. Материалы

Баллон для ацетилена	ГОСТ 949—73
Фильтры обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678—95
Таблетки «Део-Хлор»	ТУ 9392-001-26433370—02
Моющее средство	ТУ 2381-034-04643752—04

3.4. Реактивы

Кислота азотная концентрированная, осч	ГОСТ 4461—77
Ацетилен	ГОСТ 5457—75
Аммоний серно-кислый, хч	ГОСТ 3769—78
Перекись водорода	ГОСТ 177—88
Гепарин, Б-1-ЛС № 95/127/59	

3.5. Растворы

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

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении работ должны быть соблюдены меры противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004—91 и правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79.

4.2. При работе необходимо соблюдать «Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях» (Утверждены МЗ СССР 20.12.82) и «Правила устройства и

безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (Утверждены Госгортехнадзором СССР 27.11.87).

4.3. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76 и 12.1.005—88.

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

5. Требования к квалификации оператора

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

6. Условия измерений

6.1. 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.

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

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Подготовка посуды

Подготовка обеззараженной посуды предполагает предварительное обеззараживание посуды, в которую производится отбор биологических

сред, с применением таблеток «Део-Хлор» согласно МУК № 11-3/355—99 от 27.09.02. Подготовка химически чистой посуды производится с применением 6 %-й перекиси водорода, моющего средства и многократного ополаскивания с использованием очищенной бидистиллированной воды.

7.2. Подготовка прибора к анализу

Атомно-абсорбционный спектрофотометр обеспечивают ацетиленом, сжатым воздухом, спектральными лампами для определения марганца, свинца и магния, образцами стандартных растворов определяемых металлов. Включают необходимую для анализа спектральную лампу, прогревают не менее 20 мин и после соответствующей настройки прибора выводят на рабочий режим согласно инструкции. Для настройки прибора в качестве нулевого используют 1 %-й раствор HNO_3.

7.3. Приготовление аттестованных смесей для установки градуировочной характеристики

Для приготовления заданных концентраций металлов аттестованных смесей используют 1 %-й раствор азотной кислоты, приготовленный на очищенной бидистиллированной воде.

7.3.1. *Приготовление 1 %-го раствора азотной кислоты*: 8 $см^3$ концентрированной азотной кислоты смешивают с 512 $см^3$ очищенной бидистиллированной воды.

7.3.2. *Приготовление аттестованной смеси с содержанием анализируемых металлов 100 мкг/$см^3$*. Смесь готовят из ГСО с содержанием ионов металлов 1 мг/$см^3$. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 5 $см^3$ ГСО и доводят объем в колбе до метки 1 %-м раствором HNO_3. Раствор устойчив при хранении в течение 1 месяца.

7.3.3. *Приготовление рабочей аттестованной смеси определяемых металлов (марганца, магния или свинца) с концентрацией 5 мкг/$см^3$*. Смесь готовят из растворов с концентрацией 100 мкг/$см^3$. В мерную колбу емкостью 100 $см^3$ вносят 5 $см^3$ раствора анализируемого металла с концентрацией 100 мкг/$см^3$ и доводят объем в колбе до метки 1 %-м раствором HNO_3. Раствор устойчив в течение 3 дней.

7.3.4. *Рабочие аттестованные смеси анализируемых металлов с концентрацией 5 мкг/$см^3$ используют для получения градуировочных растворов*: объем рабочей аттестованной смеси согласно табл. 1, 2, 3 вносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки 1 %-м раствором HNO_3.

Таблица 1

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации свинца

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочей аттестованной смеси (5 мкг/см^3), см^3	0,2	0,5	1,0	2,0
Содержание свинца, мкг/см^3	0,010	0,025	0,050	0,100

Таблица 2

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации марганца

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочей аттестованной смеси (5 мкг/см^3), см^3	0,08	0,16	0,20	0,40
Содержание марганца, мкг/см^3	0,004	0,008	0,010	0,020

Таблица 3

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации магния

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочей аттестованной смеси (5 мкг/см^3), см^3	10,0	20,0	40,0	50,0
Содержание магния, мкг/см^3	0,50	1,00	2,00	2,50

7.4. Построение градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной калибровки на аттестованных смесях растворов металлов. Она выражает зависимость величины абсорбции от концентрации металла (мкг/см^3) и строится по 4 сериям растворов аттестованных смесей. Рабочую серию, состоящую из 4 растворов стандартных смесей, готовят непосредственно перед использованием путем разведения из рабочего раствора аттестованной смеси анализируемого металла.

Устанавливают начало отсчета, вводя в пламя нулевой раствор. Для построения градуировочного графика на соответствующий элемент измеряют абсорбцию растворов аттестованной смеси в порядке возрастания концентраций определяемых компонентов. Измерения повторяют дважды. По результатам измерений строят график зависимости средней величины атомного поглощения определяемого металла от его массовой концентрации в растворе аттестованной смеси.

Градуировочный диапазон для определения марганца и свинца в пробах крови (табл. 1, 2) указан для измерения разбавленных в 5 раз проб крови (п. 8). Градуировочная характеристика для определения магния в крови приведена для проб, разбавленных в 10 раз после общей пробоподготовки для указанных металлов (аликвоту раствора зольного остатка, растворенного в 5 $см^3$ 1 %-го раствора HNO_3, разводят еще в 10 раз) (табл. 3).

7.5. Отбор проб

Отбор проб крови, в зависимости от поставленной задачи, производят из пальца, вены, пупочной вены в химически чистые, обеззараженные пробирки с пришлифованными пробками объемом 1—5 $см^3$. В пробы добавляют по одной капле антикоагулянта (гепарин). Пробы можно хранить в морозильной камере 1—5 дней.

8. Подготовка проб к анализу

Измерение концентрации металлов в крови производят после подготовки пробы к анализу. К отобранным пробам крови объемом 1 $см^3$ добавляют 1 $см^3$ 1 %-го раствора HNO_3 и помещают в тигель, высушивают в течение 1,5 ч при температуре 110 °С в сушильном шкафу, затем в течение 2,5 ч при температуре 250 °С. После чего к пробе добавляют на кончике шпателя сульфат аммония и при температуре 430—450 °С пробу озоляют в течение 1,5 ч в муфельной печи. После остывания в эксикаторе к пробе добавляют 0,3—0,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выпаривают до «влажных солей». К охлажденному зольному остатку приливают 5 $см^3$ 1 %-го раствора HNO_3 и оставляют на 30—40 мин, отфильтровывают и переносят в пробирку с пришлифованной пробкой. В полученном растворе на приборе определяют содержание марганца и свинца. Для определения магния аликвоту полученного раствора разводят в 10 раз 1 %-й азотной кислотой и измеряют его содержание на приборе. Параллельно для каждой серии анализов ставят 2 холостые пробы, для которых повторяется вся процедура подготовки пробы, т. е., начиная с момента озоления, в муфельную печь ставят чистые тигли из той же серии посуды, которая используется для анализа, и выполняют все этапы озоления и добавления реактивов, что и в анализируемых пробах, с целью выявления фонового загрязнения пробы реактивами и посудой. Измерение холостых проб проводят вместе с реальными пробами. Среднее значение концентрации холостой пробы учитывают в формуле расчета анализа каждой пробы (п. 10).

9. Выполнение измерений

Полученные после подготовки к анализу растворы проб крови и растворы холостых проб измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре, подготовленном для определения исследуемого металла (марганца, свинца или магния).

9.1. Соответствующую определяемому металлу спектральную лампу устанавливают в прибор и прогревают 15—20 мин. 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 HNO_3 и определяют нулевую линию.

9.2. Распыляют в пламя градуировочные аттестованные смеси для установки градуировочной характеристики анализируемого металла, затем вводят пробы и регистрируют значения концентраций исследуемых проб. Точность настройки прибора проверяют введением аттестованной смеси заданной концентрации через каждые пять проб. В случае необходимости осуществляют перекалибровку.

При высоком содержании определяемого компонента аликвоту пробы разбавляют 1 %-м раствором HNO_3. Коэффициент разбавления учитывают при расчете результата анализа. Уровень изменений концентраций магния при разбавлении учтен в диапазоне измерения МВИ.

10. Вычисление результатов измерений

Расчет содержания металлов в крови проводят по формуле:

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

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

C' – значение концентрации холостой пробы, мкг/см^3;

V – общий объем анализируемой минерализованной пробы, см^3;

V' – объем пробы крови, взятой для анализа, см^3;

X – содержание исследуемого металла в крови, мкг/см^3.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_{max}, X_{min}, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости r_n (табл. 5).

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляется в виде:

$(\overline{X} \pm \Delta)$ мкг/см^3 $P = 0{,}95$, где

$\overline{X}$ – средний результат анализа, мкг/см^3, $\overline{X} = \frac{X_{max} + X_{min}}{2}$;

Δ – характеристика погрешности, мкг/см^3, при $P = 0{,}95$

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

δ – относительное значение характеристики погрешности, %.

11. Внутренний контроль качества результатов измерений

Внутренний контроль качества (ВКК) результатов количественного химического анализа (повторяемость, внутрилабораторная воспроизводимость, точность) осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве анализов и принятия при необходимости оперативных мер по его повышению в соответствии с нормативным документом МИ 2335—2003 «ГСОЕИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с нормативами, не превышающими значений, приведенных в табл. 4 и 5.

Таблица 4

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, (мкг/см^3)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0{,}95$), $\pm \delta$, %
Магний, от 5,00 до 50,00 вкл.	8,15	13,20	25,1
Свинец, от 0,050 до 0,500 вкл.	8,14	14,66	31,3
Марганец, от 0,020 до 0,100 вкл.	10,26	17,31	32,4

11.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочного графика проводят через 5 проб в анализируемой серии измерений. Определяют содержание металла в градуировочном растворе, который соответствует середине градуировочного интервала. Градуировка признается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значением концентраций не превышает 5 %.

Таблица 5

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

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мкг/см^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r_n, %	Предел внутрилабораторной воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории, но в разных условиях), $R_{\bar{X}\ell}$, %
Магний от 5,00 до 50,00 вкл.	22,56	36,57
Свинец от 0,050 до 0,500 вкл.	22,56	40,72
Марганец, от 0,020 до 0,100	28,52	47,76

11.2. Контроль повторяемости

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же рабочей пробы, с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов в течение возможно минимального интервала времени не должно превышать предела повторяемости r_n (табл. 5).

Повторяемость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если:

$$X_{max} - X_{min} \le \frac{r_n}{100} \cdot \frac{X_{max} + X_{min}}{2}, \text{ где}$$

X_{max} – максимальный результат из 2-х параллельных определений;
X_{min} – минимальный результат из 2-х параллельных определений.

Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

11.3. Контроль воспроизводимости

Для проведения контроля воспроизводимости пробу делят на две равные части и каждую из них анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условиями проведения анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. Анализы выполняют в разное время или два разных аналитика.

Воспроизводимость контрольных измерений признают удовлетворительной, если выполняется условие:

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le \frac{R_{\overline{X}\ell}}{100} \cdot \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}, \text{ где}$$

$\overline{X}_1$ – результат анализа рабочей пробы, средний из двух параллельных измерений, мкг/дм^3;

$\overline{X}_2$ – результат анализа этой же пробы, средний из двух параллельных измерений, полученный в других условиях, мкг/см^3;

$R_{\overline{X}\ell}$ – значение предела внутрилабораторной воспроизводимости.

Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

11.4. Контроль точности

Контроль точности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольной процедуры, равного разности между результатом контрольного измерения содержания определяемого компонента в пробе с известной добавкой ($\overline{X}'$), в рабочей пробе без добавки ($\overline{X}$) и величиной добавки C (добавка должна составлять не менее 40 % от содержания компонента в пробе) с нормативом точности K.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$\left|\overline{X}' - \overline{X} - C\right| \le K, \text{ где}$$

$$K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta}{100} \cdot \overline{X}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{100} \cdot \overline{X'}\right)^2}$$

$\overline{X'}$ – содержание определяемого компонента в пробе с известной добавкой, среднее из двух параллельных определений;

$\overline{X}$ – содержание определяемого компонента в рабочей пробе без добавки, среднее из двух параллельных определений;

C – величина введенной добавки, мкг/см^3;

δ – показатель точности определяемого компонента, % (табл. 4).

При превышении норматива контроля точности эксперимент повторяют, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, их устраняют и процедуру контроля повторяют.

Периодичность ВКК регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

Литература

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.

Методические указания разработаны Пермским научно-исследовательским клиническим институтом детской экопатологии (Т. С. Уланова, Г. Н. Суетина, Л. В. Плахова, Е. В Стенно).

gost.e-ecolog.ru