

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 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 фенола  
в биосредах (кровь) газохроматографическим методом**

**Методические указания  
МУК 4.1.2108—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 фенола в крови в диапазоне концентраций: от 0,04 до 0,50 мкг/см<sup>3</sup> с погрешностью 24,8 % при доверительной вероятности 0,95.

Фенол  
C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH

Молекулярная масса 128,56

Фенол – бесцветные кристаллы с характерным запахом,  $T_{\text{кип}} - 181,75 \text{ }^\circ\text{C}$ . Растворим в воде и органических растворителях. Является сильным нейротоксином, поражает печень, почки, проникает через кожу [1].

## 2. Сущность метода

Методика основана на предварительном переводе фенола в метилфениловый эфир в щелочной среде с помощью йодистого метила, концентрировании продукта дериватизации из крови экстракцией диэтиловым эфиром и последующем газохроматографическом анализе экстракта. Необходимость превращения фенола в производные вызвана тем, что прямой газохроматографический анализ фенолов, особенно следовых количеств, осложнен высокой полярностью фенольных соединений и низким давлением их паров. Улучшить газохроматографические свойства фенола можно путем превращения их в менее полярные соединения.

Выполнение измерений массовой концентрации фенола проводят методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора. Определению не мешают о-, м-, п-крезолы, ксилолы в количествах, не превышающих верхнюю границу измеряемой концентрации фенола. Длительность анализа, включая экстракцию пробы, – 20 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 пламенно-ионизационным детектором	
Секундомер «Агат»	ТУ 25-1894.003—90
Микрошприцы МШ-10	ТУ 2.833.106—00
Весы лабораторные ВЛР-200 аналитические	ГОСТ 24104—01
Разновесы Г <sub>2</sub> -210	ГОСТ 7328—01
Линейка измерительная	ГОСТ 427—75
Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74

МУК 4.1.2108—06

Пипетки, вместимостью 5, 10 см<sup>3</sup> ГОСТ 29227—91

### **3.2. *Вспомогательные устройства***

Хроматографическая колонка стеклянная 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, 3 000 об./мин  
Бюксы стеклянные ГОСТ 25336—82  
Воронка делительная ГОСТ 23932—90

### **3.3. *Материалы***

Гелий в баллоне ТУ 51-940—80  
Водород технический ГОСТ 3022—80  
Воздух в баллоне ГОСТ 24484—80

### **3.4. *Реактивы***

3 % OV-1 на хроматоне N-супер фракции 0,16—  
0,20 мм – неподвижная фаза для заполнения  
хроматографической колонки  
Фенол, чда ТУ 6-09-5303—86  
Нафталин, хч ТУ 6-09-2200—77  
Натрия карбонат, чда ГОСТ 83—79  
Метил йодистый ТУ- 6-09-3988—83  
Диэтиловый эфир мед. ОСТ 84-2006—88  
Серная кислота, осч ГОСТ 14262—78  
Калия дихромат, чда ГОСТ 4220—75  
Ацетон, осч ТУ 2633-039-44493179—00

### **3.5. *Растворы***

Раствор калия дихромата, 3 %-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  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление 630—800 мм рт. ст.;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25  $^\circ\text{C}$ .

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<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты), отмыть в проточной водопроводной воде, ополоснуть дистиллированной водой и просушить при температуре 120  $^\circ\text{C}$ .



### 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением неподвижной фазой промывают дистиллированной водой, ацетоном и 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 (гелий) с расходом  $30 \text{ см}^3/\text{мин}$  при температуре  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  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 исследуемых компонентов, и готовят серию рабочих аттестованных растворов.

*Исходный аттестованный раствор фенола.* В мерную колбу объемом  $25 \text{ см}^3$ , содержащую ацетон в объеме  $15 \text{ см}^3$ , вводят 10 мг фенола, и объем доводят до метки ацетоном. Весовое содержание определяемого вещества в исходном аттестованном растворе составляет  $400 \text{ мкг}/\text{см}^3$ . Срок хранения – 5 ч.

*Исходный аттестованный раствор нафталина (внутренний стандарт).* В мерную колбу объемом  $25 \text{ см}^3$ , содержащую ацетон в объеме  $15 \text{ см}^3$ , вводят 10 мг нафталина и объем доводят до метки ацетоном. Весовое содержание определяемого вещества в исходном аттестованном растворе составляет  $400 \text{ мкг}/\text{см}^3$ . Срок хранения – 3 дня.

### 7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом внутреннего стандарта на градуировочных смесях фенола. Строится градуировочный график в координатах: градуировочный коэффициент  $K_{i/ст}$  – отношение площадей пиков  $S_i/S_{ст}$  по 5 сериям аттестованных растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5 аттестованных растворов, готовят в мерных колбах объемом  $50 \text{ см}^3$ . В мерную колбу объемом  $50 \text{ см}^3$ , содержащую бидистиллированную воду в объеме  $30 \text{ см}^3$ , вносят по  $2 \text{ см}^3$  крови. Затем вносят различные объемы исходных аттестованных растворов фенола и нафталина (внутренний стандарт) согласно табл. 1 и содержимое колбы доводят до метки водой. Далее проводят определение градуировочных коэффициентов фенола по отношению к внутреннему стандарту.

Таблица 1

**Рабочие аттестованные растворы для установления градуировочных коэффициентов фенола по отношению к внутреннему стандарту**

Номер смеси	1	2	3	4	5	6	7
Фенол, объем исходного аттестованного раствора (400 мкг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,005	0,010	0,015	0,020	0,040	0,050	0,060
Содержание фенола, мкг/см <sup>3</sup>	0,04	0,08	0,12	0,16	0,32	0,40	0,48
Нафталин, объем исходного аттестованного раствора (400 мкг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,10	0,09	0,07	0,05	0,03	0,02	0,01
Содержание нафталина, мкг/см <sup>3</sup>	0,80	0,72	0,56	0,40	0,24	0,16	0,08

**7.5. Определение градуировочных коэффициентов фенола по отношению к внутреннему стандарту**

*Определение градуировочных коэффициентов.* 50 см<sup>3</sup> рабочего аттестованного раствора помещают в делительную воронку объемом 250 см<sup>3</sup> и добавляют 2 г кристаллического карбоната натрия. Плавным покачиванием перемешивают содержимое воронки, затем вводят в воронку 0,3 см<sup>3</sup> йодистого метила и встряхивают в течение 5 мин для перевода фенола в метилфениловый эфир.

Продукт метилирования экстрагируют 10 см<sup>3</sup> диэтилового эфира в течение 10 мин. Подготовленные пробы – экстракты центрифугируют для денатурации белка в течение 10 мин, затем помещают в бюкс и упаривают под ИК-лампой до 1 см<sup>3</sup>.

В хроматографическую колонку через испаритель вводят по 10 мм<sup>3</sup> каждого экстракта рабочего аттестованного раствора и анализируют в условиях:

температура термостата колонок – 110 °С;

температура испарителя – 170 °С;

температура детектора – 170 °С;

расход газа-носителя (гелий) – 30 см<sup>3</sup>/мин;

скорость диаграммной ленты – 240 мм/ч;

время удерживания метилфенилового эфира – 4 мин 05 с;

нафталина – 6 мин 45 с.

На полученной хроматограмме определяют высоты или площади пиков анализируемого компонента и внутреннего стандарта (нафталин)

и по средним результатам из 7 серий рассчитывают градуировочные коэффициенты.

Значение градуировочного коэффициента  $K_{i/ст}$  вычисляют по формуле:

$$K_{i/ст} = \frac{S_{ст} \cdot Q_i}{S_i \cdot Q_{ст}}, \text{ где}$$

$S_i, S_{ст}$  – площади пиков исследуемого компонента (метилфениловый эфир) и внутреннего стандарта (нафталин), мм<sup>2</sup>;

$Q_i, Q_{ст}$  – количество исследуемого компонента (метилфениловый эфир) и внутреннего стандарта (нафталин), мкг.

По результатам 7 измерений определяется среднее значение градуировочного коэффициента  $K_{i/ст}$  и строится градуировочный график в координатах: градуировочный коэффициент – отношение площадей пиков  $S_i/S_{ст}$ . Градуировку проверяют 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

### 7.6. Отбор проб

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

## 8. Выполнение измерений

Пробу крови объемом 2 см<sup>3</sup> доводят до 50 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой и помещают в делительную воронку объемом 250 см<sup>3</sup>, добавляют внутренний стандарт – нафталин 0,1 см<sup>3</sup>. Затем добавляют 2 г кристаллического карбоната натрия. Плавным покачиванием перемешивают содержимое воронки, затем вводят в воронку 0,3 см<sup>3</sup> йодистого метила и встряхивают в течение 5 мин для перевода фенола в метилфениловый эфир.

Продукт метилирования экстрагируют 10 см<sup>3</sup> диэтиловым эфиром в течение 10 мин. Подготовленную пробу – экстракт центрифугируют для денатурации белка в течение 10 мин, затем помещают в бюкс и упаривают под ИК-лампой до 1 см<sup>3</sup>. Полученный экстракт хроматографируют и проводят количественное определение анализируемого соединения в подготовленной пробе методом внутреннего стандарта. Процедуру повторяют аналогично для второго образца и проводят выполнение измерений двух параллельных проб крови. Условия выполнения измерений аналогичные, как при установлении градуировочной характеристики (п. 7.5).

## 9. Вычисление результатов измерений

На хроматограмме рассчитывают площади пиков метилфенилового эфира и внутреннего стандарта (нафталина).

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).

Расчет концентрации фенола (мкг/см<sup>3</sup>) в биопробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_i \cdot m_{ст} \cdot K_{i/ст}}{S_{ст} \cdot V}, \text{ где}$$

$X$  – концентрация фенола в биопробе, мкг/см<sup>3</sup>;  
 $S_i$ ,  $S_{ст}$  – площади пиков метилфенилового эфира и нафталина, мм<sup>2</sup>;  
 $K_{i/ст}$  – градуировочный коэффициент (устанавливается по градуировочному графику –  $K_{i/ст} = S_i/S_{ст}$ );  
 $m_{ст}$  – навеска нафталина, мкг;  
 $V$  – объем пробы, см<sup>3</sup>.

Результат измерений представляют в виде  $(\bar{X} \pm \Delta)$  мкг/см<sup>3</sup>, где

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

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

$X_{max}$  – максимальный результат из 2-х параллельных измерений;  
 $X_{min}$  – минимальный результат из 2-х параллельных измерений;  
 $r_n$  – значение предела повторяемости, %;  
 $\Delta$  – характеристика погрешности, мкг/см<sup>3</sup> при  $P = 0,95$ , равная:

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

$\delta$  – относительное значение характеристики погрешности, % (табл. 2).

## 10. Внутренний контроль качества

Внутренний контроль качества (ВКК) результатов 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 <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R_{\bar{x}\ell}}$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , %
Фенол, от 0,04 до 0,50 вкл.	10,5	10,7	24,8

Таблица 3

**Значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности  $P = 0,95$**

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мкг/см <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r_n$ , %	Предел внутрилабораторной воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории, но в разных условиях), $R_{\bar{x}\ell}$ , %
Фенол, от 0,04 до 0,50 вкл.	12,9	29,6

**10.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Контроль стабильности градуировочной характеристики 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 качества 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/см<sup>3</sup>;

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

$R_{\bar{X}\ell}$  – 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 фенола в пробе с известной добавкой ( $\bar{X}^1$ ) в рабочей пробе без добавки ( $\bar{X}$ ) и величиной добавки  $C_o$  (добавка должна составлять не менее 40 % от содержания фенола в рабочей пробе) с нормативом точности  $K$ .

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|\bar{X}^1 - \bar{X} - C_o| = K_k, \text{ где}$$

$\bar{X}^1$  – средний результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе с известной добавкой из 2-х параллельных измерений, мкг/см<sup>3</sup>;

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

$C_o$  – величина добавки к пробе, мкг/см<sup>3</sup>.

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

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

При превышении оперативного контроля погрешности эксперимента повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, устраняют их и процедуру контроля повторяют.

Периодичность 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 эктопатологии (Т. С. Уланова, Т. В. Нурисламова, Н. А. Попова).