

«СОГЛАСОР АНО»  
Заместитель директора  
БелГИМ

В.П. ЛОБКО  
«19» 02 2003 г.

«УТВЕРЖД. Ю»  
Главный Государственный  
санитарный врач  
Республики Беларусь

В.И. КЛЮЧЕНОВИЧ  
«19» 02 2003 г.

МЕТОДИКА  
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ФЕНОЛА И ЭПИХЛОРГИДРИНА В МОДЕЛЬНЫХ СРЕДАХ, ИМИТИРУЮЩИХ  
ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ

МВИ.МН 1924-2003

МИНСК 2003

## 1. Область применения

Методика предназначена для определения микроколичеств фенола и эпихлоргидрина (ЭХГ) в модельных средах, имитирующих пищевые продукты.

Метод определения фенола и ЭХГ основан на выделении фенола и ЭХГ из модельных сред, имитирующих пищевые продукты (дистиллированной воды, 3%-ного раствора уксусной кислоты, 3%-ного раствора хлорида натрия, 2%-ного раствора винной кислоты, смеси 2%-ного раствора хлорида натрия и 2%-ного раствора уксусной кислоты, 1%-ного раствора молочной кислоты, 2%-ного раствора лимонной кислоты, 3%-ного раствора этилового спирта, 20 и 40%-ного раствора этилового спирта), экстракцией органическим растворителем и газохроматографическом определении фенола и ЭХГ в экстракте методом абсолютной градуировки по площадям пиков.

ДКМ (допустимое количество миграции) из полимерных материалов в модельные среды составляет для фенола 0,05 мг/дм<sup>3</sup> для ЭХГ-0,1 мг/дм<sup>3</sup> и 0,01 мг/дм<sup>3</sup> при испытаниях консервной тары для продуктов детского питания.

Нижний предел измерения для фенола и ЭХГ составляет 0,005 мг/дм<sup>3</sup>.

Интервал определяемых концентраций 0,005 – 0,2 мг/дм<sup>3</sup> (в этом же линейном диапазоне).

При содержании фенола и ЭХГ более 0,2 мг/дм<sup>3</sup> проводится соответствующее разбавление анализируемых проб.

Время определения составляет 25 мин, включая подготовку проб.

## 2. Нормы погрешностей измерений

При доверительной вероятности  $p=0,95$  относительная суммарная погрешность измерения, граничи непреключенных систематических погрешностей, величины случайной погрешности МВИ в диапазоне определяемых концентраций 0,005-0,2 мг/дм<sup>3</sup> приведены в табл. I

Таблица I

Анализируемое вещество	Величины случайной погрешности, %	Границы неисключенных систематических погрешностей, %	Относительная суммарная погрешность измерения, %
Фенол	5,2-6,6	15	18-20
ЭХГ	6,0-6,8	16	20-21

Конкретные метрологические характеристики для каждой модельной среды приведены в Приложении I.

### **3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы**

### **3.1. Средства измерений:**

Газовый хроматограф типа "Цвет 500М" с пламенно ионизационным детектором  
5Е1.550.168-01ТО

Весы аналитические ВЛР-200, II класса	по ГОСТ 24104-80Е
Микрошлиц тип МШ-10	по ТУ 2-833-106
Колбы мерная вместимостью 100 см <sup>3</sup>	по ГОСТ 1770-74Е
Пробирки вместимостью 15 см <sup>3</sup> , п-2-15-14/23	по ГОСТ 1770-74Е
5 см <sup>3</sup> , п-2-5-14/23	по ГОСТ 1770-74Е
Пипетки вместимостью 1,0 см <sup>3</sup> , 1-1-2-1	по ГОСТ 29227-91
2,0 см <sup>3</sup> , 1-1-2-2	по ГОСТ 29227-91
5,0 см <sup>3</sup> , 1-1-2-5	по ГОСТ 29227-91
10 см <sup>3</sup> , 1-1-2-10	по ГОСТ 29227-91
25,0 см <sup>3</sup> , 1-1-2-25	по ГОСТ 29227-91

### 3.2. Вспомогательные устройства

Колонка капиллярная кварцевая DB FFAP длиной 60 м и внутренним диаметром 0.32мм, толщина слоя жидкой фазы 1.0 мкм фирма Scientific

Могут быть использованы и другие средства измерения, и вспомогательные устройства, по точности, не уступающие рекомендуемым в методике.

### 3.3. Реактивы и материалы

Гелий высокой чистоты	ТУ 51-940-80
Водород технический	по ГОСТ 3028-80
Воздух сжатый	по ГОСТ 17433-80
Фенол (99,5% осн. в-ва)	фирма Sigma
Эпихлоргидрин (99,9% осн. в-ва)	фирма Supelko
Этилацетат, хч	по ГОСТ 22300-76
Ацетон, хч	по ТУ 6-09-1707-77
Хлорид натрия	по ГОСТ 4233-77
Хлорид алюминия	по ГОСТ 3759-75

#### **4. Метод измерения**

Для определения фенола и ЭХГ в средах, имитирующих пищевые продукты, используется метод газо-жидкостной хроматографии, основанный на детектировании фенола и ЭХГ пламенно-ионизационным детектором.

#### **5. Требования безопасности**

Анализ по данной методике должен выполняться согласно инструкции «Основные правила безопасной работы в химических лабораториях». -М.:Химия, 1979 г.

#### **6. Требования к квалификации оператора**

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие требования безопасности и настоящую методику, прошедшие подготовку для работы в качестве оператора газового хроматографа.

#### **7. Условия выполнения измерений**

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха  $20\pm5^{\circ}\text{C}$ ;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре  $25^{\circ}\text{C}$ ;
- напряжение питающей сети  $220\pm22$  В;
- частота переменного тока  $-50\pm1$  Гц.

#### **8. Подготовка к выполнению измерений**

**8.1. Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы:**  
подготовка измерительной аппаратуры, приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор и подготовка проб к анализу.

#### **8.2. Подготовка измерительной аппаратуры**

Включают хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для термостата, колонок, испарителя и детектора (см. п.8.4). Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30-40 мин. Условием стабильности является дрейф нулевого сигнала не превышающий 1-2% от шкалы

регистрации сигнала при чувствительности, соответствующий минимально определяемой концентрации.

### **8.3. Приготовление растворов**

#### **8.3.1. Приготовление основного стандартного раствора смеси фенола и ЭХГ**

Готовят основной стандартный раствор №1 фенола и ЭХГ концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>.

Для этого на часовом стекле взвешивают с точностью до ±0,0001 г 10мг фенола. Фенол переносят через стеклянную воронку в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, смывая порциями ацетона. Колбу встряхивают до полного растворения вещества взвешивают и вносят микрошприцом 10мкл ЭХГ и снова взвешивают. По разности результатов взвешивания устанавливают точную концентрацию ЭХГ в растворе. Доводят раствор ацетоном до метки.

Раствор может храниться в холодильнике в колбе с притертой пробкой в течение месяца.

#### **8.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора смеси фенола и ЭХГ**

Готовят рабочий стандартный раствор фенола и ЭХГ концентрацией 5 мкг/см<sup>3</sup>.

Аликовтную часть (5,0 см<sup>3</sup>) основного стандартного раствора переносят градуированной пипеткой вместимостью 5,0 см<sup>3</sup> в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и доводят ацетоном до метки.

Раствор может храниться в холодильнике в течение 2 недель.

#### **8.3.3. Приготовление градуировочных растворов смеси фенола и ЭХГ**

Для приготовления градуировочных растворов фенола и ЭХГ в этилацетате с концентрацией 0,05; 0,15; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мкг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят градуированными пипетками на 1, 2, 5, 10 и 25 см<sup>3</sup> аликовтные части рабочего стандартного раствора фенола и ЭХГ в ацетоне соответственно 0,5; 1,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20 см<sup>3</sup> и доводят до метки эилацетатом.

Растворы могут храниться в холодильнике в течение недели.

### **8.4. Установление времени удерживания фенола и ЭХГ**

Для определения времени удерживания фенола и ЭХГ 5 мкл рабочего стандартного раствора, приготовленного по п.8.3.2. хроматографируют не менее 5 раз. Вычисляют среднее арифметическое из величин времени удерживания фенола и ЭХГ в пробах.

При анализе фенола и ЭХГ в средах, имитирующих пищевые продукты допустимое расхождение времен удерживания определяемых компонентов при хроматографировании 2

параллельных проб не должно отличаться более чем на 2% от ранее установленных величин. Если время удерживания фенола и ЭХГ отличается от зафиксированного, проверяют правильность установки температурных режимов программирования колонки и давления газа-носителя.

#### Условия хроматографирования:

Объем вводимой пробы	5 мкл
Давление газа-носителя гелия на входе в колонку	100 кПа
Температура колонки	Программирование температуры от 50 °C до 200 °C со скоростью 30 °C/мин
Температура испарителя	250°C
Температура детектора	280°C
Расход водорода через детектор	30 см <sup>3</sup> /мин
Расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин
Время удерживания: фенола	6,9 мин
ЭХГ	17,5 мин

### 8.5. Установление градуировочной характеристики фенола

#### Построение градуировочного графика

Хроматографируют градуировочные растворы, начиная с самой низкой концентрации. По полученным хроматограммам измеряют площади пиков, соответствующих фенолу и ЭХГ. Строят градуировочные графики, выражающие зависимость этих площадей (численные значения которых откладывают по оси Y) от концентрации соответствующих градуировочных растворов (п.8.3.3.) (численные значения откладывают по оси X).

При построении градуировочного графика используют не менее 5 серий градуировочных растворов, каждый раствор хроматографируют не менее 2 раз и вычисляют среднее арифметическое определяемых площадей. В области анализа используемых градуировочных растворов график имеет линейный характер. Графики проходят через начало координат, либо имеют смещение по оси Y на ±1-2% от диапазона измерения по этой шкале.

#### 8.5.1. Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляется по градуировочным растворам фенола и ЭХГ. Для контроля должны применяться растворы с концентрацией определяемого компонента, входящей в диапазон измерений, но не повторяющие по значениям концентрации, по которым рассчитывали параметры градуировочной прямой. Допустимые

расхождения между заданными и установленными по графику значениями концентраций, используемых для контроля градуировочных растворов не должны превышать для фенола 13,2%, ЭХГ – 14,0%. В противном случае график подлежит повторной перепроверке и, при необходимости, новому расчету параметров градуировочной прямой. График подлежит обязательной проверке при замене партии реактивов и посуды, после ремонта оборудования, но не реже одного раза в месяц.

### **8.5.2. Оперативный контроль градуировочного графика**

Для оперативного контроля градуировочного графика перед началом измерений используется 1-2 градуировочных раствора из диапазона измерений фенола и ЭХГ. Полученные при хроматографировании значения  $Y$  не должны отклоняться от градуировочной прямой более чем на величину доверительной границы случайной составляющей погрешности градуировочного графика, которая составляет для фенола 6,3%, ЭХГ-6,7%.

## **8.6. Подготовка анализируемых проб**

Обработка исследуемого полимерного материала средами, имитирующими пищевые продукты, проводится согласно НД, регламентирующий использование той или иной среды в зависимости от назначения используемого полимерного материала.

## **9. Выполнение измерения содержания фенола и ЭХГ**

10 см<sup>3</sup> каждой водной модельной среды после контакта с полимерным материалом (40%-ный спиртовой раствор перед анализом двухкратно разбавляют дист. водой до 20%) помещают в пробирку с пришлифованной пробкой на 15 см<sup>3</sup>, добавляют в раствор 3,5 г хлорида натрия, 1 см<sup>3</sup> этилацетата и смесь встряхивают в течение 3-5 минут. В случае анализа 20%-ного спиртового раствора, последний вместо хлорида натрия насыщают добавлением соответственно 5 г хлорида алюминия. После разделения водной и органической фаз верхний слой этилацетата отделяют пастеровской пипеткой и помещают в пробирку с притертой пробкой на 5 см<sup>3</sup> или виалу на 1-2 см<sup>3</sup> и 5 мкл экстракта хроматографируют не менее 2 раз. Фенол и ЭХГ идентифицируют по времени удерживания, проводят расчет площади их пиков и по градуировочным графикам, построенным на анализе градуировочных растворов фенола и ЭХГ, находят содержание фенола и ЭХГ в этилацетатном экстракте.

## 10. Обработка результатов измерений

Содержание фенола и ЭХГ в пробе ( $C$ ) в мг/дм<sup>3</sup> рассчитывают по формуле:

$$C = K \frac{C_x * V_1}{V_2} \text{ мг/дм}^3, \text{ где}$$

$C_x$  – содержание фенола и ЭХГ в экстракте, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем этилацетата, взятого для экстракции, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем модельной среды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>;

$K$  – коэффициент, соответствующий кратности разбавления модельной среды.

За результат анализа принимают среднее арифметическое определений концентрации фенола и ЭХГ, найденной в двух параллельных пробах.

Гарантизованный результат анализа представляют в следующем виде:

$$C = \bar{C} \pm \Delta, \text{ где } \bar{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}$$

$C_1$  – концентрация фенола и ЭХГ в первой пробе при анализе модельной среды; мг/дм<sup>3</sup>;

$C_2$  – концентрация фенола и ЭХГ во второй пробе при анализе модельной среды; мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{C}$  – средняя концентрация фенола и ЭХГ, найденная при анализе двух параллельных проб модельной среды.

$\Delta$  – суммарная погрешность методики.

Допустимые расхождения между результатами параллельных определений в модельных средах не должно превышать для фенола 27%, ЭХГ-15%.

## 11. Оформление результатов испытаний

Результаты измерений оформляются по форме, установленной действующей в лаборатории системой регистрации данных.

Результаты должны включать следующую информацию:

-наименование (шифр) пробы;

-дату проведения измерений;

-результаты измерений, включая все необходимые данные и промежуточные расчеты;

-данные о построении или контроле градуировочного графика;

-результаты параллельных определений;

-окончательный результат измерений;

-значение приписанной или рассчитанной погрешности измерения или ее составляющих;

-фамилию оператора.

## 12. Контроль погрешности методики выполнения измерений

Контроль погрешности МВИ осуществляется с целью оперативной информации о качестве измерений рабочих проб и для принятия оперативных мер, предупреждающих ухудшение точности результатов.

В процессе внутреннего оперативного контроля определяются показатели сходимости, воспроизводимости и точности.

Таблица2

Название вещества	Норматив сходимости результатов параллельных определений, $d_{\text{сх}}$ , %		Норматив воспроизводимости D, %		Норматив точности (погрешность) K, %	
	ФЕНОЛ	ЭХГ	ФЕНОЛ	ЭХГ	ФЕНОЛ	ЭХГ
Дист. вода	26	11	15	19	18	21
3% р-р укс. к-ты	23	11	15	19	18	21
3% р-р хлорида натрия	15	11	16	18	19	20
2% р-р винной к-ты	19	12	18	18	20	20
2% р-р лимонной к-ты	22	13	16	17	19	20
1% р-р молочной к-ты	21	10	18	19	20	21
2% р-р хлор натр.+2% р-р уксусн. к-ты	20	11	16	18	19	20
3% р-р этил. спирта	23	11	17	18	19	20
20% р-р этил. спирта	27	15	17	17	19	20

### 12.1. Средства контроля погрешности методики выполнения измерений

В качестве средств контроля в процессе определения показателей качества результатов анализа применяются:

- рабочие пробы – для определения показателей сходимости и воспроизводимости;
- рабочие пробы с добавкой – при определении показателей точности.

Результаты контроля воспроизводимости и точности фиксируются в соответствии с установленной системой регистрации контроля правильности выполнения измерений, результаты контроля сходимости выполняются для каждого анализа и фиксируются в рабочих журналах исполнителей.

### 12.2. Порядок проведения контроля сходимости

Контроль сходимости результатов измерений проводится при получении каждого результата измерения, предусматривающего проведение параллельных определений.

Контроль сходимости заключается в сравнении расхождений результатов параллельных определений, полученных при анализе рабочей пробы, с нормативом сходимости –  $d$ .

Контроль сходимости результатов параллельных определений концентраций фенола и ЭХГ в используемой модельной среде проводят путем сравнения расхождения между результатами параллельных определений, выраженного в процентах по отношению к среднему значению, с нормативом сходимости  $d$ , приведенному для анализируемой среды в табл. 2.

$$d_k = \frac{(C_1 - C_2) \times 100}{C_{cp}} \leq d$$

$d$  – норматив сходимости параллельных определений, %;

$d_k$  – найденное расхождение между двумя результатами, %;

$C_1$  – максимальный результат определения;

$C_2$  – минимальный результат определения;

$C_{cp}$  – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Если  $d_k \leq d$ , то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат измерений при рабочих или контрольном измерении. При превышении норматива сходимости определений эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраниют их.

### 12.3. Порядок проведения контроля воспроизводимости

Контроль воспроизводимости результатов измерений проводится не реже 2-3 раз в месяц с использованием рабочих проб. Контроль воспроизводимости обязателен при смене партии реактивов, посуды, после ремонта оборудования, существенных изменений условий выполнения измерений.

Контроль воспроизводимости проводится путем сравнения результата контрольной процедуры  $D_k$ , равного расхождению двух результатов измерений – первичного и повторного – содержания фенола и ЭХГ в одной и той же рабочей пробе с нормативом воспроизводимости  $D$ , приведенным для анализируемой среды в табл.2.

Первичный и повторный результат измерений должен быть получен в разных условиях, например, двумя операторами в один день или одним оператором в два последующих дня и т.д.

$$D_k = \frac{(C_1 - C_2) \times 100}{C_{cp}} \leq D, \text{ где}$$

$D$  – норматив воспроизводимости результатов измерения, %;

$D_k$  - найденное расхождение между двумя результатами измерения концентрации фенола и ЭХГ, %;

$C_1$  - результат первичного измерения фенола и ЭХГ;

$C_2$  - результат повторного измерения концентраций в фенола и ЭХГ;

$C_{ср}$  - среднее значение результатов двух измерений концентраций фенола и ЭХГ.

$C_1$  и  $C_2$  - результаты, полученные с контролем допустимых расхождений между параллельными определениями. Если  $D_k \leq D$ , то воспроизводимость результатов определения фенола и ЭХГ признают удовлетворительной.

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

#### **12.4. Порядок проведения контроля точности**

Контроль точности результатов измерений осуществляется с использованием метода добавок. Образцами для контроля точности являются рабочие пробы и эти же пробы с добавкой фенола и ЭХГ.

К пробе с добавкой предъявляются следующие требования:

-добавка должна вводиться в пробу на самой ранней стадии измерений (стадии взятия пробы) в целях проведения пробы с добавкой через все последующие стадии пробоподготовки и анализа;

-количество вводимой добавки должно составлять 50-150% от установленного содержания определяемого ингредиента в пробе;

-проба с введенной добавкой не должна выходить за верхнюю границу определяемых содержаний определяемого ингредиента согласно МВИ.

В качестве добавки используется стандартный раствор фенола и ЭХГ в ацетоне с концентрацией порядка 5мкг/см<sup>3</sup>. Расчет необходимой концентрации производится исходя из того, что в пробу должно вносится около 0,1-0,2см<sup>3</sup> раствора для получения пробы с добавкой в диапазоне 50-150% ранее установленного содержания фенола и ЭХГ в пробе.

После внесения добавки проба встrijгивается в течение 1 мин, затем анализируется в соответствии с МВИ.

Согласно МВИ проводят измерение концентрации фенола и ЭХГ в полученных пробах с добавкой и без добавки этих компонентов. Таким образом получают значение концентрации фенола и ЭХГ в пробе без введения этих компонентов  $C_1$  и в образце с их добавкой  $C_2$ . По разности между этими значениями находят добавленную концентрацию  $C_{добав}$ :

$$C_{добав, мкг/см^3} = C_2 - C_1$$

Точность контрольного измерения  $K_k$ , а также точность результатов определени фенола и ЭХГ в пробе признают удовлетворительной, если  $K_k < K$  ( $K$  для фенола и ЭХГ приведены в табл. 2)).

$$K_k = \frac{(C_{\text{добав}} - C_{\text{задан}}) \times 100}{C_{\text{задан}}} \leq K, \text{ где}$$

$C_{\text{добав}}$  – найденная добавленная концентрация фенола и ЭХГ, мкг/см<sup>3</sup>;

$C_{\text{задан}}$  – заданная концентрация фенола и ЭХГ в пробе, мкг/см<sup>3</sup>;

$K$  – норматив точности (табл. 2).

Если  $K_k > K$ , то точность контрольных измерений признается неудовлетворительной и процедура контроля повторяется с использованием другой рабочей пробы. При повторном получении неудовлетворительных результатов контроля точности, выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительному контролю.

Методика разработана лабораторией химии пищевых продуктов отдела физико-химических исследований РНПЦ гигиены МЗ РБ

Разработчик:

Вед. научн. сотр., д.х.н.

*Перцовский*

Перцовский А.Л.

**ПРИЛОЖЕНИЕ 1****Нормы погрешностей измерений**

Название вещества	Величины случайной погрешности, %		Границы суммы неисключенных систематических погрешностей, %		Относительная суммарная погрешность измерения, %	
	ФЕНОЛ	ЭХГ	ФЕНОЛ	ЭХГ	ФЕНОЛ	ЭХГ
Дист. вода	5,2	6,7	15	16	18	21
3% р-р укс. к-ты	5,4	6,7	15	16	18	21
3% р-р хлорида натрия	5,6	6,3	15	16	19	20
2% р-р винной к-ты	6,4	6,6	15	16	20	20
2% р-р лимонной к-ты	5,7	6,2	15	16	19	20
1% р-р молочной к-ты	6,6	6,8	15	16	20	21
2% р-р хлор натр.+2% р-р уксусн. к-ты	5,6	6,5	15	16	19	20
3% р-р этил. спирта	6,0	6,4	15	16	19	20
20% р-р этил. спирта	5,9	6,0	15	16	19	20



окно 02560454  
УИН 180055187

КАМІТЭТ ПА СТАНДАРТЫЗАЦЫ,  
МЕТРАЛОГII I СЕРТЫФІКАЦЫ  
ПРИ САВЕЦЕ МІНСТРАУ  
РЭСПУЛКІ БЕЛАРУСЬ

Рэспубліканската ўнітарнае прадпрыемства  
“БЕЛАРУСКІ ДЗЯРЖАУНЫ ІНСТИТУТ  
МЕТРАЛОГII”  
- БелДМ -

Старовіленскі тракт 93, г. Мінск, 220053  
Тэлефон (017) 233 55 01 Факс (017) 288 09 38  
Эл. пошта: belgim@belipak.minsk.by  
Разліковы рахунак: 3012002840020  
Упраўленне ААТ БЛПБ ля г. Мінску, код 334

КОМИТЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,  
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ  
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Республиканское унитарное предприятие  
“БЕЛАРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ”  
- БелГИМ -

Старовіленскі тракт 93, г. Минск, 220053  
Телефон (017) 233 55 01 Факс (017) 288 09 38  
Эл. почта: belgim@belipak.minsk.by  
Расчётный счёт: 3012002840020  
Управление ОАО БПСБ по г. Минску, код 334

19.08. 2003 г. № /

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

### СВИДЕТЕЛЬСТВО № 290/2003

#### О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)

Методика газохроматографического определения фенола и  
эпихлоргидрина в модельных средах, имитирующих пищевые продукты

разработанная ГУ НИИ санитарии и гигиены  
наименование организации

и регламентированная в **МВИ.МН 1924-2003 «Методика газохроматографического определения фенола и эпихлоргидрина в модельных средах, имитирующих пищевые продукты»**, аттестована в соответствии с ГОСТ 8.010-99.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке и экспериментальному исследованию МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

относительная суммарная погрешность измерений при принятой доверительной вероятности  $p = 0,95$  в диапазоне определяемых концентраций  $0,005 - 0,2 \text{ мг}/\text{дм}^3$  не превышает значений, указанных в таблице:

Анализируемое вещество	Величины случайной погрешности, %	Границы суммы неисключенных систематических погрешности, %	Относительная суммарная погрешность, %
Фенол	5,2 – 6,6	15	18 – 20
ЭХГ	6,0 – 6,8	16	20 - 21

Первый заместитель директора

В.П. Лобко

УТВЕРЖДАЮ  
Первый зам. директора БелГИМ



В.П. Лобко

2003 г.

## ЭКСПЕРТНОЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

на методику газохроматографического определения фенола и эпихлоргидрина в модельных средах, имитирующих пищевые продукты

Предприятие-разработчик: УП НИИ санитарии и гигиены

В результате проведения метрологической экспертизы установлено:

- 1 Представленная методика предназначена для определения фенола и эпихлоргидрина (ЭХГ) в модельных средах, имитирующих пищевые продукты в диапазоне определяемых концентраций 0,005 – 0,2 мг/дм<sup>3</sup>.
- 2 Методика соответствует требованиям ГОСТ 8.010 – 99 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения».
- 3 Методика может быть использована для определения фенола и эпихлоргидрина (ЭХГ) в модельных средах, имитирующих пищевые продукты в диапазоне определяемых концентраций 0,005 – 0,2 мг/дм<sup>3</sup>.

Начальник отдела испытаний  
пищевой и с/х продукции

Г.В. Артеменко