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 массовых концентраций меди, цинка в желчи методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.3037—12

1. Область применения и общие положения

Свидетельство об аттестации от 30.11.2010 № 223.1.0239/01.00258/2010.

1.1. Настоящие методические указания устанавливают метод атомно-абсорбционной спектрометрии в пламени для определения в желчи массовой концентрации меди и цинка в диапазонах измерений в анализируемом растворе 0,05—0,5 мкг/см^3 и 0,1—2,0 мкг/см^3 соответственно. Методика может быть использована для определения более высоких концентраций элементов после разбавления минерализата.

1.2. Методические указания по определению массовых концентраций меди и цинка в желчи предназначены для использования органами и организациями Роспотребнадзора, а также лечебными и научными организациями, осуществляющими деятельность в области профпатологии и экологии человека, научно-исследовательскими институтами, занимающимися вопросами гигиены окружающей среды.

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

1.4. **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 горячей концентрированной H_2SO_4. Порошкообразная медь растворяется в 0,3 %-м растворе HCl и желудочном соке [1].

Краткая токсикологическая характеристика

Относится к 2-му классу опасности [1].

Гепатотоксичность меди и ее соединений связана со способностью повышать проницаемость мембран митохондрий [2].

Токсическая доза 200—250 мг/сут. [3].

1.5. **Цинк (Zn)**, атомная масса – 65,37.

Цинк – голубовато-серебристый металл. $T_{пл.}$ – 419,5 °С, $T_{кип.}$ – 906,2 °С, плотность – 7,14 г/см^3. Растворим в кислотах и щелочах [1].

Краткая токсикологическая характеристика

Относится к 3-му классу опасности [1].

Вдыхание паров цинка в течение 4—6 ч при сварке или гальванизации может приводить к возникновению «цинковой лихорадки».

Вдыхание хлорида цинка может вызывать воспаление слизистых оболочек верхних дыхательных путей, отек легких [2].

Токсическая доза – 600 мг/день [3].

2. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей для меди ± 16 %, для цинка ± 14 % при доверительной вероятности 0,95, соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, показатели точности измерений

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений, мкг/см^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, $\sigma_{R_л}$, %	стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R, %	
Медь от 0,05 до 0.5 вкл.	4	6	8	16
Цинк от 0,1 до 2 вкл.	4	5	7	14
* Соответствует расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$				

3. Метод измерений

Измерения массовых концентраций меди и цинка выполняют методом атомно-абсорбционной спектрометрии, основанным на измерении величины поглощения света соответствующего длине волны исследуемого элемента в пламени.

Для измерения используется поглощение с длиной волны, соответствующей максимуму поглощения определяемого металла при прохождении через содержащий пары атомов металлов слой воздуха: меди – 324,8 нм, цинка – 213,9 нм [4].

Длительность выполнения анализа составляет около 4 ч, с учетом прогрева лампы, юстировки аппаратуры, приготовления градуировочных растворов, построения градуировочных характеристик.

Нижний предел измерения в анализируемом растворе для меди – 0.05 мкг/см^3, для цинка – 0,1 мкг/см^3.

Методика может быть использована для определения более высоких или низких концентраций элементов после разбавления или концентрирования минерализата.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.1. Средства измерений

Атомно-абсорбционный спектрофотометр	Номер в Государственном реестре средств измерений 14427—95
Весы аналитические ВЛР-200	ГОСТ Р 53228—08
Гири	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250, 500 см^3	ГОСТ 1770—74
Пипетки вместимостью 1, 5, 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Пробирки П-1-10-01 центрифужные	ГОСТ 1770—74
Пробирки П-2-10-14/23 ПМ	ГОСТ 1770—74
Пробирки из полипропилена конические с винтовыми крышками ТС 15А	
Государственные стандартные образцы растворов (ГСО):	
– ионов меди	ГСО 7255—96
– ионов цинка	ГСО 7256—96

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

4.2. Реактивы

Кислота азотная, осч	ГОСТ 11125—84
Ацетилен растворенный и газообразный технический	ГОСТ 5457—75
Водорода перекись	ГОСТ 177—88
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501—2005

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

4.3. Вспомогательные устройства, материалы

Редуктор ацетиленовый ДАП-1-65	ТУ 2605-463
Бидистиллятор БС	ТУ 25-11.1592
Сушильный шкаф ШСС-80	ОСТ 16.0.801.397
Шкаф вытяжной химический	ТУ 25-11.1630
Холодильник бытовой любого типа	
Прибор для получения деионизованной воды «Водолей»	ЖНЛК 2.015.000.000 РЭ
Компрессор для получения сжатого воздуха характеристики давления 100 psi. 7 bar	
Пробирочный электронагреватель модель HACH COD REACTOR	
Пробирки химические П-1-14-120 ТС	ГОСТ 25336—82
Баллон для ацетилена	ГОСТ 949—73
Таблетки «Део-Хлор»	ТУ 9392-001-26433370
Моющее средство	ТУ 2381-034-04643752

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

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений массовых концентраций соблюдают требования противопожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004—91, правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—2009, имеют средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

5.2. При работе необходимо соблюдать «Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях» [5] и «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» [6].

5.3. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняю-

щимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88. 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 атомно-абсорбционного спектрофотометра.

5.6. Обучение и инструктаж по безопасности труда проводят в соответствии с ГОСТ 12.0.004—90.

6. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика с опытом работы на атомно-абсорбционном спектрофотометре и получивших удовлетворительные результаты при проведении проверки процедуры измерений. Операции по подготовке проб желчи к анализу может выполнять лаборант или техник, имеющий опыт работы в химической лаборатории.

К обслуживанию атомно-абсорбционного спектрометра допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера КИП и А, прошедших инструктаж по технике безопасности на рабочем месте и ознакомленных с правилами обслуживания атомно-абсорбционного спектрофотометра.

7. Условия измерений

7.1. При подготовке к проведению измерений и приготовлении растворов соблюдают следующие условия:

– температура воздуха 15—25 °С;

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

– влажность воздуха не более 80 %.

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

8. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка химически чистой и обеззараженной посуды, подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе, приготовление деионизованной воды, приготовление 1 %-й азотной кислоты (HNO_3), приготовление градуировочных растворов, построение градуировочной характеристики.

8.1. Подготовка посуды

Посуду моют в моющем средстве с добавлением 6 %-го раствора перекиси водорода, многократно ополаскивают проточной водой, на сутки замачивают в растворе азотной кислоты, приготовленной в соотношении 1 : 5, а затем 2—3 раза ополаскивают бидистиллированной и 1—2 раза деионизованной водой. Посуду, которая использовалась для отбора и хранения биологических сред, перед мытьем дезинфицируют с применением дезинфицирующих средств.

8.2. Подготовка прибора к анализу

Подготовку атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Устанавливают необходимую для анализа спектральную лампу, прогревают не менее 20 мин и после настройки прибора выводят на рабочий режим согласно инструкции. Для настройки прибора в качестве нулевого раствора используют 1 %-й раствор азотной кислоты.

8.3. Приготовление растворов для установки градуировочной характеристики

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

Раствор готовят из ГСО с массовой концентрацией ионов металла 1 мг/см^3. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5 см^3 ГСО состава раствора ионов металла и доводят объем в колбе до метки 1 %-м раствором азотной кислоты. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

8.3.2. Рабочие растворы определяемых металлов (меди, цинка) с массовой концентрацией 5 мкг/см^3.

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

8.3.3. Рабочие растворы определяемых металлов с массовой концентрацией 5 мкг/см^3 используют для получения градуировочных растворов. Объем рабочего раствора согласно табл. 2, 3 вносят в мерную колбу на 100 см^3 и доводят до метки 1 %-м раствором азотной кислоты. Применяют свежеприготовленными.

8.3.4. Раствор азотной кислоты 1 %-й.

Концентрированную азотную кислоту объемом 8 см^3, плотностью 1,415 г/см^3 смешивают с 512 см^3 деионизованной воды.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации меди

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочего раствора (C = 5 мкг/см^3), см^3	1,00	2,00	5,00	10,00
Массовая концентрация меди, мкг/см^3	0,050	0,100	0,250	0,500

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации цинка

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4
Объем рабочего раствора (C = 5 мкг/см^3), см^3	2,00	10,00	20,00	40,00
Массовая концентрация цинка, мкг/см^3	0,100	0,500	1,00	2,00

8.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на приготовленных градуировочных растворах металлов. Она выражает зависимость величины абсорбции от концентрации металла (мкг/см^3). Градуировочную характеристику устанавливают по результатам измерений 4 серий по 4 концентрациям вещества в каждой серии.

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят через 5 проб в анализируемой серии измерений. Содержание металла определяют в градуировочном растворе, концентрация которого соответствует середине градуировочного интервала. Градуировка признается стабильной, если расхождение между известным значением массовой концентрации иона металла в растворе для градуировки и измеренным значением концентрации металла в этом растворе не превышает 5 %:

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

C – измеренное значение массовой концентрации металла в растворе для градуировки, мкг/см^3;

C_i – известное значение массовой концентрации металла в растворе для градуировки, мкг/см^3.

8.5. Отбор проб

Отбор проб желчи производят из дуоденального содержимого при зондировании. Пробы для анализа на металлы объемом не менее 5 см^3 отбирают в химически чистые, обеззараженные пробирки из полипропилена вместимостью 15 см^3 с винтовыми крышками. Пробы помещают в морозильную камеру. Возможно хранение проб в холодильнике (от 0 до 4 °С) до 3 суток или длительное хранение при замораживании.

8.6. Подготовка проб к анализу

Замороженные пробы слегка размораживают и тщательно перемешивают стеклянной палочкой в целях гомогенизации исходного материала. Гомогенизированную пробу полностью размораживают, для минерализации отбирают 1 см^3 желчи в химически чистую мерную пробирку, добавляют 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, выдерживают 15—20 мин, затем 5 мин в пробирочном электронагревателе при температуре 120—130 °С. Полученную смесь оставляют на 2,5—3,0 ч при комнатной температуре, добавляют 1 см^3 концентрированной перекиси водорода, подогревают в пробирочном электронагревателе 5—10 мин при температуре 120—130 °С. Объем пробы желчи для минерализации можно увеличить до 2 см^3, увеличивая объемы азотной кислоты и перекиси водорода также до 2 см^3. Полученный раствор охлаждают.

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

Объемы полученных растворов проб желчи и холостой пробы доводят до 5—6 см^3 (при отборе 1 см^3 желчи) деионизованной водой и направляют на измерение на атомно-абсорбционном спектрометре.

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

Подготовку проб к анализу проводят в вытяжном шкафу.

9. Выполнение измерений

9.1. Подготовленные к анализу растворы проб желчи (минерализаты) и холостые пробы анализируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре для определения исследуемого металла (меди или цинка).

9.2. Спектральную лампу устанавливают в прибор и прогревают не менее 20 мин. Устанавливают монохроматор на нужную длину волны, выбирают ширину спектральной щели, ставят на распыление деионизованную воду, подбирают необходимое соотношение газов (ацетилен–воздух) для поддержания горения и поджигают пламя.

Капилляр, подающий раствор в пламя опускают в 1 %-й раствор азотной кислоты и определяют нулевую линию.

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

10. Обработка (вычисление) результатов измерений

10.1. Массовую концентрацию определяемого металла в желчи рассчитывают по формуле:

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

C – массовая концентрация металла в пробе, мкг/см^3;

a – массовая концентрация металла в растворе пробы, определяемая по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

xn – массовая концентрация металла в растворе холостой пробы, мкг/см^3;

κ – коэффициент разбавления;

V – объем раствора минерализованной пробы, см^3;

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

10.2. За результат измерения $\overline{C}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений C_1, C_2, для которых выполняется условие:

$$|C_1 - C_2| \le 0,01 \cdot r \cdot \frac{C_1 + C_2}{2}, \text{ где} \quad (1)$$

r – предел повторяемости.

Значения предела повторяемости приведены в табл. 4.

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:

$$|C_{max,4} - C_{min,4}| \le 0,01 \cdot CR_{0,95}(4) \cdot \frac{C_1 + C_2 + C_3 + C_4}{4}, \text{ где} \quad (2)$$

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

Значения критического диапазона приведены в табл. 4.

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).

10.3. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предел воспроизводимости:

$$|\overline{C}_1 - \overline{C}_2| \le 0,01 \cdot R \cdot \frac{\overline{C}_1 + \overline{C}_2}{2}, \text{ где} \quad (3)$$

$\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ – результаты измерений массовых концентраций металлов, полученные в разных лабораториях – средние арифметические двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие (1), мкг/см^3;

R – значение предела воспроизводимости, приведенное в табл. 4.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в табл. 4.

Таблица 4

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

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений, мкг/см^3	Пределы (относительные значения)			
	повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами параллельных определений), r, %	критического диапазона (допускаемое расхождение между наибольшим и наименьшим из четырех результатов измерений, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости), $CR_{0,95}(4)$, %	внутрилабораторной прецизионности (допускаемое расхождение между двумя результатами измерений, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности), R_w, %	воспроизводимости* (допускаемое расхождение между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Медь от 0,05 до 0,5 вкл.	11	14	17	22
Цинк от 0,1 до 2,0 вкл.	11	14	14	20

* Результаты измерений на идентичных пробах, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным при разработке данной методики (здесь и далее по тексту)

11. Оформление результатов измерений

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

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

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

значение δ приведено в табл. 1.

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

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

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

12. Процедуры обеспечения достоверности измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории организуют и проводят 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 проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

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

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

$\overline{C}'$ – результат измерений массовой концентрации металла в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1), мкг/см^3;

$\overline{C}$ – результат измерений массовой концентрации металла в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1), мкг/см^3;

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

$\pm \Delta_{л,\overline{C}}$, ($\pm \Delta_{л,\overline{C}'}$) – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации металла в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно, мкг/см^3.

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

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$|K_к| \le K \qquad (4)$$

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 внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности получают с использованием рабочих проб желчи. При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного $\overline{C}_1$ и повторного $\overline{C}_2$) массовой концентрации металла в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

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

Значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в табл. 5.

Таблица 5

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

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений, мкг/см^3	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_л$, %
Медь от 0.05 до 0.5 вкл.	17
Цинк от 0.1 до 2.0 вкл.	14

13. Разработчики

Уланова Т. С., Зайцева Н. В., Стенно Е. В., Вейхман Г. А., Бакинина М. А., Шардакова Ю. В. (ФБУН «Федеральный научный центр медико-профилактических технологий управления рисками здоровью населения» Роспотребнадзора).

Приложение 1
(справочное)

Библиография

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

2. Элленхорн М. Дж. Медицинская токсикология: диагностика и лечение. М.: Медицина. 2003. Т. 2.

3. Скальный А. В., Рудаков И. А. Биоэлементы в медицине. М.: «Мир», 2004. С. 92, 97, 98.

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

5. «Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях». Утверждены МЗ СССР 20.12.82. М., 1981.

6. «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением». Утверждены Госгортехнадзором СССР 27.11.87. М.: Недра, 1989.

Приложение 2
(справочное)

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие документы.

ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

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

ГОСТ 7328—01 «Гири. Общие технические условия».

ГОСТ 25336—82 «Посуда и оборудование лабораторное стеклянное. Типы, основные параметры и размеры».

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

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

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

ГОСТ 12.0.004—90 «ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения».

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

ГОСТ 12.1.019—09 «ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

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

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

ГОСТ 949—73 «Баллоны стальные малого и среднего объема для газов».

ГОСТ 11125—84 «Реактивы. Кислота азотная. Технические условия».

ГОСТ 5457—75 «Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия».

ГОСТ 177—88 «Водорода перекись. Технические условия».

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

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 2605-463—76 «Редуктор ацетиленовый».

ТУ 25-11.1592—81 «Бидистиллятор стеклянный БС».

ТУ 25-11.1630—84 «Шкаф вытяжной химический».

ТУ 64-2-300 «Пробирки из полипропилена с винтовыми крышками».

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