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 меди, магния, кадмия в пробах мочи методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.2104—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 меди в диапазоне концентраций 0,010—0,100 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 4,4 % при доверительной вероятности 0,95; магния в диапазоне концентраций 10,00—100,00 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 4,2 % при доверительной вероятности 0,95; кадмия в диапазоне концентраций 0,005—0,050 мкг/см^3 с погрешностью, не превышающей 9,3 % при доверительной вероятности 0,95.

Медь (Cu) Атомная масса 63,55

Медь – розовый или красноватый металл; $T_{пл.}$ – 1 083 °С, $T_{кип.}$ – 2 543 °С, плотность – 8,93 г/см^3. Растворим в HNO_3 и в горячей концентрированной H_2SO_4. Порошкообразная медь растворяется в 0,3 %-м растворе HCl и в желудочном соке. 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 с образованием $Mg(OH)_2$ 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.

Кадмий (Cd) Атомная масса 112,40

Кадмий – серебристо-белый металл, легкий, ковкий, тягучий; $T_{пл.}$ – 321,0 °С, $T_{кип.}$ – 767 °С, плотность – 8,63—8,69 г/см^3. Не растворим в воде. Растворяется в азотной кислоте, медленно растворяется в соляной и серной кислотах [1]. Относится к 1 классу опасности.

2. Сущность метода

Методика основана на прямом измерении содержания металлов в биологическом материале (моче). Определение элементов методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии 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: медь – 324,4 нм, магний – 285,2 нм, кадмий – 228,8 нм.

Длительность выполнения анализа составляет 2 ч с учетом прогрева лампы, юстировки аппаратуры, приготовления аттестованных смесей, построения градуировочных графиков и выполнения измерений.

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

При выполнении анализов применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы и реактивы или другие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы с характеристиками не хуже представленных.

3.1. Средства измерений

Атомно-абсорбционный спектрофотометр С-115-М, 2.851.034-04ТО, Perkin Elmer 3110, либо атомно-абсорбционные спектрофотометры другого типа с характеристиками не хуже	
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:	
медь	ГСО 7255—96
кадмий	ГСО 7472—98
магний	ГСО 7767—00

3.2. Вспомогательные устройства

Редуктор ацетиленовый ДАП-1-65	ТУ 2605-463—76
Компрессор для получения сжатого воздуха марки «GAST», производства USA, с характеристиками давления 100 psi, 7 bar или другой компрессор с характеристиками не хуже представленного	
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 УХЛ 4,2	ГОСТ 16317—87
Прибор для получения особо чистой воды «Водолей»	ЖНЛК 2.015.000.000 РЭ
Пробирки с пришлифованными пробками П 4-5-14/23	ГОСТ 1770—74
Воронки диаметром 2 и 5 см	ГОСТ 1770—74

3.3. Материалы

Баллон для ацетилена	ГОСТ 949—73
Фильтры обеззоленные, белая лента	ТУ 6-09-1678—95
Таблетки «Део-Хлор»	ТУ 9392-001-264333370—02
Моющее средство	ТУ 2381-034-04643752—04

3.4. Реактивы

Кислота азотная концентрированная, осч	ГОСТ 4461—77
Ацетилен	ГОСТ 19433—88
Перекись водорода	ГОСТ 177—88
Хлороформ	ГОСТ 20015—88

3.5. Растворы

Азотная кислота, 1 %-я
Очищенная бидистиллированная вода
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 мочи к анализу на атомно-абсорбционном спектрофотометре может выполнять лаборант или техник, имеющий опыт работы в химической лаборатории. К обслуживанию допускаются лица ква-

лификации не ниже инженера КИП и А, прошедшие инструктаж по технике безопасности на рабочем месте и ознакомленные с правилами обслуживания спектрофотометра.

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 по 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 градуировочных графиков.

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 меди, кадмия 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 раствора используют 1 %-й HNO_3.

7.3. Приготовление аттестованных смесей для установки градуировочных характеристик

Для приготовления растворов заданных концентраций металлов аттестованных смесей используют раствор 1 %-й 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 HNO_3. Раствор устойчив при хранении в течение 1 месяца.

7.3.3. Приготовление основного раствора аттестованной смеси определяемых металлов (меди, магния или кадмия) 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 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 (табл. 1, 2, 3) вносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки 1 %-м HNO_3.

Таблица 1

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации кадмия

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4
Объем исходной аттестованной смеси (5 $мкг/см^3$), $см^3$	0,1	0,2	0,5	1,0
Содержание кадмия в рабочей смеси, $мкг/см^3$	0,005	0,010	0,025	0,050

Таблица 2

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации меди

Номер смеси для градуировки	1	2	3	4
Объем исходной аттестованной смеси (5 $мкг/см^3$), $см^3$	0,2	0,4	1,0	2,0
Содержание меди в рабочей смеси, $мкг/см^3$	0,010	0,020	0,050	0,100

Таблица 3

Стандартные смеси для установления градуировочной характеристики при определении концентрации магния

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

7.4. Построение градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной калибровки на градуировочных смесях растворов металлов. Она выражает зависимость величины абсорбции от концентрации (мкг/см^3) и строится по 4 сериям аттестованных смесей, которые готовят непосредственно перед использованием путем разведения основного стандартного раствора.

Градуировочный диапазон для определения кадмия и меди (табл. 1, 2) указан для прямого измерения проб мочи. Градуировочная характеристика для определения магния в моче приведена для проб, разбавленных в 100 раз (п. 7.6) 1 %-й азотной кислотой (табл. 3). Кратность разведения учитывается при расчете результатов анализа (п. 9).

7.5. Отбор проб

Отбор проб мочи производят в обеззараженную химически чистую посуду. Из утреннего сбора отбирают 20 см^3 пробы мочи в химически чистую пробирку с пришлифованной пробкой. С целью консервирования пробы в пробирку с мочой вносится 0,05 см^3 хлороформа. Пробы могут храниться в холодильнике в течение 3 суток.

7.6. Подготовка проб для анализа

Пробы мочи для определения меди и кадмия анализируют на приборе прямым измерением, определение магния проводят из аликвоты пробы, предварительно разведенной в 100 раз раствором 1 %-й азотной кислоты.

8. Выполнение измерений

Полученные после подготовки к анализу растворы проб мочи измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре, подготовленном для определения исследуемого металла (меди, кадмия или магния).

8.1. 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 раствор 1 %-го HNO_3 и определяют нулевую линию.

8.2. 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 HNO_3, коэффициент разбавления учитывают при расчете результата анализа. Уровень изменений концентраций магния при разбавлении учтен в диапазоне измерения МВИ.

9. Вычисление результатов измерений

Содержание определяемого металла в моче регистрируют по показаниям прибора. При вычислении результатов измерений магния учитывают кратность разведения пробы мочи. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_{max}, X_{min}, расхождение между которыми не должно превышать значения предела повторяемости r_n. Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляются в виде:

$$(\overline{X} \pm \Delta) \text{ мкг/см}^3, \text{ где}$$

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

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

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

δ – относительное значение характеристики погрешности, %.

10. Внутренний контроль качества результатов измерений

Внутренний контроль качества (ВКК) результатов количественного химического анализа (повторяемость, внутрилабораторная воспроизводимость, точность) осуществляют с целью получения оперативной ин-

формации 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 меди, магния, кадмия в моче обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 4, 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 $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
Медь, от 0,010 до 0,100 вкл.	2,13	1,62	4,4
Магний, от 10,00 до 100,00 вкл.	1,17	1,44	4,2
Кадмий, от 0,005 до 0,050 вкл.	4,56	2,05	9,3

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), $R_{\bar{X}\ell}$, %
Медь, от 0,010 до 0,100 вкл.	5,87	4,45
Магний, от 10,00 до 100,00 вкл.	3,25	3,99
Кадмий, от 0,005 до 0,050 вкл.	12,68	5,58

10.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят через каждые 5 проб в анализируемой серии измерений. Определяют содержание металлов в градуировочном растворе, который соответствует середине градуировочного интервала. Градуировочная характеристика считается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значением концентраций не превышает 5 %.

10.2. Контроль повторяемости

Для проведения контроля повторяемости используют рабочие пробы. 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.

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.

10.3. Контроль воспроизводимости

Для проведения контроля воспроизводимости используют рабочие пробы. 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/см^3;

$\overline{X}_2$ – результат анализа этой же пробы, полученный другим аналитиком или в другое время, средний из двух параллельных измерений, 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.

10.4. Контроль качества результатов измерений

Контроль точности измерений проводят с применением метода добавок совместно с методом разбавления пробы.

Отобранную пробу мочи разливают на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы (X), вторую часть разбавляют в 2 раза и снова делят на 2 равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат рабочей пробы разбавленной в два раза (X'), а во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (C) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат (X'').

Контроль проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_K с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле:

$$K_K = |\overline{X}'' - \overline{X}' - \overline{X} - C|, \text{ где}$$

$\overline{X}$ – средний результат концентрации анализируемого металла исходной рабочей пробы из двух параллельных измерений, мкг/см^3;

$\overline{X}'$ – средний результат концентрации анализируемого металла разбавленной пробы из двух параллельных измерений, мкг/см^3;

$\overline{X}''$ – средний результат концентрации анализируемого металла разбавленной пробы с добавкой из двух параллельных измерений, мкг/см^3;

C – добавка анализируемого компонента к разбавленной пробе, мкг/см^3.

Норматив контроля определяемого элемента K рассчитывают по формуле:

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

δ – показатель точности определяемого элемента (табл. 4).

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия: $K_к \le K$. При превышении указанного норматива погрешности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, их устраняют и процедуру контроля повторяют.

Периодичность ВКК регламентируется 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