

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

**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 спектроскопии: МУК 4.1.2102—06..... | 4 |
| Определение массовой концентрации ванадия в пробах крови методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией: МУК 4.1.2103—06 | 14 |
| Определение массовой концентрации меди, магния, кадмия в пробах мочи методом атомно-абсорбционной спектроскопии: МУК 4.1.2104—06..... | 25 |
| Определение массовой концентрации марганца, свинца, магния в пробах волос методом атомно-абсорбционной спектроскопии: МУК 4.1.2105—06 | 37 |
| Определение массовой концентрации марганца, свинца, магния в пробах крови методом атомно-абсорбционной спектроскопии: 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/см³ с погрешностью 34,8 % при доверительной вероятности 0,95;
- тетрахлорметан от 0,0001 до 0,0030 мкг/см³ с погрешностью 19,05 % при доверительной вероятности 0,95;
- 1,2-дихлорэтан от 0,025 до 1,300 мкг/см³ с погрешностью 16,0 % при доверительной вероятности 0,95;
- хлорбензол от 0,011 до 0,200 мкг/см³ с погрешностью 15,4 % при доверительной вероятности 0,95.

Хлороформ (трихлорметан)



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



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



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



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/см³.

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*

| | |
|---|-------------------------|
| Аризон 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 см³ 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 стеклянной, устанавливают в хроматограф и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) с расходом $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 1000 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 $48,93 \text{ мкг}/\text{см}^3$. (Для приготовления раствора концентрацией $48,93 \text{ мкг}/\text{см}^3$ 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: $-10,416 \text{ мкг}/\text{см}^3$, тетрахлорметан $-0,4893 \text{ мкг}/\text{см}^3$. Срок хранения раствора — 12 ч.

Исходный аттестованный раствор 2 для градуировки. В мерную колбу объемом 1000 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) $-6,29 \text{ мкг}/\text{см}^3$. 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) $-11,066 \text{ мкг}/\text{см}^3$. 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 ($10,416 \text{ мкг/см}^3$), 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 ($0,4893 \text{ мкг/см}^3$), 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 ($6,29 \text{ мкг/см}^3$), 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 ($11,066 \text{ мкг/см}^3$), 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 $\text{pH } 8\text{—}10$ и экстрагируют 10 см^3 диэтилового эфира. Содержимое воронки интенсивно встряхивают 10 мин , после отстаивания эфирный

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:

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

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

$V_{экт.}$ – объем экстрагента, см³;

V_1 – объем экстрагируемой крови, см³;

V_2 – объем хроматографируемой пробы, см³.

Результат измерений представляют в виде $(\bar{X} \pm \Delta)$ мкг/см³, где

$$\bar{X} - \text{средний результат анализа, мкг/см}^3, \quad \bar{X} = \frac{X_{max} + X_{min}}{2}$$

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

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/см³ при $P = 0,95$ равная:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ где } \delta - \text{относительное значение характеристики по}$$

грешности, %.

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) $\sigma_{R_{\bar{x}_t}}$, % | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, % |
|---|--|---|---|
| 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 внутрिलाбораторной воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории, но в разных условиях), $R_{\bar{x}_t}$, % |
|---|---|--|
| 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 0,011 до 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

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

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:

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

\bar{X}_1 – средний результат анализа рабочей пробы из 2-х параллельных измерений, мкг/см³;

\bar{X}_2 – средний результат анализа рабочей пробы из 2-х параллельных измерений, полученный в других условиях, мкг/см³;

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

Расхождение между результатами измерений \bar{X}_1 и \bar{X}_2 , полученных в разных условиях, не должно превышать значений показателя воспроизводимости $R_{\bar{X}_\ell}$ 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 (\bar{X}'), в рабочей пробе без добавки (\bar{X}) и величиной добавки C_0 (добавка должна составлять не менее 40 % от содержания компонента в рабочей пробе) с нормативом точности K .

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|\bar{X}' - \bar{X} - C_0| = K_k, \text{ где}$$

\bar{X}' – средний результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе с известной добавкой из 2-х параллельных измерений, мкг/см³;

\bar{X} – средний результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе из 2-х параллельных измерений, мкг/см³;

C_0 – величина добавки к пробе, мкг/см³.

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

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

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).