Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций химических соединений и элементов в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3037—12; 4.1.3040—12; 4.1.3041—12

Издание официальное

Москва • 2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций химических соединений и элементов в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3037—12; 4.1.3040—12; 4.1.3041—12

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций химических соединений и элементов в биологических средах: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—46 с.

ISBN 978—5—7508—1180—9

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

2. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 7 сентября 2012 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2013
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

Содержание

Измерение массовых концентраций меди, цинка в желчи методом атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.3037—12 4

Измерение массовой концентрации бенз(а)пирена в крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3040—12 19

Измерение массовой концентрации бенз(а)пирена в моче методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3041—12 33

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
7 сентября 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации бенз(а)пирена в моче методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3041—12

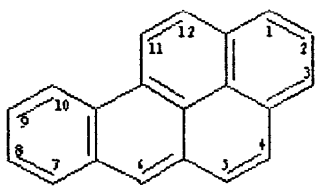
1. Область применения и общие положения

Свидетельство об аттестации от 30.11.2010 № 223.1.0273/01.00258/2010.

1.1. Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации бенз(а)пирена в моче в диапазоне 0,01—4,00 мкг/дм^3.

1.2. Методические указания предназначены для использования органами и организациями Роспотребнадзора, а также иными организациями, деятельность которых связана с вопросами гигиены окружающей среды.

1.3. Бенз(а)пирен



Молекулярная масса 252,32.

Бенз(а)пирен (3,4-бензпирен) – светло-желтые кристаллы, температура плавления 175,0—180,5 °С, температура кипения 456 °С, плотность 1,351—1,282 г/см^3. Растворим в ацетонитриле, этаноле, метаноле, гексане, метиленхлориде и других органических растворителях [1]. Растворимость бенз(а)пирена в пресной воде 0,11 мкг/дм^3, в соленой воде – 0.13 мкг/дм^3 [2]. Присутствует в атмосферном воздухе, природной воде, растениях, копченых продуктах как загрязнитель.

Краткая токсикологическая характеристика

Бенз(а)пирен – вещество 1-го класса опасности. Обладает мутагенным, канцерогенным, эмбриотоксическим и тератогенным эффектами [3].

2. Погрешность измерений

Погрешность измерений, соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Таблица 1

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

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Показатели прецизионности (относительные значения), %			Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$), $\pm \delta^*$, %
	стандартное отклонение повторяемости, σ_r	стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности, σ_{Ri}	стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R	
от 0,01 до 4,00 вкл.	3	7	10	20

* Соответствует расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$

3. Метод измерений

Измерение концентрации бенз(а)пирена в моче основан на концентрировании 3,4-бенз(а)пирена из мочи методом твердофазной экстракции на полимерном сорбенте Oasis HLB, экстракции с сорбента метиленхлоридом и анализе экстракта на жидкостном хроматографе с использованием флуориметрического детектора.

Определению не мешают ароматические углеводороды, фенол, стирол, полиядерные ароматические углеводороды.

Диапазон измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в моче – 0,01—4,00 мкг/дм^3. Средняя полнота извлечения свободного бенз(а)пирена из мочи составляет 92 %.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф, оснащенный термостатом колонок, градиентным насосом, устройством для дегазации элюента, флуориметрическим детектором	Номер в Государственном реестре средств измерений 16193—06
Весы лабораторные ВЛР-200 аналитические	ГОСТ Р 53228—2008
Гири $Г_2$-210	ГОСТ 7328—2001
Колбы мерные вместимостью 25, 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные вместимостью 1 $дм^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Микрошприцы Hamilton 700 вместимостью 10, 100 $мм^3$ или дозаторы жидкости механические с погрешностью ± 0,1 $мм^3$ 0,1—1,0 $см^3$; 1,0—5,0 $см^3$ со сменными одноразовыми наконечниками, модель BIOHIT PROLINE	

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

4.2. Реактивы

Стандартный образец состава раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле (аттестованное значение 100 мкг/$см^3$), ГСО 7515	
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, осч	ТУ 6-09-14-2167—84
Метилен хлористый для жидкостной хроматографии, осч	ТУ 2631-013-44493179—98
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Кислота серная, осч	ГОСТ 14262—78
Калий двухромовокислый, чда	ГОСТ 4220—75

Примечание. Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

4.3. Вспомогательные устройства, материалы

Колонка металлическая Zorbax Eclipse XDB C18 с зернением 5 микрон 4,6 × 150 мм

Предколонка Zorbax Eclipse XDB C18 с зернением 5 микрон 4,6 × 12,5 мм	
Центрифуга ЦЛМН-Р10-01-«Элекон»	ТУ 9443-001-245.23530—97
Сушильный шкаф ШСС-80	ТУ 16.531.743—83
Устройство очистки воды «MilliPore»	
Устройство для твердофазной экстракции «Waters»: вакуумный насос и манифолд	
Картриджи Oasis HLB 1cc (30 мг) для твердофазной экстракции «Waters»	
Пробирки типа Falcon полипропиленовые (PP) вместимостью 15 $см^3$ конические с градуировкой с завинчивающейся крышкой	
Стакан термостойкий вместимостью 2 $дм^3$	ГОСТ 25336—82
Стеклянные виалы объемом 1,5 $см^3$ с крышкой	
Шприц медицинский одноразовый типа «Луер» вместимостью 1 $см^3$	ГОСТ Р ИСО 7886-1—2009
Фильтры капроновые с диаметром пор не более 5 мкм	

Примечание. Допускается применение оборудования и материалов иных производителей с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

5. Требования безопасности и охраны окружающей среды

5.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88.

5.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают меры безопасности, указанные в руководстве по правилам эксплуатации прибора, правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—2009, противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и имеют средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83, обучение и инструктаж по безопасности труда проводится в соответствии с ГОСТ 12.0.004—90.

5.3. 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 «Безопасность работы с микроорганизмами III—IV групп патогенности (опасности) и возбудителями паразитарных болезней».

5.5. При выполнении измерений на приборе соблюдают правила, указанные в руководстве по правилам эксплуатации жидкостного хроматографа.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика с опытом работы на жидкостном хроматографе, освоившие метод анализа и получившие удовлетворительные результаты оперативного контроля процедуры выполнения измерений.

7. Условия измерений

7.1. Подготовку и проведение измерений проводят при следующих условиях:

– температура воздуха (20 ± 5) °С, влажность не более 80 %;

– атмосферное давление 630—800 мм рт. ст.

7.2. Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией прибора.

8. Подготовка к выполнению измерений

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

8.1. Подготовка посуды

Используемую стеклянную посуду замачивают на 1 ч в хромовой смеси, промывают проточной водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С, ополаскивают ацетонитрилом.

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. *Элюент для хроматографии.* Смесь ацетонитрила с дистиллированной водой в соотношении 60 : 40 % (объемная доля). Состав элюента задают на двух каналах насоса.

8.2.2. *Хромовая смесь.* В термостойкий стакан вместимостью 2 $дм^3$ насыпают 50 г калия двухромовокислого, осторожно приливают по палочке частями, тщательно перемешивая, 1 $дм^3$ концентрированной серной кислоты.

8.2.3. *Раствор метиленхлорида в ацетонитриле 1 : 10* (объемная доля). В мерную колбу объемом 25 $см^3$ вносят 2,27 $см^3$ ацетонитрила, доводят метиленхлоридом до метки и перемешивают содержимое колбы. Срок хранения раствора 5 дней.

8.2.4. *Раствор ацетонитрила в воде 50 %-й* (объемная доля). В мерную колбу объемом 25 $см^3$ вносят 12,5 $см^3$ ацетонитрила, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают содержимое колбы. Срок хранения раствора 5 дней.

8.2.5. *Исходный раствор бенз(а)пирена № 1, концентрация 1 мкг/см³.* В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1,0 см³ ГСО бенз(а)пирена с концентрацией 100 мкг/см³ и доводят ацетонитрилом до метки. Срок хранения раствора 60 дней при хранении в темном месте при температуре 4—6 °С.

8.2.6. *Раствор бенз(а)пирена № 2, концентрация 0,025 мкг/см³.* В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 2,5 см³ *раствора бенз(а)пирена № 1* и доводят ацетонитрилом до метки. Используют свежеприготовленный раствор.

8.2.7. *Раствор для идентификации бенз(а)пирена, концентрация 0,005 мкг/см³.* В мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 5 см³ *раствора бенз(а)пирена № 2* для градуировки и доводят содержимое колбы ацетонитрилом до метки. Используют свежеприготовленный раствор.

8.3. Подготовка хроматографической колонки

8.3.1. Колонку устанавливают в хроматограф и подают элюент со скоростью 1,5 см³/мин до установления равновесия колонки, которое определяют по стабильности нулевой линии детектора.

8.3.2. Проводят холостую разгонку с установлением ступеней градиента: от 0 до 2,5 мин – 60 % ацетонитрила, от 2,5 до 12 мин – повышение до 90 % ацетонитрила, от 12 до 20 мин – повышение до 100 % ацетонитрила, от 20 до 22,5 мин – 100 % ацетонитрила, от 22,5 до 23 мин – снижение до 60 % ацетонитрила, от 23 до 28 мин – 60 % ацетонитрила.

8.4. Установление градуировочной характеристики

8.4.1. Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика на хроматограмме (единицы оптической плотности, е.о.п.) от массовой концентрации бенз(а)пирена (мкг/дм³), устанавливают на градуировочных растворах бенз(а)пирена в ацетонитриле методом абсолютной градуировки. Градуировочную характеристику устанавливают по результатам измерений 6 серий по 5 концентрациям вещества в каждой серии.

8.4.2. Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см³. Для этого в каждую колбу вносят растворы бенз(а)пирена для градуировки № 1 и 2 в соответствии с табл. 2, доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Таблица 2

Градуировочные растворы бенз(а)пирена в ацетонитриле

Номер раствора	1	2	3	4	5
Объем раствора № 1 (C = 1 мкг/см^3), мм^3	–	–	–	46	92
Объем раствора № 2 (C = 0,025 мкг/см^3), мм^3	9,2	46	460	–	–
Массовая концентрация бенз(а)пирена в ацетонитриле, мкг/дм^3	0,0092	0,046	0,46	1,84	3,68
Массовая концентрация бенз(а)пирена в моче (с учетом степени экстракции), мкг/дм^3	0,010	0,05	0,50	2,0	4,0

8.4.3. Анализируют градуировочные растворы в количестве 20 мм^3 на жидкостном хроматографе в условиях:

– колонка 4,6 × 150 мм. заполненная сорбентом Zorbax Eclipse XDB C_{18};

– градиент: 2,5 мин подача подвижной фазы (60 % ацетонитрила и 40 % воды), увеличение ацетонитрила с 60 до 90 % от 2,5 до 12 мин, увеличение ацетонитрила с 90 до 100 % от 12 до 20 мин, подача 100 % ацетонитрила от 20 до 22,5 мин, снижение ацетонитрила до 60 % в течение 0,5 мин, подача 60 % ацетонитрила до уравновешивания колонки (5 мин);

– скорость движения элюента 1,5 см^3/мин;

– температура термостата колонки 28 °С;

– флуориметрический детектор:

длина волны возбуждения 265 нм;

длина волны эмиссии 412 нм;

– время удерживания бенз(а)пирена: 12,5 ± 0,05 мин.

Градуировочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i / S_i}{n}, \text{ где}$$

C_i – массовая концентрация бенз(а)пирена в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

S_i – среднее значение трех измерений площади пика бенз(а)пирена i-й концентрации, усл. ед.;

n – количество градуировочных смесей (n = 5).

8.4.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал в анализируемой серии измерений. Образцами для контроля стабильности являются градуировочные растворы. выбранные

таким образом, чтобы массовая концентрация бенз(а)пирена соответствовала нижней, верхней границам и середине диапазона построения градуировочной характеристики. Градуировка признается стабильной при выполнении условия:

$$|X - C| \leq 0{,}10 \cdot C \text{, где}$$

C – заданная массовая концентрация бенз(а)пирена в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

X – результат измерения массовой концентрации бенз(а)пирена в градуировочном растворе, мкг/дм^3.

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

8.5. Отбор проб

Отбирают пробу мочи объемом не менее 20 см^3 в стеклянную тару с плотно закрывающейся крышкой. Срок хранения проб в холодильнике 8 ч.

9. Выполнение измерений

Выполняют два параллельных измерения образца мочи. В коническую пробирку с завинчивающейся крышкой переносят 10,0 см^3 мочи и центрифугируют со скоростью 2 000 об./мин в течение 5 мин. Отбирают 1,0 см^3 верхнего слоя и проводят твердофазную экстракцию, последовательно пропуская под вакуумом через картридж с сорбентом Oasis HLB 1cc 1 см^3 раствора метиленхлорида в ацетонитриле (1 : 10), 1 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 анализируемой мочи, промывают картридж с нанесенной пробой 1 см^3 дистиллированной воды, 0,2 см^3 50 %-го раствора ацетонитрила в воде. Высушивают картридж в токе воздуха с помощью вакуумного насоса и пропускают через сорбент 1 см^3 метиленхлорида, собирая экстракт в виалу. Скорость потока во время экстракции не должна превышать 1 см^3/мин. Полученный экстракт высушивают в токе воздуха, растворяют сухой остаток в 1,0 см^3 ацетонитрила, фильтруют раствор через капроновый фильтр, используя медицинский шприц «Луер», в стеклянную виалу, и анализируют в количестве 20 мм^3 на жидкостном хроматографе в условиях, указанных в п. 8.4.3.

Идентификацию бенз(а)пирена проводят путем сравнения времен удерживания хроматографических пиков в анализируемой пробе и стандартном растворе.

10. Обработка (вычисление) результатов измерений

10.1. Массовую концентрацию бенз(а)пирена в моче (мкг/дм^3) вычисляют по формуле:

$$X = S_i \cdot K \cdot 1{,}087, \text{ где}$$

X – массовая концентрация бенз(а)пирена в анализируемой пробе, мкг/дм^3;

S_i – площадь пика бенз(а)пирена на хроматограмме, усл. ед.;

K – градуировочный коэффициент;

1,087 – коэффициент, учитывающий степень экстракции бенз(а)пирена из мочи, равную 92 %. Рассчитывается как отношение площадей пиков бенз(а)пирена до и после экстракции из мочи.

10.2. За результат измерения $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости X_1, X_2 (параллельных определений), 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. 3.

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. $CR_{0,95}(4) = 11$ %.

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).

Таблица 3

Пределы повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Пределы (относительные значения), %		
	повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами параллельных определений), r	внутрилабораторной прецизионности (допускаемое расхождение между двумя результатами измерений, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), R_2	воспроизводимости (допускаемое расхождение между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R
от 0,01 до 4,0 вкл.	8	20	28

10.3. Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел 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 массовой концентрации бенз(а)пирена, полученные в разных лабораториях – средние арифметические двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие (1), мкг/дм^3.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в табл. 3.

11. Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

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

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

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

Значение δ приведено в табл. 1.

12. Процедуры обеспечения достоверности измерений

Обеспечение достоверности измерений в пределах лаборатории организуют и проводят путем проведения оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 и РМГ 76—2004 ГСИ.

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.

12.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ (мкг/дм^3) рассчитывают по формуле:

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

$\bar{X}'$ – результат измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1), мкг/дм^3;

$\bar{X}$ – результат измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1), мкг/дм^3;

$C_д$ – величина введеной добавки, мкг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

$\Delta_{л,\bar{X}'}$, $\Delta_{л,\bar{X}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики измерений, соответствующие массовой концентрации бенз(а)пирена в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно, мкг/дм^3.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики измерений 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:

$$K_K \le K \qquad (4)$$

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

12.2. Алгоритм проведения контрольной процедуры при контроле внутрилабораторной прецизионности

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

При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного $\bar{X}_1$ и повторного $\bar{X}_2$) массовой концентрации бенз(а)пирена в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

$$\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right| \le 0{,}01 \cdot R_{\text{л}} \cdot \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2} \qquad (5)$$

Значение предела внутрилабораторной прецизионности ($R_{\text{л}}$, %) не превышает 20 %.

13. Разработчики

Уланова Т. С., Зайцева Н. В., Карнажицкая Т. Д., Кислицина А. В. (ФБУН «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Роспотребнадзора).

Приложение 1
(справочное)

Библиография

1. Химическая энциклопедия /Под. ред. И. Л. Кнунянц. М.: «Советская энциклопедия», 1988. Т. 1.

2. Майстренко В. Н., Клюев Н. А. Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2004. 323 с.

3. Лазарев Н. В. Вредные вещества в промышленности. Т. 1. Органические вещества. Л.: Химия, 1976. 590 с.

Приложение 2
(справочное)

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие документы.

ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Ч. 1 Метрологические и технические требования. Испытания».

ГОСТ 1770—74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия».

ГОСТ 6709—72 «Вода дистиллированная. Технические условия».

ГОСТ 14262—78 «Кислота серная. Технические условия».

ГОСТ 4220—75 «Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия».

ГОСТ 7328—2001 «Гири. Общие технические условия».

ГОСТ 25336—82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

ГОСТ 29227—91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные». Ч. 1. Общие требования.

ГОСТ Р ИСО 7886-1—2009 «Шприцы инъекционные однократного применения стерильные».

ГОСТ 12.0.004—90 «Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда».

ГОСТ 12.1.004—91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования».

ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

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

ГОСТ 12.1.007—76 «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

ГОСТ 12.1.019—2009 «ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

ГОСТ 12.4.009—83 «ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

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

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

ТУ 9443-001-245.23530—97 «Центрифуга ЦЛМН-Р10-01-«Элекон».

ТУ 16.531.743—83 «Сушильный шкаф ШСС-80».

ТУ 6-09-14-2167—84 «Ацетонитрил».

ТУ 2631-013-44493179—98 «Метилен хлористый для жидкостной хроматографии».

Примечание. При использовании настоящих методических указаний целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими методическими указаниями следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Измерение массовых концентраций химических соединений и элементов в биологических средах

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3037—12; 4.1.3040—12; 4.1.3041—12

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 08.02.13

Формат 60x88/16 Печ. л. 3.0

Тираж 200 экз. Заказ 12

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 (495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru