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 хлороформа, 1,2-дихлорэтана, тетрахлорметана, хлорбензола в биосредах (кровь) газохроматографическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2112—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 органических соединений 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 выполнение измерений массовой концентрации алифатических и ароматического хлорированных углеводородов в крови в диапазоне концентраций:

• хлороформ от 0,002 до 0,420 мкг/см^3 с погрешностью 34,8 % при доверительной вероятности 0,95;

• тетрахлорметан от 0,0001 до 0,0030 мкг/см^3 с погрешностью 19,05 % при доверительной вероятности 0,95;

• 1,2-дихлорэтан от 0,025 до 1,300 мкг/см^3 с погрешностью 16,0 % при доверительной вероятности 0,95;

• хлорбензол от 0,011 до 0,200 мкг/см^3 с погрешностью 15,4 % при доверительной вероятности 0,95.

Хлороформ (трихлорметан)

$CHCl_3$ Молекулярная масса 119,38

Хлороформ – бесцветная жидкость с характерным сладковатым запахом. Температура кипения 61,15 °С, температура плавления (–63,5 °С). Хлороформ растворим в органических растворителях и малорастворим в воде, наркотик [1].

Тетрахлорметан

CCl_4 Молекулярная масса 153,82

Тетрахлорметан – бесцветная жидкость. Температура кипения 76,75 °С, температура плавления (–22,87 °С). Тетрахлорметан растворим в органических растворителях и малорастворим в воде. Тетрахлорметан – сильнейший наркотик [1].

1,2-Дихлорэтан

$C_2H_4Cl_2$ Молекулярная масса 98,97

1,2-Дихлорэтан – бесцветная жидкость. Температура кипения 83,5 °С, температура плавления (–35,3 °С). Растворим в органических растворителях и малорастворим в воде. 1,2-Дихлорэтан является токсичным соединением [1].

Хлорбензол

C_6H_5Cl Молекулярная масса 112,56

Хлорбензол – бесцветная жидкость. Температура кипения 132 °С, температура плавления (–45,6 °С). Хлорбензол хорошо растворим в органических растворителях и малорастворим в воде. Хлорбензол – наркотик, действующий на систему крови подобно бензолу, но значительно слабее [1].

2. Сущность метода

Методика основана на предварительном концентрировании алифатических хлорированных соединений (хлороформ, тетрахлорметан, 1,2-дихлорэтан) и ароматических (хлорбензол) при pH 8—10 из биоло-

гического материала (кровь) экстракцией диэтиловым эфиром и последующем газохроматографическом анализе экстрактов.

Выполнение измерений массовой концентрации алифатических хлорированных углеводородов проводят методом газовой хроматографии с детектором электронного захвата. Определению не мешают ацетон, ароматические углеводороды, алифатические спирты, трихлорэтилен при содержании каждого из указанных веществ не более 0,5 мкг/см^3.

Длительность анализа, включая экстракцию пробы, – 30 мин.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы. Допускается применение других типов средств измерений, вспомогательного оборудования и химреактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с детектором электронного захвата	
Весы лабораторные ВЛР-200 аналитические	ГОСТ 24104—01
Разновесы $Г_2$-210	ГОСТ 7328—01
Секундомер «Агат»	ТУ 25-1894.003—90
Микрошприцы МШ-10	ТУ 2.833.106—00
Линейка измерительная	ГОСТ 427—75
Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 см^3	ГОСТ 1770—74
Пробирки мерные со шлифом 10 см^3	ГОСТ 1770—74
Пипетки мерные 5, 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Хлороформ фарм. Массовая доля основного вещества, % не менее 99,7	ГСО 7288—96
Тетрахлорметан. Массовая доля основного вещества, % не менее 99,9	ГСО 7211—95
1,2-Дихлорэтан, хч. Массовая доля основного вещества, % не менее 99,6	ГСО 7332—96
Хлорбензол, хч. Массовая доля основного вещества, % не менее 99,6	ГСО 7142—95

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка стальная длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	
Бидистиллятор стеклянный БС	ТУ 25-11.1592—81
Редуктор кислородный	ТУ 26-05-236—73
Центрифуга СМ-4, 3000 об./мин	
Бюксы стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронка делительная	ГОСТ 23932—90

3.3. Материалы

Азот газообразный	ГОСТ 9293—74

3.4. Реактивы

Apiezon L на хроматоне N-супер фракции 0,16—0,20 мм – неподвижная фаза для заполнения хроматографической колонки	
Диэтиловый эфир медицинский	ОСТ 84-2006—88
Щавелевая кислота, хч	ГОСТ 22180—76
Натрия гидроксид, чда	ГОСТ 4328—77
Серная кислота, осч	ГОСТ 14262—78
Калия дихромат, чда	ГОСТ 4220—75
Натрия хлорид, хч	ГОСТ 4233—77
Ацетон, осч	ТУ 2633-039-44493179—00

3.5. Растворы

Раствор калия дихромата, 3 %-й
Раствор гидроксида натрия, 10 %-й
Раствор щавелевой кислоты, 10 %-й

4. Требования к безопасности

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

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 12.1.005—88.

4.4. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика и опыт работы на газовом хроматографе и в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6. Условия измерений

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

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

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией по прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка посуды, подготовка хроматографической колонки, приготовление аттестованных смесей, установление градуировочной характеристики.

7.1. Подготовка посуды

Используемую посуду замочить на 1 ч в свежеприготовленном 3 %-м растворе дихромата калия в серной кислоте (3 г дихромата калия на 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты), отмыть в проточной водопроводной воде, ополоснуть бидистиллированной водой и просушить при температуре 120 °С.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением неподвижной фазой промывают дистиллированной водой, ацетоном, гексаном, высушивают в токе инертного газа. Заполнение хроматографической колонки

насадкой проводят под вакуумом. Концы колонки закрывают стекловатой, устанавливают в хроматограф и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом 30 $см^3$/мин при температуре 200 °С в течение 18 ч. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии мешающих влияний колонка готова к работе.

7.3. Приготовление аттестованных смесей

Для построения градуировочного графика собирают кровь, не содержащую определяемых соединений, и готовят серию рабочих аттестованных растворов.

Исходный аттестованный раствор 1 для градуировки. В мерную колбу объемом 1 000 $см^3$, содержащую бидистиллированную воду в объеме 500 $см^3$, вводят микрошприцем 7 $мм^3$ хлороформа ГСО 7288—96, 10 $мм^3$ раствора тетрахлорметана концентрацией 48,93 мкг/$см^3$. (Для приготовления раствора концентрацией 48,93 мкг/$см^3$ 3 $мм^3$ тетрахлорметана ГСО 7211—95 вводят в мерную колбу объемом 100 $см^3$, содержащую бидистиллированную воду, и заполняют колбу до метки водой.) Весовое содержание определяемых веществ в исходной аттестованной смеси составляет (с учетом плотности и содержания основного вещества): хлороформ: – 10,416 мкг/$см^3$, тетрахлорметан – 0,4893 мкг/$см^3$. Срок хранения раствора – 12 ч.

Исходный аттестованный раствор 2 для градуировки. В мерную колбу объемом 1 000 $см^3$, содержащую бидистиллированную воду в объеме 500 $см^3$, вводят микрошприцем 5 $мм^3$ 1,2-дихлорэтана ГСО 7288—96 и заполняют колбу до метки водой. Весовое содержание определяемого вещества в исходной аттестованной смеси составляет (с учетом плотности) – 6,29 мкг/$см^3$. Срок хранения – 12 ч.

Исходный аттестованный раствор 3 для градуировки. В мерную колбу объемом 100 $см^3$, содержащую бидистиллированную воду в объеме 50 $см^3$, вводят микрошприцем 1 $мм^3$ хлорбензола и заполняют колбу до метки водой. Весовое содержание определяемого вещества в исходной аттестованной смеси составляет (с учетом плотности) – 11,066 мкг/$см^3$. Срок хранения – 3 ч.

Раствор щелочи. В небольшом количестве бидистиллированной воды растворяют 30 г гидроксида натрия, количественно переносят в мерную колбу объемом 100 $см^3$ и заполняют колбу до метки водой.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной калибровки. Она выражает зависимость площади пика на хроматограмме ($мм^2$) от массы хлорорганических соединений (мкг) и строится по 5 сериям рабочих аттестованных растворов. Каждую серию, состоящую из 5 аттестованных растворов, готовят в мерных колбах объемом 50 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят по 2 $см^3$ крови и заполняют 30 $см^3$ бидистиллированной воды. Затем добавляют аттестованные растворы хлороформа, тетрахлорметана, 1,2-дихлорэтана и хлорбензола в соответствии с табл. 1 и доводят до метки.

Таблица 1

Рабочие аттестованные растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации хлорорганических соединений

Номер смеси	1	2	3	4	5	6
Хлороформ, объем исходного аттестованного раствора (10,416 мкг/$см^3$), $см^3$	0,01	0,05	0,10	0,50	1,00	2,00
Концентрация хлороформа, мкг/$см^3$	0,002	0,0104	0,021	0,1	0,215	0,42
Тетрахлорметан, объем исходного аттестованного раствора (0,4893 мкг/$см^3$), $см^3$	0,01	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25
Концентрация тетрахлорметана, мкг/$см^3$	0,0001	0,0005	0,0010	0,0015	0,0020	0,0025
1,2-Дихлорэтан, объем исходного аттестованного раствора (6,29 мкг/$см^3$), $см^3$	0,2	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0
Концентрация 1,2-дихлорэтана, мкг/$см^3$	0,025	0,063	0,126	0,25	0,63	1,26
Хлорбензол, объем исходного аттестованного раствора (11,066 мкг/$см^3$), $см^3$	0,05	0,10	0,15	0,20	0,50	1,00
Концентрация хлорбензола, мкг/$см^3$	0,011	0,022	0,033	0,044	0,110	0,220

Приготовленный аттестованный раствор помещают в делительную воронку объемом 250 $см^3$, добавляют 30 г высаливателя – хлорида натрия, подщелачивают 30 %-м раствором гидроксида натрия до достижения pH 8—10 и экстрагируют 10 $см^3$ диэтилового эфира. Содержимое воронки интенсивно встряхивают 10 мин, после отстаивания эфирный

экстракт сливают в пробирку. Далее пробу центрифугируют при 7 000 об./мин в течение 10 мин для денатурации белка. В хроматографическую колонку через испаритель вводят по 10 мм^3 экстракта каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях:

температура термостата колонок – 90 °С;
температура испарителя – 170 °С;
температура детектора – 250 °С;
расход газа-носителя (азот) – 30 см^3/мин;
скорость диаграммной ленты – 240 мм/ч;
время удерживания хлороформа – 3 мин 05 с;
тетрахлорметана– 4 мин 20 с;
1,2-дихлорэтана – 6 мин;
хлорбензола – 15 мин.

На полученной хроматограмме определяют площади пиков определяемых компонентов и по средним результатам из 6 серий строят градуировочную характеристику. Градуировку проверяют 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

7.5. Отбор проб

Отбор проб венозной крови в объеме не менее 10 см^3 производится в тщательно вымытую стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено 0,1 см^3 раствора гепарина. Анализ крови проводить сразу или хранить в морозильной камере не более 5 дней.

8. Выполнение измерений

Пробу крови в объеме 2 см^3 доводят до 50 см^3 бидистиллированной водой, помещают в делительную воронку объемом 250 см^3, добавляют 30 г высаливателя – хлорида натрия, подщелачивают 30 %-м раствором гидроксида натрия до достижения pH 8—10 и экстрагируют 10 см^3 диэтилового эфира. Содержимое воронки интенсивно встряхивают 10 мин, после отстаивания эфирный экстракт сливают в пробирку. Далее пробу центрифугируют при 7 000 об./мин в течение 10 мин для денатурации белка. После отстаивания эфирный экстракт сливают в другую пробирку. Полученный центрифугат в объеме 10 мм^3 хроматографируют и проводят количественное определение анализируемых соединений в подготовленной пробе по калибровочному графику. Процедуру повторяют аналогично для второго образца и проводят выполнение измерений двух параллельных проб крови. Условия выполнения измерений аналогичны условиям при установлении градуировочной характеристики (п. 7.4).

9. Вычисление результатов измерений

На хроматограмме рассчитывают площадь пика и по градуировочной характеристике определяют концентрацию алифатических хлорированных углеводородов и хлорбензола в крови. 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 (табл. 3). Концентрации хлорированных углеводородов рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V_{экст.}}{V_1 \cdot V_2}, \text{ где}$$

A – количество компонента, найденное по калибровочному графику, мкг;

$V_{экст.}$ – объем экстрагента, см^3;

V_1 – объем экстрагируемой крови, см^3;

V_2 – объем хроматографируемой пробы, см^3.

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

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

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

X_{max} – максимальный результат из 2-х параллельных измерений;

X_{min} – минимальный результат из 2-х параллельных измерений;

r_n – значение предела повторяемости, %;

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

$\Delta = \frac{\delta \cdot \overline{X}}{100}$, где δ – относительное значение характеристики погрешности, %.

10. Внутренний контроль качества

Внутренний контроль качества (ВКК) измерений – повторяемость, внутрилабораторная прецизионность (воспроизводимость), точность – осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве измерений 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 погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 2 и 3.

Таблица 2

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) $\sigma_{R_{\overline{X}_\ell}}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), ± δ, %
Хлороформ, от 0,002 до 0,420 вкл.	8,4	10,5	34,8
Тетрахлорметан, от 0,0001 до 0,0030 вкл.	15,7	18,0	19,1
1,2-Дихлорэтан, 0,025 до 1,300 вкл.	3,7	12,1	16,0
Хлорбензол, от 0,011 до 0,200 вкл.	4,4	12,5	15,4

Таблица 3

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), $R_{\overline{X}_\ell}$, %
Хлороформ, от 0,002 до 0,420 вкл.	13,3	29,0
Тетрахлорметан, от 0,0001 до 0,0030 вкл.	13,5	22,3
1,2-дихлорэтан, от 0,025 до 1,300 вкл.	10,2	15,8
Хлорбензол, от 0,011до 0,200 вкл.	12,2	16,9

10.1. Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика проводят раз в квартал в анализируемой серии измерений. Определяют содержание исследуемых соединений в градуировочных растворах, которые соответствуют началу, середине и концу градуировочного интервала. Градуировка признается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значением концентраций не превышает 5 %.

10.2. Контроль повторяемости

Относительное расхождение между результатами двух измерений, выполненных в соответствии с методикой одним оператором при измерении образцов 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 значения предела повторяемости r_n (табл. 3).

Повторяемость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, если

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

r_n – значение предела повторяемости, %;

X_{max} – максимальный результат из 2-х параллельных измерений;

X_{min} – минимальный результат из 2-х параллельных измерений.

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

10.3. Контроль воспроизводимости

Внутренний контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочей пробы. Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, максимально варьируя условия проведения анализа (разные операторы, разное время, разные партии реактивов одного типа, разные наборы мерной посуды и т. д.). Воспроизводимость результатов контрольных измерений признают удовлетворительной, если выполняется условие:

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

$\overline{X}_1$ – средний результат анализа рабочей пробы из 2-х параллельных измерений, мкг/см^3;

$\overline{X}_2$ – средний результат анализа рабочей пробы из 2-х параллельных измерений, полученный в других условиях, мкг/см^3;

$R_{\overline{X}_\ell}$ – значение предела внутрилабораторной воспроизводимости, % (табл. 3).

Расхождение между результатами измерений $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, полученных в разных условиях, не должно превышать значений показателя воспроизводимости $R_{\overline{X}_\ell}$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, указанных в табл. 3.

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

10.4. Контроль точности

Контроль точности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольной процедуры, равного разности между результатом контрольного измерения содержания хлорированных соединений (хлороформ, тетрахлорметан, 1,2-дихлорэтан, хлорбензол) в пробе с известной добавкой ($\overline{X}'$), в рабочей пробе без добавки ($\overline{X}$) и величиной добавки $C_д$ (добавка должна составлять не менее 40 % от содержания компонента в рабочей пробе) с нормативом точности K.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|\overline{X}' - \overline{X} - C_д| = K_k, \text{ где}$$

$\overline{X}'$ – средний результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе с известной добавкой из 2-х параллельных измерений, мкг/см^3;

$\overline{X}$ – средний результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе из 2-х параллельных измерений, мкг/см^3;

$C_д$ – величина добавки к пробе, мкг/см^3.

$$K = 0{,}84 \cdot \sqrt{(\frac{\delta}{100} \cdot \overline{X})^2 + (\frac{\delta}{100} \cdot \overline{X}^1)^2}$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительной при выполнении условия: $K_k \le K$.

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

Периодичность контроля исполнения процедуры ВКК регламентируют согласно руководству по качеству лаборатории.

Литература

1. Бандман А. Л., Войтенко Г. А., Волкова Н.В. и др. Вредные химические вещества. Углеводороды. Галогенпроизводные углеводородов: Справ. изд. /Под ред. В. А. Филова и др. Л.: «Химия», 1990.

Методические указания разработаны Пермским научно-исследовательским клиническим институтом детской экопатологии (Т. С. Уланова, Т. В. Нурисламова, Н. А. Попова).

gost.e-ecolog.ru