Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, диметилтерефталат, дибутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, диоктилфталат) в алкогольной продукции методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.3484—17

Издание официальное

Москва • 2019

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, диметилтерефталат, дибутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, диоктилфталат) в алкогольной продукции методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.3484—17

ББК 51.23
О-60

О-60 **Определение** фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, диметилтерефталат, дибутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, диоктилфталат) в алкогольной продукции методом хромато-масс-спектрометрии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2019.—15 с.

ISBN 978–5–7508–1712–2

1. Разработаны ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в городе Москве» (С. Г. Сафонкина, Л. В. Иванова, А. Ю. Полторацкий, Е. В. Солопов, И. Е. Рамишвили, Н. А. Ахметзянова).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 20 сентября 2017 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1712–2

© Роспотребнадзор, 2019

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
20 сентября 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, диметилтерефталат, дибутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, диоктилфталат) в алкогольной продукции методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.3484—17

I. Общие положения и область применения

1.1. Настоящие методические указания (далее – МУК) устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентраций эфиров фталевой кислоты (диметилфталата, диэтилфталата, диметилтерефталата, дибутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата, диоктилфталата, далее – фталаты) в алкогольной продукции в диапазоне 0,005 до 2,0 мг/дм^3.

1.2. **Диоктилфталат** (диоктиловый эфир о-фталевой кислоты) $C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$, молекулярная масса – 390,56; бесцветная жидкость; температура застывания –54 °С, температура кипения 229 °С/4,5 мм рт. ст.; d_4^{20} 0,978; n_D^{20} 1,486; 40 мПа.с (20 °С); давление пара при 200 °С 120 Па (расчетное). Нерастворим в воде, растворим в бензине, хлороформе, петролейном эфире. Обладает химическими свойствами, характерными для сложных эфиров ароматических кислот.

Дибутилфталат (дибутиловый эфир о-фталевой кислоты) $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$, молекулярная масса – 278,35; бесцв. жидкость; температура застывания – 40 °С, температура кипения 340 °С (с разл.); d_4^{25} 1,047; n_D^{25} 1,4920; $\Delta H^o_{исп}$ 79,2 Дж/моль при 150 °С; давление насыщенного пара 133 Па;). Хорошо растворим в этаноле, диэтиловом эфире, бензоле, ацетоне; растворимость в воде 0,1 %. Обладает химическими свойствами, характерными для сложных эфиров ароматических кислот.

Малотоксичен.

Диметилтерефталат (диметиловый эфир терефталевой кислоты), молекулярная масса 194,19; бесцветные кристаллы; температура плавления 141—142 °С, температура возгорания > 300 °С; d_4^{20} 1,63; n_D^{25} 1,475. Растворимость в воде 0,33 % (80 °С), этиленгликоле 0,82 % (25 °С), метаноле 0,86 % (25 °С), CCl4 2,65 % (25 °С), хлороформе 26,1 % (25 °С), ксилоле 1,3 % (10 °С), 22 % (80 °С), бензоле 3 % (10 °С), 35 % (80 °С). Обладает всеми химическими свойствами, характерными для сложных эфиров ароматических кислот. Диметилтерефталат раздражает слизистые оболочки глаз, дыхательных путей

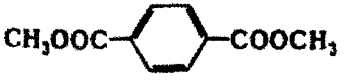

Рис. 1. Диметилтерефталат

Диэтилфталат. o-C6H4(COOC2H5)2, молекулярная масса 222,24; бесцветная жидкость без запаха; температура плавления – 3 °С, температура кипения 298—299 °С, 156 °С/10 мм рт. ст.; d_4^{20} 1,118, n_D^{20} 1,5000; 10,06 мПа.с; 35,3 мН/м (20,5 °С); растворим в этаноле, плохо – в воде (0,1 % при 18 °С), минеральных маслах (2,8 %). Совмещается с эфирами целлюлозы, многими виниловыми полимерами. Может вызывать функциональные изменения центральной и периферической нервной системы; основной продукт обмена при введении крысам перорально – более токсичный моноэтилфталат; $ЛД_{50}$ 6,2 г/кг (белые мыши, перорально).

Бис-(2-этилгексил)-фталат.

Общепринятое название: бис-(2-этилгексил)-фталат.

Название по номенклатуре ИЮПАК: бис(2-этилгексиловый) эфир 1,2-бензолдикарбоновой кислоты.

Синонимы: бис-(изооктил)фталат, BEHP.

Структурная формула:

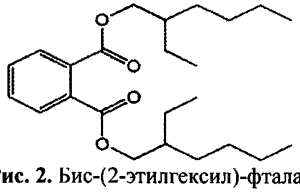

Рис. 2. Бис-(2-этилгексил)-фталат

Эмпирическая формула: $C_{24}H_{38}O_4$, молекулярная масса 390,56.

Номер CAS: 117-81-7.

Физические свойства: бесцветная или слегка желтоватая жидкость, температура плавления –55 °С, температура кипения 384 °С, плотность D 0,981 г/см при 25 °С. Практически нерастворим в воде (0,285 мг в 1 л при 24 °С), растворим в гексане, хлористом метилене, трихлортрифторэтилене и других органических растворителях.

В промышленности бис-(2-этилгексил)-фталат (БЭГФ) используют в качестве пластификатора для пластмасс на основе поливинилхлорида для получения гибкости полимерных продуктов.

1.3. МУК носят рекомендательный характер.

II. Погрешность измерений

2.1. При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, %, $P = 0,95$	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, %
Образец алкогольной продукции	0,005—2,0	50	2,9	4,1	8,1	11,5

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/л	диапазон определяемых концентраций, мг/л	средняя полнота извлечения, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, %
Образец алкогольной продукции	0,005	0,005—2,0	86,9	3,32	± 1,76

III. Метод измерений

3.1. Измерение концентраций фталатов основано на их извлечении методом жидкостной экстракции с последующим хроматографическим разделением на капиллярной колонке, идентификации фталатов по масс-спектрам и количественном определении по выбранным ионам.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

IV. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

4.1. Средства измерений

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст. и с пределом допустимой погрешности 1 ± 2,5 мм рт. ст.	
Газовый хроматограф с масс-селективным детектором и программным обеспечением	
Микрошприц вместимостью 10 мм^3	ГОСТ 8043
Весы аналитические лабораторные с пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности 0,0001 г	ГОСТ Р 53228
Колбы мерные стеклянные объемом 100 см^3	ГОСТ 20292, 25336
Воронка делительная стеклянная градуированная объемом 50 см^3	

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

4.2. Вспомогательные устройства

Колонка кварцевая капиллярная хроматографическая длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, покрытая неподвижной фазой – метилполисилоксаном с 5 % фенильных групп, с толщиной пленки 0,25 мкм	
Воронка делительная стеклянная градуированная объемом 50 $см^3$	ГОСТ 9613
Колбы с оттянутым дном объемом 25 $см^3$	ГОСТ 10394
Шкаф сушильный электрический	

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4.3. Материалы и реактивы

Ацетонитрил для высокоэффективной жидкостной хроматографии	
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Этанол для хроматографии	
Гексан, хч	
Гелий газообразный очищенный марки А	
Аналитический стандарт – раствор смеси эфиров фталевой кислоты (диметилфталат, диэтилфталат, диметилфталат, диэтилфталат, дибутилфталат, ди-(2-этилгексил)-фталат, диоктилфталат) в органическом растворителе с содержанием каждого компонента 2000 мкг/мл	

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующей дополнительной очистки растворителей.

V. Требования безопасности

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

5.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать

гигиенических нормативов[1]. Организация обучения работников безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

5.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать правила в области промышленной безопасности[2]. Не допускается открывать вентиль баллона, не установив в нем понижающий редуктор.

VI. Требования к квалификации операторов

6.1. Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на хромато-масс-спектрометре, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

VII. Условия измерений

7.1. При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

– выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

VIII. Подготовка к выполнению измерений и проведение измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку посуды, приготовление градуировочных растворов, подготовку масс-спектрометрического детектора и хроматографической колонки, установление градуировочных характеристик.

8.1. Подготовка посуды

8.1.1. Посуда, используемая для анализа, тщательно моется с поверхностно-активным моющим средством. Затем посуда замачивается на 3—4 ч в свежеприготовленном 3%-м растворе двухромовокислого калия в серной кислоте (из расчёта 0,5 г двухромовокислого калия на 100 см^3 концентрированной серной кислоты).

---

[1] ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

[2] Приказ Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением».

Затем посуда отмывается в проточной воде с последующим ополаскиванием дистиллированной водой. После высушивания в сушильном шкафу при температуре 1 500 °С посуду закрывают притёртыми крышками.

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Исходные растворы фталатов (c = 1 мг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 100 мг фталата, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 3 месяцев.

8.2.2. Исходный раствор внутреннего стандарта (дифенилфталата) (c = 1 мг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 100 мг дифенилфталата, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора в холодильнике при температуре 4—6 °С – 6 месяцев.

8.2.3. Рабочий раствор внутреннего стандарта (дифенилфталата) (c = 2 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,2 см^3 исходного раствора дифенилфталата по п. 8.2.2, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора в холодильнике при температуре 4—6 °С – 3 месяца.

8.3. Подготовка хроматографической колонки и масс-спектрометрического детектора

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 70 °С до 270 °С и выдерживая при этой температуре в течение 4 ч.

После охлаждения термостата хроматографа до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к устройству сопряжения с масс-селективным детектором, создают разряжение в масс-селективном детекторе и записывают нулевую линию при параметрах проведения хроматографического анализа. При отсутствии заметных флуктуаций приступают к работе.

8.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах фталатов в 10%-м водно-спиртовом растворе.

Градуировочная характеристика выражает зависимость площади пика (безразмерные компьютерные единицы) от концентрации (мг/дм^3)

для каждого фталата и строится по 4 сериям градуировочных растворов в 6 концентрациях. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ в соответствии с табл. 3 помещают исходный раствор фталата по п. 8.2.1, доводят 10%-м водно-спиртовым раствором до метки и перемешивают.

Таблица 3

Градуировочные растворы для установления градуировочной характеристики

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем исходного раствора c = 1 мг/$см^3$	0	0,5	1,5	3,0	7,5	15,0
Концентрация веществ, мг/$см^3$	0	0,005	0,015	0,030	0,075	0,150

Для построения градуировочного графика 50 $см^3$ каждого раствора помещают в стеклянный цилиндр с притертой пробкой, добавляют 500 $мм^3$ рабочего раствора внутреннего стандарта дифенилфталата по п. 8.2.3 и экстрагируют 4,5 $см^3$ гексана в течение 1 минуты. Дают смеси разделиться, декантируют супернатант в пенициллиновый флакон и выпаривают в токе азота при температуре 50 °С, после чего сухой остаток перерастворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила и проводят исследование.

При образовании эмульсии при экстракции для лучшего разделения жидких фаз рекомендуется добавить несколько капель этилового спирта.

Условия проведения хромато-масс-спектрометрического анализа:

температура испарителя	220 °С
температура интерфейса	280 °С
температура колонки (2 мин)	70 °С
затем нагрев до	180 °С
со скоростью	5 °С/мин
нагрев со скоростью	10 °С/мин
до температуры	240 °С

Масс-спектры электронного удара фталатов получают при следующих параметрах:

энергия ионизирующих электронов	70 эв
температура масс-селективного детектора	177 °С
диапазон сканирования масс	47—450 m/z
число сканирований в секунду	1,2
число выборок	2
напряжение на электронном умножителе	1635 В
ток эмиссии	50 мкА

Идентификацию фталатов осуществляют с помощью библиотечного поиска (например, в библиотеке NIST[3]) компьютера и по времени удерживания: m/z 149 – для всех фталатов.

Интегрируют площади пиков, полученных по извлечённым ионам соответствующих фталатов и по средним результатам из 4 серий, строят градуировочную характеристику для каждого из компонентов.

8.5. Подготовка проб

8.5.1. До экстракции образец алкогольной продукции следует хранить в холодном месте при температуре 4 °С.

Стеклянные ёмкости с отобранными пробами извлекают из холодильника и выдерживают 2—3 ч при комнатной температуре.

Затем 50 см^3 образца алкогольной продукции помещают в стеклянный цилиндр с притёртой пробкой, добавляют 500 мм^3 рабочего раствора внутреннего стандарта дифенилфталата и экстрагируют 4,5 см^3 гексана в течение 1 минуты. Дают смеси разделиться, декантируют супернатант в пенициллиновый флакон и выпаривают в токе азота при температуре 50 °С, далее сухой остаток перерастворяют в 1 см^3 ацетонитрила и проводят исследование. При образовании эмульсии при экстракции для лучшего разделения жидких фаз рекомендуется добавить несколько капель этилового спирта.

Одновременно с каждой серией анализов проводят исследование контрольной («холостой») пробы, пропущенной через весь цикл пробоподготовки. Для проверки степени извлечения используют матрицу соответствующей алкогольной продукции, не содержащую фталатов. В случае ее отсутствия матрицу готовят путем трехкратной очистки алкогольной продукции дихлорметаном, в которую затем вносят аликвоту раствора фталатов.

IX. Выполнение измерений

9.1. Идентификацию фталатов осуществляют с помощью библиотечного поиска и по времени удерживания. Для получения результата измерения концентраций веществ проводят анализ двух параллельных проб в условиях по п. 8.4.

Перед обработкой результатов анализа необходимо провести «холостую пробу» 10% спиртового раствора по п. 8.3 и убедиться в отсутствии помех и загрязнений. При их наличии обнаруживают причину и устраняют ее.

---

[3] Официальный сайт Национального института стандартов и технологий (National Institute of Standards and Technology): gost.e-ecolog.ru

X. Обработка результатов

10.1. Концентрацию каждого идентифицированного соединения (C) определяют по градуировочной характеристике после компьютерного интегрирования хроматограммы соответствующего извлечённого иона в мг/дм^3.

Содержание в образцах рассчитывают методом внутреннего стандарта по формуле:

$$C = K \cdot C_{ст} \cdot \frac{S_{обр}}{S_{ст}}, \text{ где}$$

C – массовая концентрация БЭГФ, мкг/дм^3;

$C_{ст}$ – массовая концентрация добавленного внутреннего стандарта, мкг/дм^3;

$\frac{S_{обр}}{S_{ст}}$ – отношение площади пика БЭГФ в образце к площади пика внутреннего стандарта;

K – калибровочный коэффициент, получаемый из калибровочной кривой

За результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений и выражают с точностью до одного десятичного знака.

XI. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

11.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости:

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \text{ где}$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/дм^3;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8\sigma_r$.

При невыполнении условия выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

XII. Оформление результатов

12.1. Результат анализа представляют в виде:

($\overline{X} \pm \Delta$) мг/дм^3 при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/дм^3;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание фталатов в алкогольной продукции – менее 0,005 дм^3*»*

Примечание:

* – 0.005 дм^3 предел обнаружения в пробе.

XIII. Контроль качества результатов измерений

13.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее двух образцов концентраций для градуировки, содержание фталатов в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,005 до 2,0 мг/дм^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемых для контроля градуировочных растворов сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C} \leq B, \text{ где}$$

X – концентрация фталатов в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора фталатов, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

B – норматив контроля погрешности градуировочной характеристики, % (B = 20 % при P = 0,95).

Если величина расхождения (A) превышает 20 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для даль-

нейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов фталатов, предусмотренных методом исследования. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 8.5.

Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д \geq \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л,\bar{X}'}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{X}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг, при этом:

$$\Delta_л = \pm\, 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/дм^3;

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}.$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \leq K, \qquad (1)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (1) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (*R*):

$$\frac{2|X_1 - X_2|100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \text{ где} \qquad (2)$$

X_1, X_2 – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм^3;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Определение фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, диметилтерефталат, дибутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, диоктилфталат) в алкогольной продукции методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.3484—17

Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 13.12.19

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 100 экз Заказ 20

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19А
Реализация печатных изданий, тел /факс. 8 (495) 633-86-59

gost.e-ecolog.ru