

**РАБОЧИЙ ЖУРНАЛ
МЕТОДИКА
ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРОЗ АМИНОВ В ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТАХ И
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОМ СЫРЬЕ МЕТОДОМ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ**

МВИ.МН 3543-2010

№ РЖ.ХТ.-47

Дата начала ведения журнала

Дата окончания ведения журнала

Хранить 5 лет

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

МВИ.МН 3543-2010: Рабочий раствор СО						
Приготовление рабочего раствора ДМНА концентрацией 10,1 мг/см3 (п.8.2.5)						
Срок хранения: один год						
Хранение в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С						
Дата приготовления	Стандартный образец с аттестованным содержанием ДМНА			Полученная концентрация, мг/см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
	№ СО	Кат.№ 7756				
	№ партии					
	Концентрация СО (г/см3)	Взятый объем, см³	Объем мерной колбы, см³			
18.01.2026	1,1	1	100	10,1	18.01.2027	

Приготовление рабочего раствора ДЭНА концентрацией 9,5 мг/см3 (п.8.2.6)						
Срок хранения: один год						
Хранение в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С						
Дата приготовления	Стандартный образец с аттестованным содержанием ДЭНА			Полученная концентрация мг/см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
	№ СО	кат. № 0756				
	№ партии					
	Концентрация СО (г/см3)	Взятый объем, см ³	Объем мерной колбы, см ³			
18.01.2026	0,95	1	100	9,5	18.01.2027	

Приготовление рабочего раствора ДПНА концентрацией 400 мг/см3 (п.8.2.7)						
Срок хранения: один год						
Хранение в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С						
Дата приготовления	Стандартный образец с аттестованным содержанием ДПНА			Полученная концентрация мкг/см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
	№ СО					
	№ партии					
	Концентрация СО	Масса ДПНА мг	Объем мерной колбы, см ³			
18.01.2026	-	100	250	400	18.01.2027	

Приготовление рабочего раствора ДМНА концентрацией 101 мкг/см3 (п.8.2.5.1)				
Срок хранения: один год (в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С)				
Дата приготовления	Основной раствор ДМНА по п.8.2.5 Взятый объем, см3	Объем мерной колбы для разведения см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
18.01.2026	1	100	18.01.2027	

Приготовление рабочего раствора ДЭНА концентрацией 95 мкг/см3 (п.8.2.6.1)				
Срок хранения: один год (в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С)				
Дата приготовления	Основной раствор ДЭНА по п.8.2.6 Взятый объем, см3	Объем мерной колбы для разведения см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
18.01.2026	1	100	18.01.2027	

Приготовление рабочего раствора ДПНА концентрацией 2 мкг/см3 (п.8.2.7.1)				
Срок хранения: не более 6 месяцев (в холодильнике при температуре от 2 до 8 °С)				
Дата приготовления	Основной раствор ДЭНА по п.8.2.6 Взятый объем, см3	Объем мерной колбы для разведения см3	Дата окончания срока годности	Подпись исполнителя
18.01.2026	1	200	18.07.2026	

Расчет относительного градуировочного коэффициента (п. 8.3.2)						
№	концентрация ДМНА в i-ом градуировочном растворе					
	мкг/см ³					
	0	0,05	0,25	1,00	2,00	3,03
	площадь пика ДМНА по результатам j-го измерения i-го градуировочного раствора					
1	40,70	484,14	520,00	613,29	645,00	690,00
2	39,40	479,83	520,00	609,00	645,00	690,00
3	40,00	484,14	520,00	613,29	645,00	690,00
4		479,83	520,00	609,00	645,00	690,00
5		484,14	520,00	613,29	645,00	690,00
6		479,83	520,00	609,00	645,00	690,00
7		484,14	520,00	613,29	645,00	690,00
8		479,83	520,00	609,00	645,00	690,00
9		484,14	520,00	609,00	645,00	690,00
№	площадь пика внутреннего стандарта (ДПНА) по результатам j-го измерения i-го градуировочного раствора					
1		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
2		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
3		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
4		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
5		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
6		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
7		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
8		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
9		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
№	относительный градуировочный коэффициент для i-го раствора ДМНА, по результатам j-го измерения					
1		0,0101327	0,0466178	0,1587421	0,2975369	0,4498613
2		0,0102321	0,0466178	0,1599390	0,2975369	0,4498613
3		0,0101327	0,0466178	0,1587421	0,2975369	0,4498613
4		0,0102321	0,0466178	0,1599390	0,2975369	0,4498613
5		0,0101327	0,0466178	0,1587421	0,2975369	0,4498613
6		0,0102321	0,0466178	0,1599390	0,2975369	0,4498613
7		0,0101327	0,0466178	0,1587421	0,2975369	0,4498613
8		0,0102321	0,0466178	0,1599390	0,2975369	0,4498613
9		0,0101327	0,0466178	0,1599390	0,2975369	0,4498613
Среднее значение относительного градуировочного коэффициента		0,0101769	0,0466178	0,1594070	0,2975369	0,4498613
К' отн ДМНА (формула 7)		0,1927200				

№	концентрация ДЭНА в i-ом градуировочном растворе					
	мкг/см ³					
	0	0,08	0,38	1,50	3,01	4,56
	площадь пика ДЭНА по результатам j-го измерения i-го градуировочного раствора					
1	0,00	14,96	36,70	136,75	208,94	340,00
2	0,00	14,89	35,50	136,17	209,29	340,00
3	0,00	14,96	36,70	136,75	208,94	340,00
4		14,89	35,50	136,17	209,29	340,00
5		14,96	36,70	136,75	208,94	340,00
6		14,89	35,50	136,17	209,29	340,00
7		14,96	36,70	136,75	208,94	340,00
8		14,89	35,50	136,17	209,29	340,00
9		14,89	36,70	136,17	209,29	340,00
№	площадь пика внутреннего стандарта (ДПНА) по результатам j-го измерения i-го градуировочного раствора					
1		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
2		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
3		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
4		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
5		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
6		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
7		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
8		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
9		180,00	179,00	182,00	180,00	193,00
№	относительный градуировочный коэффициент для i-го раствора ДМНА, по результатам j-го измерения					
1		0,4813478	0,9266020	0,9981791	1,2965755	1,2942353
2		0,4836434	0,9579202	1,0024308	1,2943948	1,2942353
3		0,4813478	0,9266020	0,9981791	1,2965755	1,2942353
4		0,4836434	0,9579202	1,0024308	1,2943948	1,2942353
5		0,4813478	0,9266020	0,9981791	1,2965755	1,2942353
6		0,4836434	0,9579202	1,0024308	1,2943948	1,2942353
7		0,4813478	0,9266020	0,9981791	1,2965755	1,2942353
8		0,4836434	0,9579202	1,0024308	1,2943948	1,2942353
9		0,4836434	0,9266020	1,0024308	1,2943948	1,2942353
Среднее значение относительного градуировочного коэффициента		0,4826231	0,9405212	1,0005412	1,2953640	1,2942353
К' отн ДЭНА (формула 8)		1,0026570				

Проверка стабильности градуировочного коэффициента (п. 9.1)							
Дата	С ДМНА мкг/см ³	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0	40,70					
21.01.2026	0,25	530,00	180,00	0,045983965	0,046617788	1,4	Удов
	2,00	645,00	180,00	0,297864806	0,29753689	0,1	Удов
Дата	С ДЭНА мкг/см ³	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0	0,00					
	0,38	36,70	179,00	0,926602005	0,940521218	1,5	Удов
	3,01	208,94	180,00	1,296544463	1,295363984	0,1	Удов

Дата	С ДМНА мкг/см ³	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,25				0,046617788		
	2,00				0,29753689		
Дата	С ДЭНА мкг/см ³	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,38				0,940521218		
	3,01				1,295363984		

Дата	С ДМНА мкг/см ³	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,25				0,046617788		
	2,00				0,29753689		
Дата	С ДЭНА мкг/см ³	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,38				0,940521218		
	3,01				1,295363984		

Дата	С ДМНА мкг/см3	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,25				0,046617788		
	2,00				0,29753689		
Дата	С ДЭНА мкг/см3	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,38				0,940521218		
	3,01				1,295363984		

Дата	С ДМНА мкг/см3	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,25				0,046617788		
	2,00				0,29753689		
Дата	С ДЭНА мкг/см3	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,38				0,940521218		
	3,01				1,295363984		

Дата	С ДМНА мкг/см3	S _{пика} (ДМНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн практ (ДМНА)	Котн (ДМНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,25				0,046617788		
	2,00				0,29753689		
Дата	С ДЭНА мкг/см3	S _{пика} (ДЭНА)	S _{пика} (ДПНА)	Котн (ДЭНА)	Котн (ДЭНА)	Кстаб (формула 9) %	Соответствие условию K≤10%
	0						
	0,38				0,940521218		
	3,01				1,295363984		

[illegible]

Проверка стабильности результатов испытаний (п. 12)									
№	Дата проведения анализа	Результаты параллельных измерений x1, x2, мг/кг				Относительный размах W %		Относительное стандартное отклонение повторяемости S %	
		ДМНА		ДЭНА		ДМНА	ДЭНА	ДМНА	ДЭНА
1	21.01.2025	0,00796	0,0078402	0,0136484	0,0139269	0,3792436	0,5050097	0,1861355	0,8585765
2	23.01.2025	0,00786	0,00796	0,01389	0,01373	0,3160556	0,2896452		
3	25.01.2025	0,00795	0,00784	0,01372	0,01364	0,3483217	0,1461988		
4	27.01.2025	0,00785	0,00785	0,01362	0,01364	0	0,0366838		
5	29.01.2025	0,00787	0,00786	0,01370	0,01395	0,0317864	0,4520796		
6	31.01.2025	0,00787	0,00790	0,01360	0,01365	0,0951173	0,0917431		
7	02.02.2025	0,00784	0,00797	0,01384	0,01380	0,4111322	0,0723589		
8	04.02.2025	0,00788	0,00796	0,01395	0,01360	0,2525253	0,6352087		
9	06.02.2025	0,00794	0,00792	0,01392	0,01377	0,0630517	0,2708559		
10	08.02.2025	0,00791	0,00784	0,01367	0,01366	0,2222222	0,0182949		
11	10.02.2025	0,00799	0,00789	0,01393	0,01384	0,3148615	0,1620454		
12	12.02.2025	0,00796	0,00800	0,01374	0,01368	0,1253133	0,1094092		
13	14.02.2025	0,00791	0,00793	0,01362	0,01466	0,0631313	1,8387553		
14	16.02.2025	0,00797	0,00792	0,01375	0,02378	0,1573317	13,362643		
15	18.02.2025	0,00788	0,00793	0,01384	0,01385	0,1581278	0,0180571		
16	20.02.2025	0,00786	0,00798	0,01384	0,01392	0,3787879	0,1440922		
17	22.02.2025	0,00798	0,00792	0,01365	0,01377	0,1886792	0,2188184		
18	24.02.2025	0,00798	0,00787	0,01388	0,01369	0,3470032	0,3445774		
19	26.02.2025	0,00793	0,00795	0,01389	0,01362	0,0629723	0,4907306		
20	28.02.2025	0,00798	0,00789	0,01391	0,01382	0,2835539	0,1622791		

Данные для построения контрольных карт	ДМНА	ДЭНА
СКО повторяемости	6,3	5,9
Центральная линия $d_2 \cdot \sigma$ ($d_2=1,128$ при $n=2$)	7,1064	6,6552
Границы регулирования $D_2 \cdot \sigma$ ($D_2=3,686$ при $n=2$)	23,2218	21,7474
Предупреждающие границы $D_2(2) \cdot \sigma$ ($D_2(2)=2,834$ при $n=2$)	17,8542	16,7206

