

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,

Г.Г. Онищенко

«       »

2008 г.

Дата введения: с момента утверждения.

## 4.1.МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛАМИНА В МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

#### Методические указания МУК 4.1.2420-08

Настоящие методические указания устанавливают метод жидкостной хроматографии высокого разрешения для определения в пищевых продуктах массовых концентраций меламина в диапазоне 1,0-100 мг/кг и предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, а также других испытательных лабораторий, аккредитованных в порядке, установленном Правительством Российской Федерации, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и продуктов питания.

#### 1. Краткая характеристика меламина

**Общепринятое название:** меламина.

**Название по номенклатуре ИЮПАК:** 1,3,5-триазин-2,4,6-триамин.

Синонимы: 2,4,6-триамино-1,3,5-триазин, цианурамид,  
циануротриамид, циануротриамин, цимел.

Структурная формула:

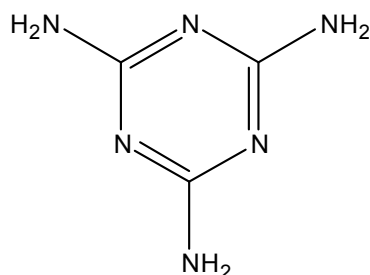


Рис. 1. Меламина

Эмпирическая формула:  $C_3H_6N_6$ . М.м. 126,15.

CAS номер: 108-78-1.

Физические свойства: бесцветное кристаллическое вещество, температура плавления  $364^{\circ}C$  (с разл.), плотность  $D 1,571 \text{ г/см}^3$ ; Растворим в воде (0,5% по массе при  $20^{\circ}C$ , 4% при  $90^{\circ}C$ , не растворим в органических растворителях.

В водных и щелочных растворах по мере увеличения температуры меламина гидролизуеться последовательно до аммелина, аммелида и циануровой кислоты.

В промышленности меламина используют для получения меламино-формальдегидных и ионообменных смол, ингибиторов коррозии и др.

По токсичности меламина относится к 2-ой группе токсичности. В Российской Федерации не допускается наличие меламина в пищевых продуктах (менее 1 мг/кг).

## 2. Методика определения меламина в молоке и молокосодержащих продуктах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении меламина в молоке и молочных продуктах методом обращеннофазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием диодно-матричного детектора или УФ-спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны (длина волны 236 нм) после экстракции водным раствором трифторуксусной кислоты или смесью ацетонитрил-вода 50:50.

В качестве арбитражного метода используют метод ВЭЖХ с масс-спектрометрическим детектированием.

2.1.2. Метрологические характеристики метода, установленные для разных концентраций меламина в пробе

Таблица 1.

Метрологические характеристики	Концентрация меламина в пробе	
	2,0 мг/кг	20,0 мг/кг
Границы относительной погрешности (показатель точности) ( $\pm\delta$ ), %, $P=0,95$	13,10	7,65
Стандартное отклонение повторяемости ( $\sigma_r$ ), мг/кг	0,37	2,15
Предел повторяемости ( $r$ ), мг/кг	0,99	5,8
Предел обнаружения, мг/кг	1,0	
Предел количественного определения, мг/кг	5,0	
Полнота извлечения веществ, %	78,5	92,0

\* - Метрологические характеристики рассчитаны для образцов с содержанием меламина 2,0 мг/кг и 20 мг/кг.

## **2.2. Реактивы**

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии с коэффициентом пропускания на 220 нм не менее 95% или выше.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Гексансульфо кислота, ос.ч.

Гидроксид натрия, ос.ч.

Кислота трифторуксусная >99,8%, х.ч., ГОСТ 18270-72, водный раствор с концентрацией 50%.

Лимонная кислота, ос.ч.

Меламин, >99,8%.

Метанол, ос.ч.

Натрий уксуснокислый, 3-водный, ГОСТ 199-68, х.ч.

Тест система Abgaxis melamine plate kit, производства ООО «Стайлаб» или аналогичная.

## **2.3. Приборы, аппаратура, посуда**

Жидкостной хроматограф с насосом высокого давления с подачей растворителя от 0.1 до 5,0 см<sup>3</sup>/мин.;

Хроматографическая колонка с силикагелем, химически связанным с октадецилсиланом (ODS или C18), размер частиц 5 мкм, длина колонки 250 мм, внутренний диаметр колонки 4,6 мм или аналогичная.

Система ВЭЖХ-МС: масс-спектрометр Agilent MSD Trap SL «ионная ловушка» или аналогичная.

Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны и системой для сбора и обработки хроматографических данных Мультихром, версия 1,5х (Амперсенд, Россия) или аналогичной.

Микрошприц МШ-25 для жидкостной хроматографии или аналогичный.

Ультразвуковая установка, например, Ultrasonic Cleaner, СТBRAND, с частотой ультразвука 43-45 КHz или аналогичная.

Аппарат для встряхивания проб типа АБУ-6С, ТУ 64-1-2451-78 или аналогичный.

Центрифуга с числом оборотов не менее 10000 об/мин или аналогичная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,0001 г.

Блендер.

Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336 с конусом 14/23 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки 4-1-2 или 5-1-2, 4-2-10 или 5-2-10, 4-2-25 или 5-2-25 по ГОСТ 29227.

Вайл (емкость вместимостью 4-6 см<sup>3</sup> с герметично завинчивающейся крышкой).

Фильтры беззольные ФО-ФС-15 «Синяя лента» по ТУ 2642-001-42624157-98.

Фильтры капроновые марки 0,45 мкм РС или аналогичные.

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками и реактивов квалификацией не ниже указанных в МУК.

## **2.4. Отбор проб**

Для учета специфики отбора проб отдельных видов продуктов следует руководствоваться действующей нормативно-технической документацией на конкретную продукцию.

## **2.5. Подготовка к определению**

### **2.5.1. Приготовление стандартных растворов меламина**

Навеску 0,02 г  $\pm 0,0001$  г кристаллического меламина количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в примерно 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, при необходимости озвучивают на ультразвуковой бане до полного растворения вещества, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Получают основной стандартный раствор в дистиллированной воде с массовой долей меламина 200 мкг/см<sup>3</sup>. Для получения рабочих стандартных растворов последовательно разбавляют основной стандартный раствор:

раствор № 1: В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> основного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией 20 мкг/см<sup>3</sup>;

раствор № 2: В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> основного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией 2 мкг/см<sup>3</sup>;

Основной и рабочие стандартные растворы меламина хранят в стеклянной посуде (мерной колбе) с притертой пробкой в прохладном месте (при температуре около 0°C). Сроки годности основного раствора – 3 месяца, рабочих растворов – 1 неделя.

### **2.5.2. Подготовка пробы пищевого продукта для анализа**

2.5.2.1. Подготовка образца молока и жидких молокосодержащих продуктов

Навеску 1,0 г  $\pm 0,01$  г молока, или восстановленного молока (полученного добавлением к 5 г сухого молока 50 см<sup>3</sup> воды) или гомогенизированного жидкого молокосодержащего продукта, помещают в пробирку для центрифугирования типа «эппендорф» и добавляют 0,2 см<sup>3</sup> 50,0% трифторуксусной кислоты. Пробирку плотно закрывают, встряхивают и помещают на 5 минут в ультразвуковую баню при комнатной температуре. Пробирку центрифугируют 15 минут в интервале оборотов от 4000 до 10000 об/мин. Аликвота супернатанта (10-20 мкл,  $V_{\text{молока}}$ ) вносится в инжектор жидкостного хроматографа.

В случае высоких концентраций меламина аликвоту супернатанта разбавляют.

#### 2.5.2.2. Подготовка образца твердых молокосодержащих продуктов

Навеску  $10,0 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$  измельченного и гомогенизированного в блендере молокосодержащего продукта помещают в коническую колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , добавляют  $50 \text{ см}^3$  смеси ацетонитрил - дистиллированная вода (1:1, по объему). Смесь встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 минут, переносят в центрифужные стаканы, центрифугируют 15 минут при 2000 об./мин., отделяют и измеряют объем полученного супернатанта.

Аликвоту экстракта (1 мл) помещают в пробирку для центрифугирования типа «эппендорф» и добавляют  $0,2 \text{ см}^3$  50,0% трифторуксусной кислоты. Пробирку плотно закрывают, встряхивают и центрифугируют 15 минут в интервале оборотов от 4000 до 10000 об/мин. Аликвота супернатанта (10-20 мкл,  $V_{\text{вокла}}$ ) вносится в инжектор жидкостного хроматографа.

### **2.6. Обнаружение и количественное определение меламина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)**

Образцы анализируют методом ВЭЖХ на жидкостном хроматографе с насосом высокого давления с подачей растворителя от 0,1 до  $5,0 \text{ см}^3/\text{мин.}$ , оборудованном спектрофотометрическим детектором с переменной длиной волны и системой для сбора и обработки хроматографических данных.

#### 2.6.1. Калибровка хроматографа

Для градуировки в хроматограф вводят пробы рабочих стандартных растворов меламина концентрациями 2 и  $20 \text{ мкг}/\text{см}^3$  объемами 5, 10 и  $20 \text{ мкл}$  ( $\text{мм}^3$ ) (от 10 до 400 нг), регистрируют их площади и времена удерживания на хроматограммах.

#### 2.6.2. Условия обращено-фазовой ВЭЖХ (1-й способ)

Хроматографическая колонка с силикагелем, химически связанным с октадецилсиланом (ODS или C18), размер частиц 5 мкм, длина колонки 250 мм, внутренний диаметр колонки 4,6 мм или аналогичная.

Подвижная фаза: ацетатный буфер,  $\text{pH}=5,5$ .

Скорость подачи подвижной фазы:  $1,0 \text{ см}^3/\text{мин.}$

Объем вводимой пробы 5-20 мкл.

Коэффициент емкости меламина в этих условиях составляет величину порядка 2,5 (время удерживания от 6,5 до 7,0 минут, при времени выхода растворителя от 1,8 до 2,2 мин.).

Приготовление подвижной фазы:  $3,0 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$  уксуснокислого натрия, 3-водного помещают в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$ , добавляют дистиллированной воды до половины объема колбы, перемешивают до полного растворения соли, уксусной кислотой доводят  $\text{pH}$  до значения 5,5, и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор фильтруют через фильтровальную бумагу с диаметром пор 0,5 мкм.

Детектирование осуществляют при аналитической длине волны 236 нм (при использовании фотодиодноматричного детектора дополнительным подтверждением наличия меламина является совпадение УФ-спектра анализируемого вещества в диапазоне от 200 до 400 нм с УФ-спектром меламина).

При масс-спектрометрическом детектировании: сканирование в диапазоне от 70 до 150 m/z, с разложением ионов, соответствующим молекулярной массе меламина (127 m/z) и определение дочерних ионов, характерных для меламина (85 m/z).

#### *2.6.3. Условия ион-парной ВЭЖХ (2-й способ)*

Хроматографическая колонка с силикагелем, химически связанным с октадецилсиланом (ODS или C18), размер частиц 5 мкм, длина колонки 250 мм, внутренний диаметр колонки 4,6 мм или аналогичная.

Приготовление подвижной фазы: 10 ммоль (1,92 г) лимонной кислоты и 10 ммоль (1,66 г) гексансульфоуксусной кислоты растворяют в 1 л дистиллированной воды и доводят 1 М раствором гидроксида натрия до pH=4,7.

Состав подвижной фазы: ацетонитрил – буферный раствор (1:9). соо

Скорость подачи подвижной фазы: 1,0 см<sup>3</sup>/мин.

Объем вводимой пробы 5-20 мкл.

Коэффициент емкости меламина в этих условиях составляет величину порядка 2,0 (время удерживания 6,0 минут, при времени выхода растворителя от 2,0).

#### *2.6.4. Проведение испытаний с помощью метода ВЭЖХ*

Идентификацию компонентов на хроматограмме осуществляют путем сравнения со временем удерживания стандарта меламина и совпадения спектральных данных.

Если пик меламина в исследуемом растворе выходит за пределы линейности, хроматографическое разделение проводят повторно после разбавления исследуемого раствора.

*2.6.5. Экспресс-методика определения меламина иммуно-ферментным методом (тест-системы Abraxis melamine plate kit, ООО «Стайлаб» или аналогичные)*

*Сущность метода.*

В основе процедуры анализа лежит взаимодействие антигенов с антителами.

Поставляемый в комплекте набора планшет сенсibilизирован антителами к меламину. Анализ выполняется следующим образом. Исследуемые (стандартные) образцы и конъюгат меламина с ферментом дозируются в лунки активированного планшета. При инкубации планшета в течение определенного времени молекулы меламина, конкурируя с ферментным конъюгатом меламина, связываются антителами к меламину на поверхности планшета. На последующей стадии отмывки из лунок планшета удаляются не адсорбированные молекулы конъюгата и меламина.

После промывки планшета в его лунки дозируется раствор, содержащий субстрат и хромоген. В процессе инкубации, при химическом

взаимодействии субстрата с хромогеном, в котором ферментный фрагмент молекулы конъюгата, связанной на поверхности лунки, выступает в качестве катализатора, образуются окрашенные продукты реакции. После определенного времени развития данной цветной реакции, в результате которой хромоген окрашивается в голубой цвет, в лунки добавляется стоп-реагент, при этом голубой цвет раствора меняется на желтый.

Оптическая плотность в лунках, измеренная на ИФА – анализаторе при 450 нм, обратно пропорциональна концентрации меламина в исследуемых образцах.

Анализ проводится в соответствии с инструкцией к тест-системе. Основные положения приведены ниже.

*Предел обнаружения и диапазон определяемых концентраций*

Предел обнаружения меламина составляет:

0,1 мг/л для молока.

0,1 мг/кг для сухого молока и продуктов детского питания.

0,16 мг/кг для йогуртов.

Диапазон определяемых концентраций меламина составляет:

0,2 – 5 мг/л для молока.

0,1 – 2,5 мкг/кг для сухого молока и продуктов детского питания.

0,16 – 4 мг/кг для йогуртов.

*Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы*

Основные (входят в комплект):

ИФА-анализатор, снабженный фильтром на 450 нм.

Одноканальный дозатор на 50 и 100 мкл с наконечниками.

Одноканальный дозатор переменного объема на 200 – 1000 мкл с наконечниками.

Градуированные пипетки.

8-канальный дозатор на 50 и 100 мкл (дополнительно) с наконечниками.

Промывалка

Вспомогательные устройства

Центрифуга эффективностью 3500 g, с центрифужными пробирками

Колба коническая градуированная на 100 мл.

Стеклянные виалы на 8 мл с винтовыми пробками и тефлоновыми септами.

Пробирки флакона на 15 мл.

Листовая фильтровальная бумага.

*Необходимые реактивы и материалы*

Тест-система для иммуноферментного анализа ABRAXIS Melamine ELISA в стандартной комплектации, (или аналогичные системы) включая:

– Микротитровальный планшет на 96 лунок (12 стрипов по 8 лунок), сенсibilизированный антителами к меламину.

–Комплект стандартных растворов меламина со следующими концентрациями: 0 мкг/л, (нулевой стандарт), 20 мкг/л, 100 мкг/л, 500 мкг/л, по 2 мл.

–Конъюгат меламина с пероксидазой, конц. 7 мл.

–Субстрат, 14 мл.

–Стоп-реагент, 14 мл.

–20 мМ Фосфатный буфер (PBS) или таблетированный фосфатный буфер кат №RP202 (2 таблетки на 100 мл).

### *Пробоподготовка*

#### ➤ Молоко

Пробы молока должны быть разбавлены в 10 раз 20мМ фосфатным буфером с добавкой 10% метанола (например, смешайте 100 мкл молока и 900 мкл буфера).

Для анализа используют 100 мкл разбавленного молока.

#### ➤ Сухое молоко и сухие молочные смеси.

Восстанавливают сухое молоко и продукт детского питания согласно приложенной инструкции с помощью 20мМ фосфатного буфера с добавкой 10% метанола.

Восстановленные пробы молока должны быть разбавлены в 5 раз 20мМ фосфатным буфером с добавкой 10% метанола (например, смешайте 50 мкл молока и 200 мкл буфера).

Для анализа используют 100 мкл разбавленного молока.

#### ➤ Йогурт

Взвешивают 5 г йогурта в центрифужную пробирку на 15 мл

Добавляют 5 мл 20мМ фосфатного буфера с добавкой 10% метанола и встряхивают пробирку в течение 1 мин

Центрифугируют в течение 10 мин при ускорении 3500 g.

Разбавляют супернатант в 4 раза 20мМ фосфатным буфером с добавкой 10% метанола.

Для анализа используют 100 мкл разбавленного супернатанта.

### *Процедура проведения измерений*

Вставляют в рамку планшета лунки в количестве, необходимом для выполнения всех запланированных определений в двух повторностях. Записывают координаты лунок, предназначенных для стандартных растворов и подготовленных исследуемых растворов.

Добавляют по 100 мкл стандартных и разбавленных исследуемых растворов в соответствующие пары лунок. При каждом дозировании используют новый наконечник дозатора. Добавляют в каждую лунку по 50 мкл конъюгата и тщательно перемешивают, осторожно вращая планшет в течение 60 секунд. Оставляют на инкубацию при комнатной температуре (20 – 25°C) в течение 30 мин в темноте

Выливают жидкость из лунок, переворачивая рамку планшета. С помощью дозатора наполняют лунки по 250 мкл моющего буферного

раствора и снова выливают жидкость. Повторяют процедуру промывки лунок еще два раза.

Добавляют по 100 мкл субстрата в каждую лунку. Перемешивают и инкубируют при комнатной температуре в течение 20 минут в темноте.

Добавляют каждую лунку по 100 мкл стоп-реагента и хорошо перемешивают. В течение 10-ти минут после добавления стоп-реагента измеряют оптическую плотность в каждой лунке при 450 нм относительно воздуха.

### *Обработка результатов исследования*

Средние значения оптической плотности, измеренные в лунках со стандартными и исследуемыми растворами, делятся на среднее значение оптической плотности, измеренной в лунках с первым (нулевым) стандартом, результат умножается на 100. Таким образом, результат измерения оптической плотности выражается в процентах от оптической плотности лунки с нулевым стандартом. По величинам относительного поглощения, вычисленным для стандартных растворов и соответствующим значениям концентрации меламина в мкг/л (мкг/кг) строится калибровочная кривая в полулогарифмической системе координат.

Концентрация меламина в исследуемых растворах в мкг/л (мкг/кг) считается по калибровочной кривой соответственно относительному поглощению, измеренному и вычисленному для этих растворов.

## **2.7. Обработка результатов измерения**

### *2.7.1. В молоке и жидких молокосодержащих продуктах*

Содержание меламина в образцах молока и жидких молокосодержащих продуктах рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$C = \frac{m \times S_{\text{обр.}} \times V_{\text{общ.}}}{S_{\text{ст.}} \times V_{\text{вкола}} \times M}$$

где:

- C      массовая концентрация меламина, мг/кг,
- m      масса внешнего стандарта меламина, введенного для калибровки, хроматографа, мкг,
- S<sub>обр</sub>   площадь пика исследуемого компонента,
- S<sub>ст</sub>    средняя площадь пика внешнего стандарта меламина, введенного для калибровки хроматографа,
- V<sub>общ</sub>   общий объем анализируемой пробы, мкл (1200 мкл),
- V<sub>вкола</sub>  объем аликвоты, введенной в хроматограф, мкл (10 мкл),
- M      навеска пробы, г (1,0 г).

При указанных в методике параметрах и массе внешнего стандарта 0,1 мкг формула выглядит следующим образом:

$$C = \frac{12 \times S_{\text{обр}}}{S_{\text{ст}}}$$

### 2.7.2. В твердых молочносодержащих продуктах

Содержание меламина в образцах твердых молочносодержащих продуктах рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$C = \frac{m \times S_{\text{обр.}} \times V_{\text{общ.}} \times V_{\text{экстр}}}{S_{\text{ст.}} \times V_{\text{ал}} \times V_{\text{вкола}} \times m_{\text{обр}}}$$

где:

- $C$  — массовая концентрация меламина, мг/кг,  
 $m$  — масса внешнего стандарта меламина, введенного для калибровки, хроматографа, мкг,  
 $S_{\text{обр}}$  — площадь пика исследуемого компонента,  
 $S_{\text{ст.}}$  — средняя площадь пика внешнего стандарта меламина, введенного для калибровки хроматографа;  
 $V_{\text{экстр}}$  — общий объем экстракта, мл (50 мл);  
 $V_{\text{общ}}$  — общий объем анализируемой пробы, мкл (1200 мкл);  
 $V_{\text{ал}}$  — аликвота экстракта, используемый для дальнейшего анализа пробы, мл (1 мл);  
 $V_{\text{вкола}}$  — объем аликвоты, введенной в хроматограф, мкл (10 мкл);  
 $m_{\text{обр}}$  — навеска пробы, г (10,0 г).

При указанных в методике параметрах и массе внешнего стандарта 0,1 мкг формула выглядит следующим образом:

$$C = \frac{60 \times S_{\text{обр}}}{S_{\text{ст}}}$$

Вычисления проводят до второй значащей цифры. За результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

## 3. Оперативный контроль результатов измерений

### 3.1. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

Хроматографирование проб проводят не менее двух раз, сравнивают отношение площади пика исследуемого вещества к площади пика внешнего стандарта меламина ( $M$ ) и результат считают удовлетворительным, если эта величина не превышает 5%.

Допустимое расхождение между параллельными измерениями ( $R$ ) определяют на основании предела повторяемости ( $r$ ) (таблица 1):

$$R = 0,01 \cdot (r, \%) \times \bar{X}, \text{ мг/кг}$$

Если расхождение между параллельными определениями не превышает допустимого:

$$|C_{(M)1} - C_{(M)2}| \leq R$$

то среднее арифметическое принимают за результат анализа.

При превышении норматива  $R$  следует повторить измерения, используя новую пробу.

### 3.2. Контроль качества результатов измерений

Периодичность контроля погрешности измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами контроля являются рабочие пробы пищевых продуктов. Отбирают пробу и разделяют ее на 2 равные части. Одну из них оставляют без изменений, а к другой добавляют раствор стандарта меламина, такое количество, чтобы его массовая доля в пробе по сравнению с исходным значением увеличилась на 50-100%. Добавка должна вводиться в пробу перед началом пробоподготовки.

Обе пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результаты анализа исходной пробы ( $C_{(M)}$ ) и пробы с добавкой ( $C'_{(M)}$ ). Определение проводят в одинаковых условиях, а именно: анализ проводит один аналитик, с использованием одного набора мерной посуды, реактивов, растворов и т.д.

Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольного определения, равного разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой ( $C'_{(M)}$ ), пробы без добавки ( $C_{(M)}$ ) и величиной добавки ( $C_{доб(M)}$ ) с нормативом оперативного контроля ( $K$ ). Решение об удовлетворительной погрешности принимается при выполнении следующего условия (при  $P=0,95$ ):

$$|C'_{(M)} - C_{(M)} - C_{доб(M)}| \leq K$$

Норматив оперативного контроля погрешности рассчитывают по формуле ( $P=0,90$ ):

$$K = 0,84 \times (\Delta^2 C'_{(M)} + \Delta^2 C_{(M)})^{1/2}$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют с использованием другой пробы.

### 4. Требования техники безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

### 5. Требования к квалификации операторов

Работу по указанной методике могут исполнять высококвалифицированные специалисты в области газожидкостной хроматографии и санитарной химии. Исполнители должны быть проинструктированы об основных мерах техники безопасности при работе с веществами 1-2 класса опасности, органическими растворителями, а также с основными правилами безопасности при работе в химической лаборатории (п.3).

### **6. Условия измерений**

Помещение лаборатории должно соответствовать санитарным правилам проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1-2 класса опасности, органическими растворителями. Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021.

Температура окружающего воздуха должна быть от 15 до 25°C. Относительная влажность воздуха не более 80% при 25°C. Атмосферное давление 730-760 мм рт. ст. Напряжение электропитания 210-220В. Частота переменного тока 45-50Гц.