



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РИБА, ІНШІ ВОДНІ ЖИВІ РЕСУРСИ ТА ХАРЧОВА ПРОДУКЦІЯ З НИХ

Визначання хлорорганічних пестицидів
та поліхлорованих біфенілів методом
газорідинної хроматографії

ДСТУ 4514:2006

Видання офіційне

БЗ № 9–2005/686

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет з стандартизації «Рибне господарство» (ТК 33) та Відкрите акціонерне товариство «Південрибтехцентр»

РОЗРОБНИКИ: **С. Овчинникова; Л. Хахаліна; Ю. Фокін** (керівник розробки)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 27 січня 2006 р. № 13

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2007

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Позначки та скорочення	3
5 Вимоги безпеки	3
6 Метод відбирання і готування проб	4
7 Апаратура, матеріали, реактиви	5
8 Готування до випробовування	6
8.1 Готування лабораторного посуду	6
8.2 Готування розчинників	6
8.3 Перевірення чистоти силікагелю АСКГ	7
8.4 Готування стандартних розчинів	7
8.5 Готування хроматографа до роботи	8
9 Визначання ХОП і ПХБ у зразках проб продукції	8
9.1 Етапи визначання ХОП і ПХБ	8
9.2 Екстракція	8
9.3 Очищення екстрактів	9
9.4 Дегідрохлорування	9
9.5 Готування контрольної проби	10
10 Вимірювання	10
11 Опрацьовування результатів	11
12 Метрологічні характеристики	12
Додаток А Бібліографія	13

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**РИБА, ІНШІ ВОДНІ ЖИВІ РЕСУРСИ
ТА ХАРЧОВА ПРОДУКЦІЯ З НИХ**

**Визначання хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих
біфенілів методом газорідинної хроматографії**

**РЫБА, ПРОЧИЕ ВОДНЫЕ ЖИВЫЕ РЕСУРСЫ
И ПИЩЕВАЯ ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ**

**Определение хлорорганических пестицидов и полихлорированных
бифенилов методом газожидкостной хроматографии**

**FISH, OTHER WATER FRESH RESOURCES
AND FOOD STUFFS FROM THEM**

**Detection of chlorine-organic pesticides and polychlorinated biphenils
by method of gas-liquid chromatography**

Чинний від 2007-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на рибу, інші водні живі ресурси та харчову продукцію з них (далі за текстом — продукцію) і встановлює метод газорідинної хроматографії для визначання хлорорганічних пестицидів п,п'ДДТ, п,п'ДДЕ, п,п'ДДД, α -ГХЦГ, β -ГХЦГ, γ -ГХЦГ, гептахлору і поліхлорованих біфенілів: арохлору.

Метод базується на екстракції ХОП і ПХБ органічними розчинниками, очищенні екстрактів, розділенні ХОП і ПХБ (дегідрохлоруванні) і їхньому кількісному визначанні методом газорідинної хроматографії на хроматографі з детектором за захопленням електронів.

Стандарт придатний для цілей сертифікації.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 3326–96 Риба, морські безхребетні, водорості та продукти їх перероблення. Терміни та визначення

ДСТУ 3403–96 Продукція рибної промисловості. Класифікація. Номенклатура показників якості

ДСТУ 3985–2000 Хроматографія газова. Терміни та визначення

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 83–79 Натрий углекислый. Технические условия (Натрій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 1277–75 Серебро азотнокислое. Технические условия (Срібло азотнокисле. Технічні умови)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Технічні умови)

ГОСТ 2603–79 Ацетон. Технические условия (Ацетон. Технічні умови)

ГОСТ 3956–76 Силикагель технический. Технические условия (Силікагель технічний. Технічні умови)

ГОСТ 4166–76 Натрий сернокислый. Технические условия (Натрій сірчаноокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4201–79 Натрий углекислый кислый. Технические условия (Натрій вуглекислий кислий. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Кислота серная. Технические условия (Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 5556–81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия (Вата медична гігроскопічна. Технічні умови)

ГОСТ 5955–75 Бензол. Технические условия (Бензол. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода здистильована. Технічні умови)

ГОСТ 7631–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных испытаний (Риба, морські ссавці, морські безхребетні і продукти їхнього перероблення. Правила приймання, органолептичні методи оцінювання якості, методи відбирання проб для лабораторного випробовування)

ГОСТ 7636–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа (Риба, морські ссавці, морські безхребетні і продукти їхнього перероблення. Методи аналізування)

ГОСТ 8756.0–70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию (Продукти харчові консервовані. Відбирання проб і готування їх до випробовування)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд і устаткування лабораторні порцелянові. Технічні умови)

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия (Азот газоподібний і рідкий. Технічні умови)

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови)

ГОСТ 20490–75 Калий марганцевокислый. Технические условия (Калій марганцевокислий. Технічні умови)

ГОСТ 21240–89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний (Скальпелі і ножі медичні. Загальні технічні вимоги і методи випробовування)

ГОСТ 21400–75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний (Скло хіміко-лабораторне. Технічні вимоги. Методи випробовування)

ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загального призначення і зразкові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 24363–80 Калия гидроксид. Технические условия (Калію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та устаткування лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки поградуєвані. Частина 1. Загальні вимоги).

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни та визначення понять згідно з ДСТУ 3326, ДСТУ 3403 та ДСТУ 3985.

Також використано такі терміни та їх визначення:

хлорорганічні пестициди

Хлорпохідні багатоядерних вуглеводнів, циклопарафінів, сполуки дієнового ряду, аліфатичних карбонових кислот — токсичні речовини хімічного чи біологічного походження, призначені для знищення, регуляції та припинення розвитку шкідливих організмів, внаслідок діяльності яких зазнають ураження рослини, тварини, люди і пошкоджуються матеріальні цінності

поліхлоровані біфеніли

Ароматичні сполуки, які складаються з двох бензольних кілець, з'єднаних через між'ядерний зв'язок С — С, і у яких від одного до десяти атомів заміщено атомами Сl в орто-, мета- чи пара-положеннях — токсичні речовини, внаслідок діяльності яких зазнають ураження рослини, тварини, люди і пошкоджуються матеріальні цінності. ПХБ використовують як теплоносії, холодоагенти, пластифікатори, розчинники, мастила, фунгіциди, компоненти фарб, лаків, клеїв.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використані такі позначки та скорочення:

ХОП	— хлорорганічні пестициди;
ПХБ	— поліхлоровані біфеніли;
х. ч.	— хімічно чистий;
мкл	— мікролітр;
мкг	— мікрограм;
нг	— нанограм;
Н	— нормальність (концентрація розчину);
п,п'ДДТ	— 4,4'-дихлордифенілтрихлоретан;
п,п'ДДЕ	— 4,4'-дихлордифенілдихлоретилен;
п,п'ДДД	— 4,4'-дихлордифенілдихлоретан;
α-ГХЦГ	— стереоізомер альфа 1,2,3,4,5,6 гексахлорциклогексану;
β-ГХЦГ	— стереоізомер бета 1,2,3,4,5,6 гексахлорциклогексану;
γ-ГХЦГ	— стереоізомер гамма 1,2,3,4,5,6 гексахлорциклогексану;
гептахлор	— 1,4,5,6,7,8,8-гептахлор-4,7-ендометилен-3а,4,7,7а-тетрагідроінден.

5 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

5.1 Визначання хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих біфенілів методом газорідної хроматографії передбачає використання легкозаймистих, палих і токсичних речовин. Детектор за захопленням електронів містить радіонукліди. Під час виконання методу контролю необхідно дотримуватися відповідних запобіжних заходів і встановлених законом заходів безпеки.

5.2 Протипожежні правила безпеки в лабораторіях необхідно складати з урахуванням ГОСТ 12.1.004.

5.3 Під час експлуатації газового хроматографа з детектором за захопленням електронів потрібно дотримуватись вимог [1] та [2].

5.4 Експлуатація електронно-обчислювального устаткування повинна відповідати вимогам [3].

5.5 Лабораторні приміщення, у яких проводять готування реактивів і оброблення проб, повинні бути обладнані витяжною вентиляцією, водопроводом, каналізацією, електрикою, засобами зв'язку, опаленням та повинні забезпечувати безпечні умови праці. Мікроклімат у лабораторних приміщеннях повинен відповідати вимогам [4]. Роботи потрібно проводити під тягою у витяжній шафі, за цих умов треба, щоб обличчя оператора перебувало за склом.

5.6 У лабораторних приміщеннях потрібно строго контролювати справність електроприладів, електропроводки. Електропроводи, електроустаткування та їхня експлуатація повинні відповідати вимогам [5]. Прилади мають бути заземлені, повинне бути повністю унеможливлено іскроутворення.

Під час роботи з приладами та апаратами треба суворо дотримуватися інструкції з безпеки праці, відповідно до паспортів та інструкцій з експлуатації, які необхідно зберігати на робочих місцях.

5.7 Перед початком робіт потрібно:

- переконатися в наявності піску у відрі, азбестової тканини, вогнегасника;
- надягти захисний одяг: халат, гумові рукавички [6].

5.8 Під час проведення робіт заборонено:

- захарашувати робочі столи і шафи з легкозаймистими, палими і токсичними речовинами;
- тримати легкозаймисті та палні рідини поблизу нагрівальних приладів;

- запалювати пальники та інші джерела вогню до повного провітрювання приміщень;
- набирати легкозаймисті, пальні і токсичні речовини у піпетку ротом, потрібно використовувати піпетку з гумовою грушею;
- пробувати на смак і вдихати хімічні речовини;
- проводити кип'ятіння чи нагрівання легкозаймистих та пальних рідин безпосередньо вогнем; кип'ятіння чи нагрівання потрібно виконувати тільки на водяній бані чи на електроплитці закритого типу;
- допускати розливання і розбризкування легкозаймистих, пальних і токсичних речовин;
- зберігати гексанові екстракти пестицидів у холодильниках побутового призначення;
- пити воду і приймати їжу у приміщеннях лабораторії;
- виливати залишки легкозаймистих, пальних і токсичних речовин у раковини, які з'єднані з фекальною каналізацією.

5.9 Під час роботи зі стисненими газами потрібно виконувати вимоги [7]:

- балони варто тримати у чистоті і зберігати у вертикальному положенні вентилями догори;
- потрібно уважно стежити за маркуванням балонів, не можна допускати його порушень і значених термінів випробовування; маркування газових балонів з азотом: фарбування балона — чорне, колір смуги — коричневий, напис — «Азот», колір напису — жовтий;
- переносити балони потрібно тільки на спеціальних ношах, які пристосовані для цих цілей;
- на балонах під час переміщення повинні бути захисні ковпачки, щоб уникнути вибуху;
- не можна піддавати балони поштовхам і ударам;
- балони не повинні стикуватися з електричними проводами і міститись поблизу нагрівальних приладів, потрібно встановлювати балони не ближче 1 м від радіаторів опалення, нагрівальних приладів і не ближче ніж 1,5 м від газових плит;
- не можна встановлювати балони у місцях, які освітлені прямими сонячними променями;
- за потреби подавати газ з балонів через справний редуктор, призначений для даного газу;
- вентиль балона потрібно відкривати повільно;
- надлишковий тиск у балоні повинен бути не менше ніж 5 кг/см².

5.10 Скляний посуд з легкозаймистими, пальними і токсичними речовинами дозволено переносити тільки у спеціальних металевих чи дерев'яних ящиках, усередині покритих азбестом.

5.11 На робочих місцях дозволено зберігати таку кількість легкозаймистих, пальних і токсичних речовин, що не перевищує потреб для виконання дорученої роботи. Посудини повинні бути щільно закриті та підписані.

5.12 У разі потраплення на шкіру чи одяг розчинів ХОП і ПХБ залишки треба видалити тампоном чи фільтрувальним папером, потім ретельно промити водою з милом.

5.13 У разі загоряння легкозаймистих, пальних і токсичних речовин пожежу гасять пінами, вуглекислим газом, сухими порошками.

5.14 Перед закінченням робіт оператор зобов'язаний перевірити:

- чи вимкнено електроприлади, витяжні шафи, прилади освітлення та інше устаткування лабораторії;
- чи закрито водяні крани;
- чи прибрано легкозаймисті, пальні і токсичні речовини.

5.15 Вимоги до кваліфікації оператора: визначання ХОП та ПХБ у рибі, інших водних живих ресурсах та продукції з них методом газорідинної хроматографії дозволено виконувати кваліфікованому оператору — хіміку не молодше 18 років, який пройшов медогляд [8], володіє технікою надання першої долікарської допомоги, пробоготуванням для мікроаналізування, оброблення даних за допомогою електронно-обчислювального устаткування, теорією і практикою газової хроматографії.

6 МЕТОД ВІДБИРАННЯ І ГОТУВАННЯ ПРОБ

Відбирання та готування проб до аналізування треба здійснювати згідно з ГОСТ 7631, ГОСТ 7636, ГОСТ 8756.0.

З об'єднаної лабораторної проби для випробовування треба відібрати дві однакові наважки масою від 10 г до 20 г, які зважені з абсолютною похибкою не більше ніж 0,01 г.

7 АПАРАТУРА, МАТЕРІАЛИ, РЕАКТИВИ

Перелік апаратури, матеріалів і реактивів, які потрібно використовувати під час випробовування:

- газовий хроматограф з детектором за захопленням електронів будь-якого типу;
- магнітна мішалка ММ-5 згідно з чинними нормативними документами;
- апарат для струшування рідин згідно з чинними нормативними документами;
- ваги лабораторні загальної призначеності з метрологічними характеристиками згідно з ГОСТ 24104 з найбільшою границею зважування 200 г не нижче 2-го класу точності;
- ваги лабораторні загальної призначеності з метрологічними характеристиками згідно з ГОСТ 24104 з найбільшою границею зважування 500 г 4-го класу точності;
- машина електромеханічна кухонна типу КМ-1 згідно з чинними нормативними документами;
- штатив лабораторний ШЛ згідно з чинними нормативними документами;
- ротаційний випарник згідно з чинними нормативними документами;
- шафа витяжна згідно з чинними нормативними документами;
- шафа сушильна лабораторна, що забезпечує підтримання заданого температурного режиму від 50 °С до 200 °С за відхилів температури від номінального значення, що не перевищують ± 5 °С згідно з чинними нормативними документами;
- колби мірні 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 згідно з ГОСТ 1770;
- колба Кн-1-250-34/35 ТС згідно з ГОСТ 25336;
- колба К-1-250-29/32 ТС згідно з ГОСТ 25336;
- циліндри мірні 1-10, 1-100 чи 3-100 згідно з ГОСТ 1770;
- лійки В-100-150 ХС, У-36-38 ХС, ВД-1-25 ХС, ВД-1-50 ХС згідно з ГОСТ 25336;
- лійка Бюхнера 3 згідно з ГОСТ 9147;
- ступка порцелянова 5 згідно з ГОСТ 9147;
- товкачик порцеляновий 3 згідно з ГОСТ 9147;
- склянки Н-1-50 ТС, Н-1-100 ТС чи Н-1-150 ТС згідно з ГОСТ 25336;
- лійки лабораторні згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки мірні 4-2-1, 5-2-2, 7-2-5, 7-2-10 згідно з ГОСТ 29227 та ГОСТ 25336;
- молоток дерев'яний згідно з чинними нормативними документами;
- пробірки П-4-5-14/23 ХС, П-4-10-14/23 ХС згідно з ГОСТ 25336;
- шпатель 3 згідно з ГОСТ 9147;
- ложка 2 згідно з ГОСТ 9147;
- колба П-2-500-34 ТХС згідно з ГОСТ 25336;
- скальпель згідно з ГОСТ 21240;
- мікрошприц МШ-10М згідно з чинними нормативними документами;
- папір фільтрувальний лабораторний згідно з ГОСТ 12026;
- вода здистильована згідно з ГОСТ 6709;
- дефлегматор 250-19/26-29/32 згідно з ГОСТ 25336;
- вугілля активоване згідно з чинними нормативними документами;
- палички скляні згідно з ГОСТ 21400;
- холодильник ХПТ-1-400-14/23 ХС, ХПТ-1-100-14/23 згідно з ГОСТ 25336;
- силікагель марки АСКГ згідно з ГОСТ 3956 з розміром зерен від 2 мм до 5 мм, висушений у сушильній шафі за температури від 150 °С до 180 °С протягом 4 год;
- спирт етиловий ректифікований згідно з ГОСТ 18300;
- натрій сірчаноокислий безводний, х. ч. згідно з ГОСТ 4166, висушений у сушильній шафі за температури 150 °С протягом 5 год;
- калій марганцевоокислий, х. ч. згідно з ГОСТ 20490, концентрований розчин у сірчаній кислоті з масовою часткою 10 %;
- калію гідроксид, х. ч. гранульований згідно з ГОСТ 24363;
- гексан, х. ч. згідно з чинними нормативними документами;
- бензол, х. ч. згідно з ГОСТ 5955;
- хлороформ, х. ч. згідно з ГОСТ 20015;

- ацетон, х. ч. згідно з ГОСТ 2603;
 - ефір петролейний згідно з чинними нормативними документами з температурою кипіння від 40 °С до 60 °С;
 - ефір діетиловий згідно з чинними нормативними документами;
 - нітрат срібла, х. ч. згідно з ГОСТ 1277;
 - кислота сірчана, х. ч. згідно з ГОСТ 4204;
 - натрій вуглекислий, х. ч. згідно з ГОСТ 83;
 - вата згідно з ГОСТ 5556, знежирена: промита діетиловим ефіром протягом 5 хв і висушена у витяжній шафі до постійної ваги;
 - державні стандартні зразки складу розчинів хлорорганічних пестицидів (ХОП) представлені сумішшю ХОП-5 (4,4'ДДТ, 4,4'ДДД, 4,4'ДДЕ, гептахлор, γ -ГХЦГ) — тип ДСЗУ 042.66–97; α -ГХЦГ — тип ДСЗУ 042.5–96; β -ГХЦГ — тип ДСЗУ 042.6–96, затверджені Держспоживстандартом України і внесені до державного реєстру засобів вимірювальної техніки (розділ «Стандартні зразки»);
 - чистий і сертифікований стандартний розчин арохлору з концентрацією 0,100 мг/см³;
 - хроматон N-AW-DMCS, розмір часток від 0,16 мм до 0,20 мм, просочений 5 % SE-30;
 - колонка газохроматографічна спіралеподібна довжиною від 1,5 м до 2 м і діаметром від 2 мм до 4 мм;
 - груша гумова згідно з чинними нормативними документами;
 - колонки хроматографічні скляні довжиною 450 мм і діаметром 20 мм;
 - натрій вуглекислий кислий, х. ч., згідно з ГОСТ 4201, розчин з концентрацією 0,5 моль/дм³ (0,5 N);
 - азот газоподібний і рідкий особливої чистоти згідно з ГОСТ 9293;
 - папір індикаторний універсальний згідно з чинними нормативними документами.
- Дозволено використовувати інші види апаратури, реактивів і матеріалів з технічними і метрологічними характеристиками не нижче зазначених.

8 ГОТУВАННЯ ДО ВИПРОБОВУВАННЯ

8.1 Готування лабораторного посуду

Новий чи сильно забруднений лабораторний посуд після миття у розчині мийного засобу треба промити водопровідною водою й ополоснути здистильованою водою. Безпосередньо перед використанням висушений посуд треба додатково ополоснути перегнаним органічним розчинником.

8.2 Готування розчинників

Перед початком роботи потрібно перевірити чистоту розчинників, для чого концентрують 100 см³ розчинника до об'єму 1 см³ і 5 мкл концентрованого розчинника вводять у випарник хроматографа.

За наявності незначних за величиною піків (сигналів) менше ніж 10 % від висоти максимального піка стандартного розчину на хроматограмі розчинника, додаткового очищення такі розчинники не потребують, але потрібно їх враховувати під час опрацювання результатів аналізування. За наявності піків висотою більше ніж 10 % від висоти максимального піка стандартного розчину треба провести додаткове очищення (перегонку розчинників).

Очищення гексану, бензолу, петролейного ефіру проводять перегонкою у присутності нітрату срібла з масовою концентрацією 81,1 г/дм³ чи активованого вугілля з масовою концентрацією 1 г/дм³, відбираючи відігнані фракції гексану за температури від 60 °С до 70 °С, бензолу — за температури від 78 °С до 81 °С, петролейного ефіру — за температури від 40 °С до 60 °С. Гексан потрібно звільнити від залишків ароматичних сполук, для чого послідовно промивають концентрованою сірчаною кислотою, концентрованим розчином перманганату калію у сірчаній кислоті, а потім водою, після чого зневоднюють прожареним натрієм сірчаноокислим.

За потреби ацетон очищують руйнуванням усіх домішок перегонкою у присутності перманганату калію з концентрацією 10 г/дм³ і натрію вуглекислого з концентрацією 2 г/дм³ за температури 56 °С і зневоднюють прожареним натрієм сірчаноокислим.

Хлороформ промивають 5 разів здистильованою водою у співвідношенні 2:1, а потім зневоднюють прожареним натрієм сірчаноокислим, переганяють за температури 61 °С.

Ефір діетиловий обробляють перманганатом калію і гідроксидом калію з масовою концентрацією 5 г/дм³ і 10 г/дм³ відповідно протягом 24 год, а потім переганяють за температури 35,6 °С.

Очищені розчинники зберігають у темній склянці з притертою пробкою у прохолодному місці не більше 6 тижнів.

8.3 Перевіряння чистоти силікагелю АСКГ

Силікагель промивають 50 см³ петролейного ефіру, який після промивання видаляють. Наступну порцію розчинника пропускають через силікагель, віджимають грушею й випаровують до об'єму 5 см³. Із одержаного розчину відбирають шприцом 5 мкл упареного екстракту і вводять у випарник хроматографа. Появлення на хроматограмі додаткового піка свідчить про те, що силікагель забруднений.

Очищення силікагелю треба проводити бензолом чи сумішшю бензолу і петролейного ефіру у співвідношенні 1:1, для чого силікагель заливають бензолом чи сумішшю і витримують добу. Потім бензол або суміш відганяють під вакуумом на ротаційному випарнику, а силікагель висушують у витяжній шафі за температури 20 °С. Зберігають очищений силікагель без доступу повітря у скляній колбі з притертою пробкою.

Усі органічні розчинники, що залишаються після випаровування проб, і промивання колонок, можуть бути використані вдруге після перегонки у присутності активованого вугілля чи нітрату срібла з масовою концентрацією 1 г/дм³.

8.4 Готування стандартних розчинів

8.4.1 Для готування основного стандартного розчину ХОП треба використовувати державні стандартні зразки складу розчинів хлорорганічних пестицидів: ХОП-5, α-ГХЦГ, β-ГХЦГ.

Суміш ХОП-5 складається із:

- 4,4'ДДТ масовою концентрацією 0,100 мг/см³;
- 4,4'ДДЕ масовою концентрацією 0,05 мг/см³;
- 4,4'ДДД масовою концентрацією 0,100 мг/см³;
- γ-ГХЦГ масовою концентрацією 0,020 мг/см³;
- гептахлору масовою концентрацією 0,020 мг/см³;
- α-ГХЦГ масовою концентрацією 0,100 мг/см³;
- β-ГХЦГ масовою концентрацією 0,100 мг/см³.

У мірну колбу місткістю 25 см³ поміщають 2,5 см³ стандартного розчину ХОП-5, 2,5 см³ стандартного розчину α-ГХЦГ, 2,5 см³ стандартного розчину β-ГХЦГ і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном за постійного помішування.

Отриманий основний стандартний розчин містить:

4,4'ДДЕ — 0,005 мг/см ³ ;	гептахлору — 0,002 мг/см ³ ;
4,4'ДДД — 0,010 мг/см ³ ;	α-ГХЦГ — 0,010 мг/см ³ ;
4,4'ДДТ — 0,010 мг/см ³ ;	β-ГХЦГ — 0,010 мг/см ³ ;
	γ-ГХЦГ — 0,002 мг/см ³ .

8.4.2 Готування робочого стандартного розчину ХОП

У мірну колбу місткістю 100 см³ поміщають 2 см³ основного стандартного розчину ХОП і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном за постійного помішування.

Отриманий робочий розчин містить:

4,4'ДДЕ — 0,100 мкг/см ³ ;	гептахлор — 0,04 мкг/см ³ ;
4,4'ДДД — 0,200 мкг/см ³ ;	α-ГХЦГ — 0,200 мкг/см ³ ;
4,4'ДДТ — 0,200 мкг/см ³ ;	β-ГХЦГ — 0,200 мкг/см ³ ;
	γ-ГХЦГ — 0,04 мкг/см ³ .

8.4.3 Готування розведень робочого розчину ХОП

Відповідно до чутливості газового хроматографа, очікуваного вмісту хлорорганічних пестицидів п,п'ДДТ, п,п'ДДЕ, п,п'ДДД, α-ГХЦГ, β-ГХЦГ, γ-ГХЦГ, гептахлору і поліхлорованих біфенілів арохлору у досліджуваному зразку використовують розведення робочих розчинів ХОП і ПХБ.

8.4.3.1 Розчин № 1

У мірну колбу місткістю 50 см³ поміщають 35 см³ робочого розчину і додають 15 см³ очищеного гексану, ретельно перемішують і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном. Отриманий розчин № 1 містить 0,028 нг γ-ГХЦГ у 1 мкл, а у 5 мкл — 0,14 нг.

8.4.3.2 Розчин № 2

У мірну колбу місткістю 50 см³ поміщають 20 см³ робочого розчину і додають 25 см³ очищеного гексану, ретельно перемішують і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном. Отриманий розчин № 2 містить 0,02 нг γ-ГХЦГ у 1 мкл, а у 5 мкл — 0,1 нг.

8.4.3.3 Розчин № 3

У мірну колбу місткістю 50 см³ поміщають 15 см³ робочого розчину і додають 35 см³ очищеного гексану, ретельно перемішують і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном. Отриманий розчин № 3 містить 0,12 нг γ -ГХЦГ у 1 мкл, а у 5 мкл — 0,6 нг.

8.4.4 Готування основного стандартного розчину ПХБ

У мірну колбу місткістю 25 см³ поміщають 2,5 см³ розчину ГСО арохлору з концентрацією 0,100 мг/см³ і доводять об'єм розчину до позначки очищеним гексаном за постійного перемішування. Отриманий основний стандартний розчин ПХБ містить арохлору 10 мкг у 1 см³.

8.4.5 Готування робочого стандартного розчину ПХБ

Робочий стандартний розчин ПХБ готують розведенням основного стандартного розчину ПХБ очищеним гексаном у співвідношенні 1:10. Отриманий робочий стандартний розчин ПХБ містить 1 мкг арохлору в 1 см³.

8.4.6 Основні і робочі стандартні розчини у колбах з щільно притертими пробками потрібно зберігати у холодильнику за температури 4 °С без доступу світла терміном, який не перевищує терміну придатності екземпляра ДСЗУ відповідно до паспортів ДСЗУ та інструкцій щодо їхнього застосування.

Після готування стандартних розчинів колби з розчином зважують на вагах лабораторних загальної призначеності 4 кл. з точністю до другого десяткового знака і отримані значення маси записують у робочому журналі.

Перед використанням колбу зі стандартним розчином треба витримати за температури 20 °С протягом 30 хв, після чого зважити до другого десяткового знака і, за потреби, масу колби зі стандартним розчином довести очищеним гексаном до маси, зазначеної у робочому журналі. Відібравши необхідну кількість робочого стандартного розчину, колбу з розчином потрібно знову зважити і її масу зафіксувати у робочому журналі.

8.5 Готування хроматографа до роботи

Готування приладу до роботи, його вмикання і виведення на робочий режим потрібно здійснювати згідно з технічними інструкціями до газового хроматографа.

9 ВИЗНАЧАННЯ ХОП І ПХБ У ЗРАЗКАХ ПРОБ ПРОДУКЦІЇ

9.1 Етапи визначання ХОП і ПХБ

Визначання вмісту ХОП і ПХБ складається з трьох послідовних етапів: екстракції, очищення екстрактів і газохроматографічного аналізування. За одночасної присутності у пробі ХОП і ПХБ для їх поділяння проводять лужне дегідрохлорування.

9.2 Екстракція

Залежно від жирності і вологості випробної продукції екстракцію проб виконують різними методами.

9.2.1 Екстракція проб із сировини жирної і середньої жирності (більше ніж 3 % жирності)

Наважку подрібненого досліджуваного зразка масою від 10 г до 20 г (10 г беруть з високожирного матеріалу), зважену з похибкою не більше ніж 0,01 г, розтирають у порцеляновій ступці, додаючи безводний натрій сірчаноокислий до одержання розсипчастої маси.

Розсипчасту масу зразка з натрієм сірчаноокислим переносять у конічну колбу об'ємом 250 см³, додають гексан чи інший розчинник (хлороформ або петролейний ефір) у такій кількості, щоб маса зразка була повністю покрита розчинником, закривають колбу притертою пробкою і екстрагують протягом 30 хв на апараті для струшування. Колбу з екстракційною сумішшю залишають на 12 год.

Після 12 год колбу з екстракційною сумішшю поміщають на апарат для струшування та екстрагують протягом 1 год. Після екстракції вміст колби фільтрують через складчастий фільтр у мірний циліндр об'ємом 100 см³. Вихідну конічну колбу двічі промивають 25 см³ гексану. Розчинник випаровують під вакуумом (300 мм рт. ст.) на ротаційному випарнику. Об'єм екстракту доводять гексаном до 100 см³.

9.2.2 Екстракція проб з нежирної сировини (менше ніж 3 % жиру)

Під час дослідження нежирної сировини риби та інших продуктів моря екстракцію ліпідів проводять таким методом: від 10 г до 25 г подрібненого зразка, зваженого з похибкою не більше ніж

0,01 г, розтирають у порцеляновій ступці з безводним натрієм сірчаноокислим до одержання розсипчастої маси. Розсипчасту масу зразка з безводним натрієм сірчаноокислим переносять у конічну колбу об'ємом 250 см³ і екстрагують гексаном чи петролейним ефіром з розрахунку 3-х об'ємів розчинника на одну вагову частину проби. Екстракти збирають у ділильну лійку, промивають тричі 40 см³ водного розчину натрію сірчаноокислого з масовою часткою 2 %, струшують вручну протягом 3 хв. Потім верхній гексановий шар відокремлюють від водного розчину натрію сірчаноокислого та висушують його фільтруванням через лійку з натрієм сірчаноокислим (попередньо змоченим гексаном до появи першої краплі). Екстракт переносять у мірний циліндр і об'єм доводять очищеним гексаном до 100 см³.

9.2.3 Екстракція проб із сухих продуктів

Під час дослідження сухих продуктів (сухі білкові концентрати, водорості тощо) пробу масою 10 г, зважену з похибкою не більше ніж 0,01 г, поміщають у круглодонну колбу об'ємом 250 см³ і тричі екстрагують 50 см³ ацетону, кожного разу нагріваючи колбу на водяній бані до закипання розчинника. Екстракти поєднують, ацетон відганяють у ротаційному випарнику за температури водяної бані від 20 °С до 25 °С. Рідку фазу, що залишилася у колбі, тричі екстрагують 20 см³ гексану, переносять гексановий екстракт у мірний циліндр і об'єм доводять гексаном до 100 см³.

9.3 Очищення екстрактів

Очищення екстрактів проводять різними методами, а саме:

- очищення екстрактів на хроматографічній скляній колонці за допомогою силікагелю;
- очищення екстрактів сірчаною кислотою.

9.3.1 Очищення екстрактів на хроматографічній скляній колонці

У колонку поміщають близько 500 мг знежиреної вати і насипають від 70 см³ до 75 см³ силікагелю АСКГ. Адсорбент ущільнюють постукуванням дерев'яним молоточком, промивають 50 см³ петролейного ефіру і віджимають за допомогою гумової груші.

На колонку вносять порціями по 25 см³ екстракт, підготовлений, як зазначено вище, дають рідині стекти і знову адсорбент віджимають, розчинник відкидають.

Пестициди елюють у круглодонну колбу ротаційного випарника об'ємом 250 см³ сумішшю із 30 см³ бензолу та 80 см³ петролейного ефіру, яку вносять порціями по 20 см³. Через 10 хв після стікання останньої краплі розчинника адсорбент знову віджимають.

Елюат концентрують випаровуванням розчинника у витяжній шафі за температури 20 °С. Концентрований елюат переносять гексаном у циліндр місткістю 10 см³, тричі обполіскують відгінну колбу 2 см³ гексану і переносять до того самого циліндра.

Очищений екстракт випаровують до об'єму 4 см³ у витяжній шафі за температури 20 °С.

9.3.2 Очищення екстрактів сірчаною кислотою

Під час очищення екстракту сірчаною кислотою екстракт об'ємом 100 см³ поміщають у круглодонну колбу ротаційного випарника і випаровують розчинник. Концентрований екстракт переносять у ділильну лійку об'ємом від 30 см³ до 50 см³, тричі обполіскуючи колбу ротаційного випарника 2 см³ гексану.

У ділильну лійку додають 5 см³ концентрованої сірчаної кислоти і суміш обережно перемішують 10 разів рухом униз та залишають до поділення на шари. Нижній шар відпрацьованої сірчаної кислоти зливають. Очищення повторюють до одержання безбарвного шару сірчаної кислоти. За потреби процес очищення продовжують наступного дня.

Для видалення залишків сірчаної кислоти до очищеного екстракту у ділильну лійку додають 3 рази по 3 см³ розчину натрію вуглекислого кислого з концентрацією 0,5 моль/дм³ (0,5 Н), обережно перемішують, нижній шар зливають, а гексановий екстракт промивають здистильованою водою до нейтральної реакції промивних вод (контроль — за папером індикаторним універсальним). Екстракт висушують, фільтруючи через лійку з висушеним натрієм сірчаноокислим (попередньо змоченим гексаном до появи першої краплі) у мірну пробірку. Після фільтрування шар осушувача промивають від 4 см³ до 5 см³ гексану і віджимають його пробкою. Висушений екстракт випаровують до об'єму 4 см³ у витяжній шафі за температури 20 °С.

9.4 Дегідрохлорування

Незалежно від методу очищення екстрактів на хроматографічній скляній колонці чи сірчаною кислотою подальший поділ ХОП і ПХБ відбувається за однією схемою, заснованою на їхній різній

стійкості до дії лугів у спиртовому середовищі. Під час нагрівання п,п' ДДТ перетворюється на п,п' ДДЕ, п,п' ДДД на відповідний олефін, а ПХБ залишаються незмінними. Під час порівняння хроматограм екстрактів до і після дегідрохлорування за різницею висот відповідних піків визначають кількість ХОП, а за піками, що залишилися незмінними, визначають кількість ПХБ. Очищений гексановий екстракт об'ємом 4 см³ ділять порівну на дві частини: відбирають 2 см³ для визначання ХОП (екстракт № 1), інші 2 см³ (екстракт № 2) піддають лужному дегідрохлоруванню, поміщаючи ці 2 см³ у плоскодонну колбу об'ємом 50 см³.

У колбу з екстрактом № 2 додають від 0,4 г до 0,5 г плавленого калію гідроксиду (чотири «коржі») і 2 см³ етилового спирту. Колбу закривають зворотним водяним холодильником. Суміш нагрівають, перемішуючи на магнітній мішалці, за температури від 50 °С до 55 °С протягом 30 хв з моменту розчинення лугу у реакційній суміші.

Після охолодження суміші до температури 20 °С холодильник знімають і шліф холодильника промивають у ту саму колбу 2 см³ гексану, а потім усю суміш з колби переносять у ділильну лійку об'ємом 25 см³ чи 50 см³, колбу двічі обполіскують 2 см³ гексану, зливаючи гексан у ту саму ділильну лійку.

До суміші у ділильній лійці додають 4 см³ здистильованої води для руйнування однофазної системи, обережно перемішують вміст ділильної лійки, гексановий шар відокремлюють у іншу ділильну лійку, а водно-спиртовий шар тричі екстрагують 2 см³ гексану.

Водно-спиртовий шар зливають і видаляють. Об'єднані гексанові екстракти двічі промивають 2 см³ 1%-м розчином сірчаної кислоти для нейтралізації лугу, а потім здистильованою водою до нейтральної реакції промивних вод (контроль — за папером індикаторним універсальним).

Очищений гексановий екстракт сушать фільтруванням через безводний натрій сірчаноокислий, для чого попередньо у лійку закладають шар знежиреної вати, приблизно 2 г безводного натрію сірчаноокислого, змочують гексаном до першої краплі, потім вносять гексановий екстракт, дають екстракту стекти у мірну пробірку, ділильну лійку та лійку з безводним натрієм сірчаноокислим та залишками гексанового екстракту обполіскують двічі 2 см³ гексану, зливаючи гексан у ту саму мірну пробірку.

Гексановий екстракт (як для визначання ХОП, так і для визначання ПХБ) сушать досуха струмом повітря у витяжній шафі за температури 20 °С, додають піпеткою з поділками точний об'єм гексану 2,0 см³, ретельно обполіскують мірну пробірку і аліквотні частини 5 мкл кожного екстракту послідовно вводять у хроматограф з детектором за захопленням електронів.

9.5 Готування контрольної проби

9.5.1 Контрольну пробу готують, використовуючи усі реактиви, додаючи їх у таких самих кількостях, об'ємах і послідовності, що і під час готування випробних зразків, але без додавання випробної проби.

9.5.2 Якщо під час аналізування контрольної проби одержують піки з тривалістю утримання, рівною тривалості утримання будь-якого пестициду, то під час аналізування випробної проби від висоти (площі) отриманого піка віднімають висоту (площу) відповідного піка контрольної проби.

10 ВИМІРЮВАННЯ

10.1 Під час роботи на хроматографі з детектором за захопленням електронів потрібно використовувати спіралеподібну колонку довжиною від 1,5 м до 2 м і діаметром від 2 мм до 4 мм, яка заповнена хроматоном W (AW) DMCS, просоченим фазою SE-30 (5 %).

Умови хроматографування потрібно підбирати індивідуально для кожного приладу, змінюючи швидкість газу-носія, температури колонки, випарника, детектора до одержання максимальної чутливості.

10.2 Для кількісного аналізування у впускний отвір колонки послідовно вводять аліквоти стандартних розчинів і екстрактів об'ємом 5 мкл.

Як газ-носієм, треба використовувати азот особливої чистоти, який, проходячи через сорбент, захоплює слабко сорбовані компоненти, а добре утримувані відстають і виходять з колонки з газом-носієм пізніше. Склад вихідного газу контролює детектор, який подає сигнал на підсилювач, а потім на самописі реєструється хроматограма.

10.3 Вміст кожного з ХОП і ПХБ у екстракті проби ω у мг/кг розраховують за висотою (площею) отриманих піків.

11 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

11.1 Розраховують масову концентрацію ω_i i -го пестициду, у міліграмах на кілограм, за відсутності ПХБ, за формулою:

$$\omega_i = \frac{h_i \cdot m_{i\text{CT}} \cdot V}{h_{i\text{CT}} \cdot V_{\text{CT}} \cdot m}, \quad (1)$$

де h_i — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі екстракту робочої проби, мм;
 $h_{i\text{CT}}$ — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі стандартного розчину ХОП, мм;
 $m_{i\text{CT}}$ — маса i -го пестициду, введеного у хроматограф зі стандартним розчином ХОП, нг;
 V — об'єм екстракту робочої проби, см³;
 V_{CT} — об'єм аліквоти стандартного розчину ХОП, введеної у хроматограф, мкл;
 m — маса наважки досліджуваного зразка, г.

11.2 У випадку одночасної присутності ХОП і ПХБ (якщо на хроматограмі присутній «вільний» пік) екстракти аналізують до (екстракт № 1) та після (екстракт № 2) лужного дегідрохлорування.

11.2.1 Розраховують масову концентрацію ω_i α -ГХЦГ, γ -ГХЦГ, β -ГХЦГ, гептахлору, у міліграмах на кілограм, за формулою:

$$\omega_i = \frac{h_i \cdot m_{i\text{CT}} \cdot V_1 \cdot 2}{h_{i\text{CT}} \cdot V_{\text{CT}} \cdot m}, \quad (2)$$

де h_i — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі екстракту № 1 робочої проби, мм;
 $h_{i\text{CT}}$ — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі стандартного розчину ХОП, мм;
 $m_{i\text{CT}}$ — маса i -го пестициду, введеного у хроматограф зі стандартним розчином ХОП, нг;
 V_1 — об'єм упареного екстракту № 1 робочої проби, см³;
 V_{CT} — об'єм аліквоти стандартного розчину ХОП, введеної у хроматограф, мкл;
 m — маса наважки досліджуваного зразка, г;
 2 — коефіцієнт розділення екстракту робочої проби.

11.2.2 Розраховують масову концентрацію ω_i ДДТ та ДДД, у міліграмах на кілограм, за формулою:

$$\omega_i = \frac{[(h_{i1} \cdot V_1) - (h_{i2} \cdot V_2)] \cdot m_{i\text{CT}} \cdot 2}{h_{i\text{CT}} \cdot V_{\text{CT}} \cdot m}, \quad (3)$$

де h_{i1} — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі екстракту № 1 робочої проби, мм;
 h_{i2} — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі екстракту № 2 робочої проби, мм;
 $h_{i\text{CT}}$ — висота (площа) піка i -го пестициду на хроматограмі стандартного розчину ХОП, мм;
 $m_{i\text{CT}}$ — маса i -го пестициду, введеного у хроматограф зі стандартним розчином ХОП, нг;
 V_1, V_2 — об'єми упарених екстрактів № 1 та № 2 робочої проби, см³;
 V_{CT} — об'єм аліквоти стандартного розчину ХОП, введеної у хроматограф, мкл;
 m — маса наважки досліджуваного зразка, г;
 2 — коефіцієнт розділення екстракту проби.

11.2.3 Розраховують масову концентрацію $\omega_{\text{ДДЕ}}$, у міліграмах на кілограм, за формулою:

$$\omega_{\text{ДДЕ}} = \frac{[(h_1 \cdot V_1) - (h_x \cdot V_2)] \cdot m_{\text{CT}} \cdot 2}{h_{\text{CT}} \cdot V_{\text{CT}} \cdot m}, \quad (4)$$

де h_1 — висота (площа) піка ДДЕ на хроматограмі екстракту № 1 робочої проби, мм;
 V_1, V_2 — об'єми упарених екстрактів № 1 та № 2, робочої проби, см³;
 V_{CT} — об'єм аліквоти стандартного розчину ХОП, введений у хроматограф, мкл;
 h_{CT} — висота (площа) піка ДДЕ на хроматограмі стандартного розчину ХОП, мм;

- m — маса наважки досліджуваного зразка, г;
 $m_{\text{ст}}$ — маса ДДЕ, введеного у хроматограф зі стандартним розчином ХОП, нг;
 2 — коефіцієнт розділення екстракту проби;
 h_x — ступінь переходу ДДТ, ДДД у ДДЕ, який розраховують за формулою:

$$h_x = \frac{h_{\text{вп}2}}{k}, \quad (5)$$

- де $h_{\text{вп}2}$ — висота (площа) «вільного» піка на хроматограмі екстракту № 2 робочої проби, мм;
 k — коефіцієнт дегідрохлорування, який розраховують за формулою:

$$k = \frac{h_{\text{впустПХБ}}}{h_{\text{ДДЕуустПХБ}}}, \quad (6)$$

- де $h_{\text{вп у ст ПХБ}}$ — висота (площа) «вільного» піка на хроматограмі стандартного розчину ПХБ, мм;
 $h_{\text{ДДЕ у ст ПХБ}}$ — висота (площа) піка на хроматограмі стандартного розчину ПХБ з часом утримання, рівним часу утримання ДДЕ, мм.

11.2.4 Розраховують масову концентрацію $\omega_{\text{ПХБ}}$, у міліграмах на кілограм, за формулою:

$$\omega_{\text{ПХБ}} = \frac{\sum h_2 (\text{ДДТ} + \text{ВП} + \text{ДДД}) \cdot V_2 m_{\text{ст}} \cdot 2}{\sum h_{\text{стПХБ}} (\text{ДДТ} + \text{ВП} + \text{ДДД}) \cdot V_{\text{ст}} \cdot m}, \quad (7)$$

- де $\sum h_2$ — сума висот трьох піків (ДДТ, «вільного», ДДД) екстракту № 2 робочої проби на хроматограмі після лужного дегідрохлорування, мм;
 $\sum h_{\text{ст}}$ — сума висот трьох піків (ДДТ, «вільного», ДДД) на хроматограмі стандарту арохлору, мм;
 V_2 — об'єм упареного екстракту № 2 робочої проби після лужного дегідрохлорування, мкл;
 $m_{\text{ст}}$ — маса ПХБ, введеного у хроматограф зі стандартним розчином ПХБ, нг;
 $V_{\text{ст}}$ — об'єм аліквоти стандартного розчину ПХБ, введеного у хроматограф, мкл;
 m — маса наважки досліджуваного зразка, г;
 2 — коефіцієнт розділення екстракту проби.

11.3 Відносна похибка вимірювання не повинна перевищувати 15 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$. Остаточний результат округляють до третього десяткового знака.

Відносна похибка вимірювань, виконаних у двох різних лабораторіях, не повинна перевищувати 30 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

12 МЕТРОЛОГІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метрологічні характеристики методу газорідинної хроматографії визначання хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих біфенілів у риби, інших водних живих ресурсах та харчовій продукції з них за $P = 0,95$ наведені у таблиці 1.

Таблиця 1 — Метрологічні характеристики методу газорідинної хроматографії

Речовина	Границя виявлення	Середнє значення визначання	Відносна квадратична похибка одиничного вимірювання, S_n	Середня квадратична похибка результатів вимірювання середнього арифметичного, S_x	Систематична відносна похибка вимірювання, δ_Σ
α -ГХЦГ	від 0,003 мг/кг до 0,5 мг/кг	85,50 %	2,35 %	1,08 %	$\pm 4,90$ %
β -ГХЦГ	від 0,002 мг/кг до 0,5 мг/кг	85,70 %	10,4 %	3,07 %	$\pm 11,07$ %
γ -ГХЦГ	від 0,002 мг/кг до 0,5 мг/кг	62,60 %	6,88 %	3,08 %	$\pm 13,67$ %
Гептахлор	від 0,004 мг/кг до 0,5 мг/кг	80,54 %	6,5 %	4,02 %	$\pm 11,90$ %

Кінець таблиці 1

Речовина	Границя виявлення	Середнє значення визначання	Відносна квадратична похибка одиничного вимірювання, S_n	Середня квадратична похибка результатів вимірювання середнього арифметичного, S_x	Систематична відносна похибка вимірювання, δ_x
ДДД	від 0,009 мг/кг до 1,0 мг/кг	82,00 %	8,12 %	3,63 %	$\pm 12,30$ %
ДДТ	від 0,02 мг/кг до 2,0 мг/кг	70,25 %	5,85 %	2,92 %	$\pm 11,56$ %
ДДЕ	від 0,007 мг/кг до 1,0 мг/кг	69,60 %	8,17 %	3,66 %	$\pm 14,61$ %
Арохлор	від 0,05 мг/кг до 5,0 мг/кг	86,00 %	8,50 %	2,70 %	$\pm 8,05$ %

ДОДАТОК А
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ДГН 6.6.1.-6.5.001–98 Норми радіаційної безпеки України (НРБУ–97), затверджені постановою Головного державного санітарного лікаря України № 62 від 01.12.97 р.

2 ДСП 6.074.120–01 Основні санітарні правила протирадіаційного захисту України (ОСПУ), затверджені постановою Головного державного санітарного лікаря України № 120 від 28.12.2000 р.

3 Правила охорони праці при експлуатації електронно-обчислювальних машин, затверджених наказом Держнаглядохоронпраці від 10.02.99 № 21 та зареєстровані у Міністерстві юстиції України 17.06.99 за № 382/3675.

4 ДСН 3.3.6.042–99 Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень, затверджені постановою Головного державного санітарного лікаря України від 01.12.99 № 42.

5 ДНАОП 0.00-1.21–98 Правила безпечної експлуатації електроустановок споживачів, затверджені наказом Держнаглядохоронпраці 09.01.98 № 4 та зареєстровані у Міністерстві юстиції України 10.02.98 за № 93/2533.

6 ДНАОП 0.00-4.26–96 Положення про порядок забезпечення працівників спеціальним одягом, спеціальним взуттям та іншими засобами індивідуального захисту, затверджені наказом Держнаглядохоронпраці 29.10.96 № 170 та зареєстровані у Міністерстві юстиції України 18.11.96 за № 667/1692.

7 ДНАОП 0.00-1.07–94 Правила будови і безпечної експлуатації посудин, що працюють під тиском. Зміни, затверджені наказом Держнаглядохоронпраці 18.10.94 № 104 та 11.07.97 № 183.

8 ДНАОП 0.03-4.02–94 Положення про медичний огляд працівників певних категорій, затверджені наказом Міністерства охорони здоров'я України 31.03.94 № 45 та зареєстровані у Міністерстві юстиції України 21.06.94 за № 136/345.

УКНД 65.150

Ключові слова: риба, хлорорганічні пестициди, поліхлоровані біфеніли, метод газорідинної хроматографії.

Редактор **Ж. Волкова**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **І. Копацька**
Верстальник **Р. Дученко**

Підписано до друку 22.04.2007. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. Ціна договірна.

Відділ редагування нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2