

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ КАЗЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
«ЦЕНТР СУДЕБНЫХ ЭКСПЕРТИЗ
МИНИСТЕРСТВА ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН»

“Қазақстан Республикасы Әділет Министірлігінің
Сот сараптамалары орталығы”
БАҚЫЛАУ ҮЛГІСІ
ҚР ӘМ ССО ғылыми кеңесінің № 1
« 18 » наурыз 20 20 ж. хаттамасы
реттік номері № 27.1(21)

МЕТОДИКА

ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭТАНОЛА В ПРОБАХ
КРОВИ И МОЧИ МЕТОДОМ ПАРОФАЗНОЙ ГАЗОВОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ С ТЕРМОСТАТИРОВАНИЕМ

(шифр специальности – 27.1)

ПАСПОРТ МЕТОДИКИ

1. Наименование методики	Методика измерения массовой концентрации этанола в пробах крови и мочи методом парофазной газовой хроматографии с термостатированием
2. Шифр специальности методики	27.1(21)
3. Информация о разработчике методики	Захарченко Н.В. - руководитель химико-токсикологического отделения, судебно-медицинский эксперт высшей категории ИСЭ по СКО ЦСЭ МЮ РК, Сопин Д.С. - эксперт химико-токсикологического отделения ИСЭ по СКО ЦСЭ МЮ РК
4. Сущность методики	В основе метода лежит разделение смеси компонентов равновесной паровой фазы, отобранной из замкнутого объема после термостатирования образца, методом газожидкостной хроматографии с последующим анализом компонентов с помощью пламенно-ионизационного детектора
4.1. Объекты исследования	Кровь, моча, этанол в водных растворах
4.2. Методы исследования	Парофазный газохроматографический анализ
4.3. Краткое поэтапное описание методики	1. Подготовка оборудования к выполнению измерений; 2. Приготовление стандартных и рабочих растворов; 3. Градуировка хроматографа; 4. Контроль стабильности градуировочной характеристики; 5. Пробоподготовка и выполнение измерений; 6. Обработка результатов измерений; 7. Синтез и формулирование выводов
5. Дата одобрения методики Ученым Советом ЦСЭ МЮ РК	Протокол №1 от 18.06.2020г.
6. Информация о составителях паспорта методики	Сопин Д.С. - эксперт химико-токсикологического отделения филиала ИСЭ по СКО ЦСЭ МЮ РК

СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение	5
2. Метрологические характеристики	6
3. Термины и обозначения	6
4. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам	6
5. Требования техники безопасности	7
6. Требования к квалификации операторов	8
7. Требования к условиям измерений	8
8. Отбор проб	9
9. Подготовка к выполнению измерений	9
10. Пробоподготовка и выполнение измерений	13
11. Обработка результатов измерений	14
12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	15
13. Заключение	15
14. Список использованных источников	16
15. Приложения	
Приложение 1. Алкоголеметрические таблицы	
Приложение 2. Примеры времен удерживания и хроматограммы определяемых компонентов	

1. Введение

В основе методики измерений лежит газохроматографическое определение летучих органических соединений с использованием статического паровозного анализа.

Анализируемую пробу помещают в виалу, плотно укупоривают. Анализ подвергают воздушно-паровую фазу из газового пространства виалы над поверхностью пробы. Отбор паровой фазы осуществляют при термостатировании, в автоматическом режиме. Аликвоту газовой фазы вводят в испаритель хроматографа. Для разделения пробы используют капиллярную колонку. В качестве детектора используют - пламенно-ионизационный детектор. Расчет концентрации этилового спирта производят после калибровки по методу внутреннего стандарта. Внутренним стандартом служит пропанол-1.

Методика устанавливает процедуру измерения массовой концентрации этилового спирта в цельной или гемолизированной крови и моче, в водных растворах в диапазоне измерений от 0,15 до 6,0 ‰ (промилле).

Актуальность и преимущество методики. Обнаружение и количественное определение этилового спирта в биожидкостях востребованный вид анализа в медицинской и судебно-медицинской практике (до 80-90% экспертиз). В настоящее время в химико-токсикологических лабораториях ИСЭ применяется «алкилнитритный» метод, в котором отсутствует автоматизация процесса, и как итог – нерациональное расходование времени эксперта, так же из-за своей специфики несет негативное воздействие на здоровье. Предложенный нами подход: позволяет исследовать образцы в автоматическом режиме; минимизирует вероятность получения ложноположительных результатов; повышает воспроизводимость за счет отсутствия этапа предварительного получения алкилнитритных производных (отсутствует составляющая погрешности связанная с неполнотой дериватизации); отсутствует необходимость работы с токсичными дериватизирующими агентами.

2. Метрологические характеристики.

Методика обеспечивает получение результатов измерений с приписанными показаниями точности, не превышающими значения, приведенные в таблице 1.

Диапазон измерений массовой концентрации этанола, ‰ (промилле)	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P=0,95, \pm\delta, \%$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности) при $P=0,95, \pm\delta_c, \%$
От 0,15 до 6,0 включ.	10	4	4	10

Таблица 1.

3. Термины и обозначения

- 3.1 Градуировочный раствор – раствор, использующийся для градуировки хроматографа.
- 3.2 Контрольный раствор этанола – водный раствор этанола, используемый для ежедневного контроля точности.
- 3.3 Фоновая проба – смесь реактивов, необходимых для проведения анализа (с добавлением дистиллированной воды вместо анализируемой пробы)
- 3.4 Нативная кровь – кровь, отобранная у живых лиц, трупов, подвергавшаяся и не подвергавшаяся замораживанию.

4. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам

При выполнении измерений используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- 4.1 Хроматограф газовый, оснащенный:
 - пламенно-ионизационным детектором: предел детектирования по гептану, не менее – 3×10^{-12} гС/с; относительное среднеквадратичное отклонение выходных сигналов (высота, площадь и время удерживания), не более – 3%.
 - Капиллярной колонкой длиной 30 м; внутренний диаметр 0.53 мм; толщиной фазы 3мкм. Хроматографическая колонка должна обеспечивать разделение искоемых веществ, параметры разделения должны соответствовать п. 9.3

- Автоматическим парофазным пробоотборником (автосамплером), позволяющим нагревать пробу с целью статической парофазной экстракции летучих компонентов.
- Генератором чистого водорода.
- Компрессором для подачи очищенного воздуха в детекторы хроматографа.
- Компьютером с программным обеспечением для сбора и обработки данных.

4.2 Дозаторы пипеточные с переменным дозируемым объемом (0,05-1,0)см³ с наконечниками, погрешность не более $\pm 2\%$

4.3 Водные растворы этанола с массовой концентрацией от 0,150 до 6,0 мг/см³.

4.4 Метанол ч.д.а., ГОСТ 6995-77, с массовой долей основного вещества не менее 99%

4.5 Изопропиловый спирт (пропанол-2), х.ч. по ТУ 2632-015-11291058-95, массовая доля основного вещества не менее 99%

4.6 Пропиловый спирт (пропанол-1, н-пропанол), х.ч. по ТУ 2632-106-44493179-07, массовая доля основного вещества не менее 99,5%.

4.7 ГСО 7815-2000 состава ацетона, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли от 99,60 до 100,00 %.

4.8 Этиловый спирт (этанол), с массовой долей основного вещества не менее 95%

4.9 Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

4.10 Гелий газообразный, сжатый марки «А»

4.11 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74

4.12 Мерные пипетки вместимостью 1, 5, 10 см³ по ГОСТ 20292-74Е

4.13 Флаконы с пробками для хранения реактивов по ГОСТ 10782-85 вместимостью не более 0,1 дм³.

4.14 Вials стеклянные вместимостью 20 см³.

4.15 Алюминиевые обжимные крышки с септами из инертного материала.

4.16 Устройство для обжима крышек.

4.17 Ареометр для спирта АСП-Т ГОСТ 29227-91

4.18 Холодильник бытовой.

4.19 Морозильная камера.

Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

Допускается использования другого оборудования, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

5. Требования техники безопасности

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воз-

духе рабочей зоны не должно превышать норм установленных по ГОСТ 12.1.005-88.

5.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При эксплуатации хроматографа соблюдают «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», изд. Энергоатомиздат, 1986. Хроматограф устанавливают на лабораторном столе с деревянным или пластмассовым покрытием и надежно заземляют. Техническое обслуживание производят только при выключенном электропитании.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускают специалистов, имеющих опыт работы в химической лаборатории, владеющих методом газовой хроматографии, знающих принцип действия, конструкцию, правила эксплуатации данного оборудования, освоивших методику измерений.

7. Требования к условиям измерений

7.1 Приготовление растворов, подготовку проб и выполнение анализа проводят в следующих условиях:

- температура воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80%.

Выполнение измерений на оборудовании проводят в условиях, рекомендуемых в руководстве по эксплуатации к нему.

7.2 Условия хроматографического анализа и пробоподготовки.

Подбор оптимальных условий хроматографирования осуществляют изменением скорости подъема температуры колонки, а также скоростью потока газа-носителя через колонку (либо давления в испарители хроматографа).

Пример оптимальных условий хроматографического процесса приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Температура термостата	90 ⁰ С
Температура шприца	90 ⁰ С
Время термостатирования	6 мин
Время встряхивания образца	0,5 мин
Объем забора пробы	1 см ³
Скорость забора пробы	10 см ³ /мин

Скорость ввода пробы	50 см ³ /мин
Колонка капиллярная кварцевая	Хроматографическая колонка должна обеспечивать разделение искоемых веществ см п. 9.3
Температура термостата колонок программируемая	100°С
Температура испарителя	150°С
ПИД	200°С.
Давление на капиллярной колонке 1	0,35 атм.
Расход газ 1	30см ³ /мин
Расход газ 2	30см ³ /мин
Расход газ 3	30см ³ /мин
Расход воздуха	500 см ³ /мин
Расход водорода	60 см ³ /мин
Режим – без деления потока	
Время анализа	2,15 мин.

Параметры прибора для проведения анализа задаются, исходя из вида используемой хроматографической системы, которые удовлетворяют критериям настоящей методики.

8. Отбор проб

Отбор, транспортировку и хранение биологических объектов для проведения химико-токсикологических исследований на наличие этилового спирта проводят в соответствии с рекомендациями «Методика судебно-медицинского исследования трупа при отравлениях», ЦСЭ МЮ РК, г. Астана, протокол №2 от 5 декабря 2016 г. и иными нормативными актами, актуальными на момент исследования.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку прибора, приготовление растворов, проверку параметров разделения, установление градуировочной характеристики, контроль стабильности градуировочной характеристики.

9.1 Подготовка прибора.

Подготовку газохроматографической системы проводят в соответствии с эксплуатационной документацией на оборудование.

9.2 Приготовление растворов.

9.2.1 Приготовление водного раствора пропанола-1 (внутренний стандарт) с массовой концентрацией 1,0‰ (промилле).

В мерную колбу вместимостью 100 см³, примерно на 2/3 заполненную дистиллированной водой, добавляют 0,124 см³ пропанола-1 (по 4.6.), доводят водой до метки и перемешивают.

9.2.2 Водный раствор метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, ацетона с массовой концентрацией 0,5‰ (промилле).

В мерную колбу вместимостью 100 см³, примерно на 2/3 заполненную дистиллированной водой, добавляют по 0,05 см³ метанола (по 4.4), этанола (по 4.8), пропанола-1 (по 4.6), пропанола-2 (по 4.5), ацетона (по 4.7), доводят водой до метки и перемешивают.

9.2.3 Градуировочные растворы этилового спирта¹.

9.2.3.1 Водный раствор этанола с массовой концентрацией 1,0%.

Для приготовления раствора используют этиловый спирт (исходный раствор) (по 4.8), ареометром измеряют объемную концентрацию этанола в исходном растворе. Из алкоholesметрической таблицы (см. приложение 1) по объемной концентрации в исходном растворе определяют массовую концентрацию C_0 и плотность раствора ρ_0 . Массовая концентрация $C_1 = 1\%$ раствора этанола, плотность раствора $\rho_1 = 0,9964$. Рассчитывают объем исходного раствора V_0 , необходимый для приготовления 1% раствора этанола в объеме $V_1 = 500$ см³ по формуле (1):

$$V_0 = V_1 \times \frac{\rho_1 \times C_1}{\rho_0 \times C_0} \quad (1)$$

Пипеткой вместимостью 10 мл (по 4.12), переносят рассчитанный объем V_0 исходного раствора в колбу и доводят дистиллированной водой до 500 см³

9.2.3.2 Приготовление 0,15‰, 0,3‰, 1‰, 2‰, 4‰ и 6‰ (промилле) растворов этанола.

Необходимый объем 1% раствора этанола приготовленного по 9.2.3.1 переносят пипетками соответствующего номинала в мерные колбы емкостью 50 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Приготовление растворов производят в соответствии с данными указанными в таблице 3

¹ Примечание. В качестве градуировочных растворов приоритет в использовании отдают ГСО (аттестованным растворам) состава водных растворов этанола, с массовой концентрацией от 0,15 до 6,0 мг/см³, с относительной погрешностью $\pm 1\%$, при $P=0,95$.

Таблица 3

Приготавливаемая Концентрация, ‰ (промилле)	Объем исходного раствора (по 9.2.3.1), см ³	Ёмкость пипетки, см ³
0,15	0,75	1
0,3	1,5	2
1	5	5
2	10	10
4	20	10 (переносят в 2 приема)
6	30	10 (переносят в 3 приема)

9.2.4 Контрольный раствор этанола.

В качестве контрольного раствора используют один из растворов указанный в п. 9.2.3.2 с массовой концентрацией этанола в диапазоне 0,15-6,0‰ (промилле).

9.2.5 Фоновая проба.

В качестве фоновой пробы используют дистиллированную воду, для анализа берут 0,5 см³ и проводят измерение как с реальным образцом крови или мочи.

9.2.6 Условия хранения.

При условии заполнения емкостей не менее чем на 2/3, плотной закупорки и содержания при температуре 4 – 6 °С срок хранения растворов составляет не более 14 дней.

9.3 Проверка параметров разделения.

9.3.1 Идентификация компонентов.

С целью идентификации метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, ацетона проводят анализ смеси этих компонентов. Для этого в виалы вместимостью 20 см³ вносят 0,5 см³ раствора смеси компонентов (по 9.2.2) и 5,0 см³ дистиллированной воды, герметично укупоривают и исследуют. Регистрируют хроматограммы, с помощью программного обеспечения определяют время удерживания. Время удерживания компонентов может варьироваться в зависимости от свойств конкретной колонки и скорости потока газа-носителя, но порядок выхода пиков остается неизменным. Примерные значения времени удерживания определяемых компонентов указаны в приложении 2.

Хроматограммы выполненные в данном пункте используют для определения степени разделения (9.3.2) и для оценки эффективности хроматографической колонки (9.3.3).

9.3.2 Определение степени разделения.

Степень разделения (R_s) соседних пиков рассчитывают по формуле (2)

$$R_s = \frac{t_R^a - t_R^b}{W_{0.5}^a + W_{0.5}^b}, \quad (2)$$

где t_R – время удерживания компонента, мин; $W_{0.5}$ – ширина пика на половине высоты, мин; индексы «а» и «b» относятся к двум соседним пикам.

Коэффициент степени разделения (R_s) соседних пиков должен составлять не менее 1,5

9.3.3 Эффективности хроматографической колонки.

Эффективности хроматографической колонки выражается через число теоретических тарелок (N). Рассчитывается для этанола по формуле (3)

$$N = 5.54 \times \left(\frac{t_R}{W_{0.5}} \right)^2, \quad (3)$$

где t_R – время удерживания этанола, мин; $W_{0.5}$ – ширина пика на половине высоты, мин.

Число теоретических тарелок (N) должно составлять не менее 1500.

9.4 Установление градуировочной характеристики.

Для установления градуировочной характеристики проводят последовательно анализ не менее 4-х градуировочных растворов образцов, равномерно охватывающих диапазон измерений.

Градуировку начинают с раствора с наименьшей концентрацией. Анализ каждого раствора выполняют не менее 2-х раз. Расхождение между результатами параллельных определений должно удовлетворять условию приемлемости п. 11

Расчет коэффициента градуировочной характеристики, относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО), коэффициента корреляции (R^2) выполняют с помощью системы обработки данных.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость массовой концентрации этанола от площади пика, обрабатывают методом наименьших квадратов, используя функцию вида (формула 4)

$$y = a \cdot x + b, \quad (4)$$

где $x = S_{as}/S_{is}$; $y = C_{as}/C_{is}$; S_{as} -площадь пика этанола; S_{is} - площадь пика внутреннего стандарта (пропанол-1); C_{as} -массовая концентрация этанола в градуировочном растворе, ‰ (промилле); C_{is} - массовая концентрация внутреннего стандарта (пропанол-1), ‰ (промилле); a – коэффициент относительной чувствительности; b -отрезок, отсекаемый на оси «у».

Градуировочную зависимость считают приемлемой, если значение ОСКО коэффициента градуировочной характеристики не превышает 2%, а значение коэффициента корреляции $R^2 \geq 0,99$.

9.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Стабильность градуировочной характеристики проверяют непосредственно перед анализом рабочих проб, а также периодически через 25-30 анализов. При этом используют контрольный раствор этанола (9.2.4) , который анализируют в точном соответствии с методикой.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для контрольного раствора выполняется условие (формула 5)

$$|C_K - C_{ном}| \leq 0,08C_{ном}, \quad (5)$$

C_K – результат измерений массовой концентрации этанола в контрольном растворе, ‰ (промилле); $C_{ном}$ – номинальное (аттестованное) значение массовой концентрации этанола в контрольном растворе, ‰ (промилле).

Если условие стабильности не выполняется, то градуировку проводят заново, также градуировку проводят снова при замене внутреннего стандарта или изменении массовой концентрации раствора внутреннего стандарта или иных изменений условий.

10. Пробоподготовка и выполнение измерений

Все растворы и объекты исследования должны иметь комнатную температуру. Размораживание биобъектов, хранившейся в морозильной камере, также проводят при комнатной температуре.

Особенности дозирования. Перед дозированием биообъекта пробирку с ним несколько раз переворачивают до достижения гомогенности в течение 0,5 мин. Биообъект и внутренний стандарт дозируют методом обратного пипетирования, после чего флакон энергично встряхивают.

При выполнении измерений массовой концентрации этилового спирта выполняют следующие операции.

10.1 Каждую серию анализов начинают с анализа фоновой пробы (9.2.5) с целью выявления следов этанола в реактивах, используемой посуде и т.д. Содержание этанола в фоновой пробе не должно превышать 0,05 ‰ (промилле). В противном случае следует обнаружить источник загрязнения и устранить его.

10.2 Затем проводят анализ контрольного образца (9.2.4). Если результат анализа удовлетворяет условию приемлемости (9.5, формула 5), приступают к анализу проб. В противном случае выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для установления градуировочной характеристики, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики её устанавливают заново, после чего снова проводят анализ контрольного раствора.

10.3 Измерение без внесения внутреннего стандарта (первое измерение).

В виалы объемом 20 см³ вносят по 5,0 см³ дистиллированной воды, затем по 0,5 см³ крови (мочи), герметично укупоривают и исследуют. На хроматограммах регистрируют наличие либо отсутствие пиков этанола и н-пропанола.

10.4 Измерение с внесения внутреннего стандарта (второе измерение).

В виалы объемом 20 см³ вносят по 5,0 см³ дистиллированной воды, по 0,5 см³ 1 ‰ раствора пропанола-1 (внутренний стандарт), затем по 0,5 см³ исследуемого биообъекта (крови или мочи), или контрольного раствора, или градуировочного раствора, или дистиллированной воды для фоновой пробы), герметично укупоривают и исследуют.

10.5 Виалы с исследуемыми растворами помещают в карусель парофазного пробоотборника.

10.6 Оператор заполняет информационные поля в соответствии с программой обработки результатов анализа.

10.7 Регистрируют хроматограммы в соответствии с инструкцией к системе сбора и обработки данных.

10.8 Выполняют не менее 2-х параллельных определений исследуемого объекта.

11. Обработка результатов измерений

11.1 Расчет концентрации этанола в исследуемом образце выполняется автоматически с помощью системы сбора и обработки данных в соответствии с уравнением (формула 6):

$$C_x = C_{IS} \times \left(\frac{S_x \times a}{S_{IS}} + b \right), \quad (6)$$

где C_x – массовая концентрация этанола в исследуемом образце крови (мочи), ‰ (промилле); C_{IS} – массовая концентрация внутреннего стандарта в исследуемом образце, ‰ (промилле); S_x – площадь пика этанола в исследуемом образце; S_{IS} – площадь пика внутреннего стандарта в исследуемом образце; a – коэффициент относительной чувствительности; b – отрезок, отсекаемый на оси «у».

11.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (формула 7):

$$\frac{2 \times |C_{x1} - C_{x2}| \times 100}{(C_{x1} + C_{x2})} \leq r, \quad (7)$$

где C_{x1} , C_{x2} – результаты параллельных определений массовой концентрации этанола в образце, в ‰ (промилле); r – значение предела повторяемости, составляет 10%, в диапазоне концентраций 0,15-6,0‰ (промилле), $r, \% P=0,95 n=2$

11.3 Если условие п. 11.2, формула 7 не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (формула 8):

$$\frac{4 \times |C_{x\max} - C_{x\min}| \times 100}{(C_{x1} + C_{x2} + C_{x3} + C_{x4})} \leq CR_{0,95}, \quad (8)$$

где $C_{x\max}$ и $C_{x\min}$ – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации этанола в образце, в ‰ (промилле); C_{x1} , C_{x2} , C_{x3} , C_{x4} – результаты параллельных определений массовой концентрации этанола в образце, в ‰ (промилле); $CR_{0,95}$ – значение критического диапазона, составляет 14%, для уровня вероятности $P=0,95$, $n=4$.

Если условие п. 11.3, формула 8 не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 и РМГ 76 ГСИ.

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

13. Заключение

При оценке цифровых данных о количественном содержании этилового спирта следует учитывать: возможное влияние продуктов гнилостного разложения биологических объектов на результаты определения; присутствие экзогенного н-пропанола. Методика не предназначена для измерений массовой концентрации этанола в пробах крови, мочи, водных растворов этанола, если в пробах обнаружен н-пропанол.

При обнаружении этилового спирта в количестве менее 0,1‰ следует указывать об не обнаружении этилового спирта.

При обнаружении этилового спирта в количестве менее 0,15‰ следует указывать о наличии этилового спирта (без указания конкретной концентрации) - «обнаружен этиловый спирт в концентрации менее 0,15‰»

При обнаружении этилового спирта в количестве более 6,0‰ следует указывать об обнаружении этилового спирта в концентрации более 6,0‰ (без указания конкретной концентрации). – «обнаружен этиловый спирт в концентрации более 6,0‰». Однако, в случае необходимости в даче результата, если наименьшее значение массовой концентрации этанола находится в диапазоне от 6‰, проводят повторный анализ разбавленного образца, при этом учитывают степень его разбавления.

14.Список использованных источников

1. Сопин Д.С., Захарченко Н.В. «Обнаружение этанола в крови и моче методом статического парофазного газохроматографического анализа». Проблемы экспертизы в медицине, 2014, № 2-3 (54-55), с. 38-39
 2. С.А. Савчук, А.Н. Веденин «Обнаружение и количественное определение летучих токсичных веществ и гликолей в биологических объектах методами газовой хроматографии и хромато-масс-спектрометрии». Пособие для врачей клинической лабораторной диагностики. М.,2003
 3. Методика измерений массовой концентрации низкомолекулярных спиртов и ацетона в водных растворах, крови и моче методом парофазной газовой хроматографии с термостатированием. М., 2017
 4. Государственная фармакопея СССР – Изд. 10-е. – М.:Медицина, 1968
 5. L. Kristoffersen, L-E. Stormyr, A. Smith-Kielland. Headspace gas chromatographic determination of ethanol: the use of factorial design to study effects of blood storage and headspace conditions on ethanol stability and acetaldehyde formation in whole blood and plasma. Forensic Sci Int. 161: 151-157 (2006).
 6. Zelda Penton. Headspace Measurement of Ethanol in Bloodby Gas Chromatographywith a Modified Autosample. CLIN. CHEM. 31/3, 439-441 (1985)
-