
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(ЕАСС)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
(проект, первая
редакция)

**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ,
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ**

**Определение содержания диоксинов и диоксиноподобных
полихлорированных бифенилов методом хромато-масс-спектрометрии
высокого разрешения**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
---	------------------------------------	---

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений – в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ,
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ**

**Определение содержания диоксинов и диоксиноподобных
полихлорированных бифенилов методом хромато-масс-спектрометрии
высокого разрешения**

Food, feed and food raw materials

Determination of dioxin and dioxin-like PCB's by GC/HRMS

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье: мясо (все виды животных), в том числе мясо птицы, субпродукты, масло из коровьего молока, животный жир, рыбу, морских беспозвоночных, жир из рыбы и морских млекопитающих, корма, кормовые добавки и устанавливает метод хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения для идентификации и определения содержания 17 высокотоксичных полихлорированных дибензодиоксинов (ПХДД) и дибензофуранов (ПХДФ) в диапазоне измерений каждого конгенера от 0,000001 до 0,00003 мкг/кг.

Примечания

1 ПХДД: 2,3,7,8-ТХДД, 1,2,3,7,8-ПеХДД, 1,2,3,4,7,8-ГкХДД, 1,2,3,6,7,8-ГкХДД, 1,2,3,7,8,9-ГкХДД, 1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД, ОХДД конгенеры.

2 ПХДФ: 2,3,7,8-ТХДФ, 1,2,3,7,8-ПеХДФ, 2,3,4,7,8-ПеХДФ, 1,2,3,4,7,8-ГкХДФ, 1,2,3,6,7,8-ГкХДФ, 2,3,4,6,7,8-ГкХДФ, 1,2,3,7,8,9-ГкХДФ, 1,2,3,4,6,7,8-ГпХДФ, 1,2,3,4,7,8,9-ГпХДФ, ОХДФ конгенеры.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ

(проект, первая редакция)

ГОСТ 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.085-2002 Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 745–2014 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 7269–2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7631-2008 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей

ГОСТ 8285–91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13496.0–2016 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809.2–2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 31339–2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31467–2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети

Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на экстракции аналитов органическими растворителями, последовательной очистке экстракта с применением колоночной хроматографии на различных сорбентах и количественном анализе методом хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения с использованием суррогатных изотопно-меченых стандартов – аналогов определяемых соединений, вводимых в пробу на стадии подготовки проб.

Идентификацию аналитов в анализируемом образце проводят по временам удерживания конгенов и соотношениям площадей пиков на масс-хроматограммах их характеристических ионов. Количественное определение проводят методом внутреннего стандарта

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

4.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3 Приготовление и дозирование градуировочных растворов диоксинов и их изотопно-меченных аналогов, добавление стандартов к образцу, подготовку образца к анализу проводят под тягой в вытяжном шкафу.

4.4 Пробы, подготовленные к анализу, и растворы стандартных образцов, градуировочных и контрольных растворов, аттестованных смесей следует хранить в ампулах, закрытых завинчивающейся или запрессованной крышкой с тефлонированной резиновой прокладкой, прокалываемой микрошприцем.

4.5 При выполнении измерений с использованием хромато-масс-спектрометра следует соблюдать правила по электробезопасности по ГОСТ

ГОСТ

(проект, первая редакция)

12.1.019 и правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением по ГОСТ 12.2.085.

4.6 К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование, прошедшие соответствующий инструктаж, владеющие техникой хромато-масс-спектрометрии и изучившие инструкции по эксплуатации используемых приборов.

4.7 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха..... от 20 % до 80 %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, посуда и реактивы

5.1 Для определения содержания ПХДД/ПХДФ применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 200 г и пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг;

- пипетки одноканальные переменной вместимости 10–100 мм³, 40-200 мм³, 200–1000 мм³, 1-5 см³ с допустимой относительной погрешностью дозирования по изооктану, гексану, дихлорметану и ундекану не более ± 2 %;

- хромато-масс-спектрометр, позволяющий проводить измерения в диапазоне масс от 50 до 600 атомных единиц массы (а. е. м.), разрешением по шкале масс не более 1,0 а.е.м. в режиме ионизации электронным ударом или химической ионизации с детектированием отрицательно заряженных ионов;

- кварцевую капиллярную колонку длиной 30 или 60 м, диаметром 0,25 мм с неподвижной полярной фазой толщиной 0,25 мкм типов DB-5MS или VF-5MS или аналогичные;

- компьютер с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром и обработки результатов измерений;

- ротационный испаритель со скоростью вращения от 20 до 280 об/мин и температурным диапазоном нагревательной бани от 30 °С до 100 °С;

- экстрактор автоматический для ускоренной экстракции растворителями под давлением с температурой экстракции от 20 °С до 100 °С;

- модуль термостатируемый нагревательный с системой отдувки растворителей инертным газом и максимальной температурой термостатирования 250 °С;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 дм³;
- шейкер переворачивающий для колб и пробирок с частотой вращения до 100 об/мин;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- печь микроволновую для экспрессной подготовки проб мощностью не менее 800 Вт;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 250°С и погрешностью поддержания заданной температуры ± 5 °С;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С.
- экстракционные ячейки вместимостью 33 и 66 см³;
- виалы (флаконы) стеклянные, вместимостью 2 см³, с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками;
- флаконы стеклянные, вместимостью 60 см³, с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками
- фильтры бумажные диаметром 3,3 см;
- фильтры из стекловолокна диаметром 3,3 см;
- стекловату силанизированную;
- фольгу алюминиевую по ГОСТ 745;
- пипетки пастеровские;
- колбы круглодонные К-1-50-14/23 ТС, К-1-100-14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 1–100–1 по ГОСТ 1770;
- колбы со шлифом по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1–10 (100)–1 по ГОСТ 1770;
- эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336;
- аппарат Сокслета НЭТ-500 ТС по ГОСТ 25336;
- ступку, пестик по ГОСТ 9147.

5.2 Для определения содержания ПХДД/ПХДФ применяют следующие реактивы:

- азот газообразный по ГОСТ 9293, марки ос.ч.;

ГОСТ

(проект, первая редакция)

- ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.;
- гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты, марка А;
- дихлорметан, х.ч.;
- изопропанол, ос.ч.;
- н-гексан, х.ч.;
- нонан, х.ч.;
- натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166, х.ч.;
- кислоту серную концентрированную по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 см³;
- сорбент целит 545 с размером частиц 0,02 – 0,1 мм;
- осушитель диатомитовая земля;
- силикагель марки «60»;
- уголь активированный;
- толуол, ос.ч.

5.3 Для определения содержания ПХДД/ПХДФ применяют следующие изотопно-меченные суррогатные и внутренние стандарты ПХДД/ПХДФ

5.3.1 Раствор смеси изотопно-меченых по углероду ¹³C₁₂ конгенов ПХДД/ПХДФ в нонане (раствор LCS), с погрешностью содержания каждого компонента ± 10% (таблица 1).

Таблица 1 – Состав раствора LCS

Компонент	Массовая концентрация, нг/см ³	Компонент	Массовая концентрация, нг/см ³
2,3,7,8-ТХДД ¹³ C ₁₂	100	2,3,4,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	100
1,2,3,7,8-ПеХДД ¹³ C ₁₂	100	1,2,3,4,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	100
1,2,3,4,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	100	1,2,3,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	100
1,2,3,6,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	100	1,2,3,7,8,9-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	100
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	100	2,3,4,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	100
ОХДД ¹³ C ₁₂	200	1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	100
2,3,7,8-ТХДФ ¹³ C ₁₂	100	1,2,3,4,7,8,9-ГпХДД ¹³ C ₁₂	100
1,2,3,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	100	–	–

5.3.2 Раствор смеси внутренних стандартов 1,2,3,4 –ТХДД ¹³С₁₂ и 1,2,3,7,8,9 – ГкХДД ¹³С₁₂ в нонане (раствор ISS) массовой концентрацией каждого конгенера 200 нг/см³, с погрешностью содержания каждого компонента ± 10%.

5.3.3 Калибровочный стандарт, включающий 17 токсичных конгенов ПХДД/ПХДФ в нонане, с погрешностью содержания каждого компонента ± 10% (таблица 2).

Т а б л и ц а 2 – Состав калибровочного стандарта

Конгенер ПХДД/ПХДФ	Массовая концентрация, нг/см ³	Конгенер ПХДД/ПХДФ	Массовая концентрация, нг/см ³
2,3,7,8-ТХДД	400	2,3,4,7,8-ПеХДФ	2000
1,2,3,7,8-ПеХДД	2000	1,2,3,4,7,8-ГкХДФ	2000
1,2,3,4,7,8-ГкХДД	2000	1,2,3,6,7,8-ГкХДФ	2000
1,2,3,6,7,8-ГкХДД	2000	1,2,3,7,8,9-ГкХДФ	2000
1,2,3,7,8,9-ГкХДД	2000	2,3,4,6,7,8-ГкХДФ	2000
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД	2000	1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД	2000
ОХДД	4000	1,2,3,4,7,8,9-ГпХДД	2000
2,3,7,8-ТХДФ	400	ОХДФ	4000
1,2,3,7,8-ПеХДФ	2000	–	–

5.4 Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также вспомогательного оборудования, реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды

6.1.1 Мойку и сушку посуды проводят в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. Для сушки лабораторной посуды и подготовки реактивов необходимо использовать отдельные сушильные шкафы.

6.1.2 Стекланную посуду подвергают стандартной процедуре очистки лабораторной посуды с последующей последовательной промывкой органическими растворителями: толуолом (однократно), ацетоном (дважды).

ГОСТ

(проект, первая редакция)

6.1.3 Процедуру промывки органическими растворителями следует проводить в вытяжном шкафу. Рекомендуется на стадиях промывки использовать ультразвуковую баню. Окончательную сушку посуды проводят в сушильном шкафу, установленном в вытяжном шкафу, при температуре от 105 °С до 110 °С.

6.1.4 Стекловату промывают последовательно толуолом и ацетоном в ультразвуковой бане и затем сушат при температуре 200 °С на алюминиевой фольге в сушильном шкафу в течение 10–15 ч. Чистую вату хранят в герметичной стеклянной посуде.

6.1.5 Силикагель кондиционируют в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 10–15 ч. Хранят в колбе со шлифом.

6.1.6 Натрий сернокислый безводный высушивают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 10–15 ч, охлаждают в эксикаторе, хранят в колбе со шлифом не более 1 мес.

6.2 Подготовка реактивов

6.2.1 Приготовление импрегнированного силикагеля

В стеклянной колбе тщательно смешивают 60 г свежеприготовленного силикагеля (6.1.5) и 40 г концентрированной серной кислоты, затем ставят колбу в шейкер на 30 мин.

6.2.2 Активированный уголь промывают последовательной экстракцией в аппарате Сокслета толуолом в течение 24 ч, затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 150 °С в течение 5 ч.

6.2.3 Для фракционирования ПХДД/ПХДФ готовят 10 %-ную смесь свежеприготовленного активированного угля (6.2.2) на сорбенте селит.

6.2.4 Органические растворители обрабатывают не менее двух раз концентрированной серной кислотой и затем перегоняют в стеклянной лабораторной посуде.

6.2.5 Приготовление 5 %-ного (по объему) раствора дихлорметана в гексане

В мерной колбе вместимостью 100 см³ смешивают 5 см³ дихлорметана и 95 см³ гексана.

6.2.6 Приготовление 50%-ного (по объему) раствора дихлорметана в гексане

В мерной колбе вместимостью 100 см³ смешивают равные объемы дихлорметана и гексана.

6.2.7 Приготовление раствора гексана с изопропанолом в соотношении 1:1

В мерной колбе вместимостью 0.5 дм³ смешивают равные объемы гексана и изопропанола.

6.2.8 Приготовление раствора гексана с дихлорметаном в соотношении 1:1

В мерной колбе вместимостью 1 дм³ смешивают равные объемы гексана и дихлорметана.

Растворы приготовленные по 6.2.5-6.2.8 хранят в емкостях из темного стекла, снабженных притертой пробкой.

6.2.9 Приготовление рабочего раствора смеси изотопно-меченых по углероду ¹³C₁₂ конгенов ПХДД/ПХДФ в нонане (раствор LCS–1)

Для приготовления рабочего раствора LCS–1 в виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 800 мм³ нонана и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1). Массовые концентрации суррогатных стандартов в рабочем растворе (нг/см³) приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Массовые концентрации суррогатных стандартов в рабочем растворе.

Конгенер изотопно-меченый по углероду ¹³ C ₁₂	Массовая концентрация, нг/см ³	Конгенер изотопно-меченый по углероду ¹³ C ₁₂	Массовая концентрация, нг/см ³
2,3,7,8-ТХДД ¹³ C ₁₂	20	2,3,4,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	20
1,2,3,7,8-ПеХДД ¹³ C ₁₂	20	1,2,3,4,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20
1,2,3,4,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	20	1,2,3,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20
1,2,3,6,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	20	1,2,3,7,8,9-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20	2,3,4,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20
ОХДД ¹³ C ₁₂	40	1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20
2,3,7,8-ТХДФ ¹³ C ₁₂	20	1,2,3,4,7,8,9-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20
1,2,3,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	20	–	–

6.2.10 Приготовление рабочего раствора смеси изотопно-меченых внутренних стандартов (раствор ISS–1)

Для приготовления рабочего раствора ISS–1 в виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 900 мм³ нонана и 100 мм³ раствора ISS (см. 5.3.2).

ГОСТ

(проект, первая редакция)

Массовая концентрация 1,2,3,4-ТХДД $^{13}\text{C}_{12}$ и 1,2,3,7,8,9-ГкХДД $^{13}\text{C}_{12}$ составляет 20 нг/см³

6.2.11 Для каждой серии анализов необходимо использовать свежеприготовленные реактивы.

6.2.12 Каждую новую партию растворителей, сорбентов и материалов проверяют на отсутствие контаминации ПХДД/ПХДФ путем проведения холостого опыта в соответствии с процедурой анализа.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление градуировочного раствора G₁

В виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 790 мм³ нонана, 10 мм³ раствора калибровочного стандарта (см. 5.3.3) и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1).

6.3.2 Приготовление градуировочного раствора G₂

В виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 775 мм³ нонана, 25 мм³ раствора калибровочного стандарта (см. 5.3.3) и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1).

6.3.3 Приготовление градуировочного раствора G₃

В виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 750 мм³ нонана и 50 мм³ раствора калибровочного стандарта (см. 5.3.3) и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1).

6.3.4 Приготовление градуировочного раствора G₄

В виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 700 мм³ нонана, 100 мм³ раствора калибровочного стандарта (см. 5.3.3) и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1).

6.3.5 Приготовление градуировочного раствора G₅

В виалу вместимостью 2 см³ последовательно вносят 600 мм³ нонана, 200 мм³ раствора калибровочного стандарта (см. 5.3.3) и 200 мм³ раствора LCS (см. 5.3.1).

6.3.6 Массовые концентрации градуировочных растворов G₁–G₅ (нг/см³) приведены в таблице 4.

Таблица 4– Массовые концентрации градуировочных растворов G₁–G₅

Конгенер ПХДД/ПХДФ	Наименование и массовая концентрация градуировочного раствора, нг/см ³				
	G ₁	G ₂	G ₃	G ₄	G ₅
2,3,7,8-ТХДД	4	10	20	40	80
1,2,3,7,8-ПеХДД	20	50	100	200	400
1,2,3,7,8,9-ГкХДД	20	50	100	200	400
1,2,3,6,7,8-ГкХДД	20	50	100	200	400
1,2,3,4,7,8-ГкХДД	20	50	100	200	400

ГОСТ
(проект, первая редакция)

1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД	20	50	100	200	400
ОХДД	40	100	200	400	800
2,3,7,8-ТХДФ	4	10	20	40	80
2,3,4,7,8-ПеХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,7,8-ПеХДФ	20	50	100	200	400
2,3,4,6,7,8-ГкХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,7,8,9-ГкХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,6,7,8-ГкХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,4,7,8-ГкХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,4,7,8,9-ГпХДФ	20	50	100	200	400
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДФ	20	50	100	200	400
ОХДФ	40	100	200	400	800
2,3,7,8-ТХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,7,8-ПеХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,4,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,6,7,8-ГкХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
ОХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
2,3,7,8-ТХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
2,3,4,7,8-ПеХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,4,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,7,8,9-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
2,3,4,6,7,8-ГкХДФ ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20
1,2,3,4,7,8,9-ГпХДД ¹³ C ₁₂	20	20	20	20	20

ГОСТ

(проект, первая редакция)

6.3.7 Градуировочные растворы хранят в герметически закрытых виалах или ампулах при температуре от минус 18 °С до минус 24°С не более двух лет.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб мяса, субпродуктов – по ГОСТ 7269.

7.1.2 Отбор проб мяса и печени птицы – по ГОСТ 31467.

7.1.3 Отбор проб масла из коровьего молока по ГОСТ 26809.2.

7.1.4 Отбор проб животных жиров – по ГОСТ 8285.

7.1.5 Отбор проб рыбы и морепродуктов – по ГОСТ 31339.

7.1.6 Отбор проб жира из рыбы и морских млекопитающих – по ГОСТ 7631.

7.1.7 Корма, кормовые добавки – по ГОСТ 13496.0.

Пробы, отобранные по 7.1.1, 7.1.2, 7.1.5 при отсутствии возможности анализа в день отбора замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа, но не более двух мес.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Мышечную ткань предварительно очищают от грубой соединительной ткани. Мясо, субпродукты измельчают на гомогенизаторе. Отделяют голову и внутренности рыбы, у мелких ракообразных – голову и кишечный канал, оставляя панцирь и измельчают на гомогенизаторе. Пробы рыбьего и животного жиров, масла из коровьего молока используют без подготовки.

7.2.2 Для проведения ускоренной экстракции растворителями необходимо учитывать содержание жира в анализируемой пробе. Для определения содержания сырого жира растирают в фарфоровой чашке 5-10 г пробы с 15-20 г сернокислого безводного натрия до получения однородной сыпучей массы. Полученную смесь помещают в экстракционную ячейку вместимостью 33 см³, заполненную согласно рисунку 1.

1 Фильтр бумажный
2 Натрий сернокислый безводный 2 г
3 Подготовленная проба (см.7.2.2)
4 Натрий сернокислый безводный до края экстракционной ячейки
5 Фильтр бумажный

Рисунок 1 – Схема заполнения экстракционной ячейки

7.2.3 Заполненную ячейку помещают в экстрактор, устанавливая параметры экстракции в соответствии с таблицей 5.

Т а б л и ц а 5– Параметры экстракции ПХДД/ПХДФ

Параметры	Условия
Температура, °С	120
Время нагревания, мин	5
Количество циклов	2
Растворитель	н-гексан/изопропанол (см.6.2.7)
Давление, МПа	10
Время термостатирования, мин	15
Объем растворителя от вместимости ячейки, %	50
Вместимость ячейки, см ³	33
Время продувки азотом, с	100

7.2.4 Полученный экстракт количественно переносят из приемного флакона экстрактора в предварительно высушенную до постоянной массы круглодонную колбу вместимостью 100 см³ и упаривают на ротационном испарителе при температуре 60 °С досуха. Затем помещают колбу в сушильный шкаф и высушивают при температуре от 100 °С до 105 °С до постоянной массы. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

Содержание сырого жира C , %, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100}{M_n} \quad (1)$$

где M_1 – масса колбы с экстрактом жира, высушенной до постоянной массы, г;

M_2 – масса пустой колбы, высушенной до постоянной массы, г;

M_n – масса анализируемой пробы, г.

7.2.5 Для анализа проб, содержащих не более 0,5% жира и влажностью не более 15%, гомогенат пробы массой 6–10 г растирают в фарфоровой ступке с 18–22 г осушителя диатомитовая земля до получения сыпучей смеси и используют для ускоренной экстракции.

Для проб влажностью более 15% гомогенат пробы массой 6–10 г растирают в фарфоровой ступке с 18–22 г осушителя диатомитовая земля и высушивают в микроволновой печи в течение 2–3 мин. Высушенную пробу повторно растирают до однородного состояния и используют для ускоренной экстракции.

ГОСТ

(проект, первая редакция)

7.2.6 Полученную смесь помещают в экстракционную ячейку вместимостью 66 см³, заполненную согласно рисунку 2

1	Фильтр бумажный
2	Силикагель 4 г
3	Силикагель импрегнированный серной кислотой (см. 6.2.1) 4 г
4	Силикагель 2 г
5	Силикагель импрегнированный серной кислотой (см. 6.2.1) 4 г
6	Силикагель 2 г
7	Силикагель импрегнированный серной кислотой (см. 6.2.1) 4 г
8	Фильтр из стекловолокна
9	Подготовленная проба (см. 7.2.5)
10	10 мм ³ раствора LCS- 1 концентрацией 20 (см.6.2.9)
11	Осушитель диатомитовая земля до края экстракционной ячейки
12	Фильтр бумажный

Рисунок 2 – Схема заполнения экстракционной ячейки вместимостью 66 см³

7.2.7 Взвешивание компонентов при заполнении экстракционных ячеек проводят непосредственно в экстракционной ячейке последовательно согласно схемам их заполнения.

7.2.8 Заполненную экстракционную ячейку помещают в экстрактор, устанавливая параметры экстракции в соответствии с таблицей 6

Т а б л и ц а 6 – Параметры экстракции ПХДД/ПХДФ

Параметры	Условия
Температура, °С	100
Время нагревания, мин	10
Количество циклов	2
Растворитель	н-гексан/дихлорметан (см.6.2.8)
Давление, МПа	10
Время термостатирования, мин	5
Объем растворителя от вместимости ячейки, %	60
Вместимость ячейки, см ³	66
Время продувки азотом, с	100

7.2.9 Полученный экстракт количественно переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 см³ и упаривают на ротационном испарителе при температуре от 35°C до 37 °С до объема от 1 до 2 см³.

7.2.10 Для очистки (фракционирования) экстракта на дно пастеровской пипетки помещают стекловату (см. 6.1.4), затем насыпают 10 %-ную смесь активированного угля на сорбенте (см.6.2.3) на высоту (10±1) мм. Сверху укрепляют сорбент слоем стекловаты (см. 6.1.4).

7.2.10 Подготовленную колонку промывают последовательно по одному объему колонки, толуолом, дихлорметаном, 5 %-ным раствором дихлорметана в гексане (см. 6.2.5).

7.2.11 Пипеточным дозатором количественно переносят экстракт из выпарительной колбы на колонку (при элюировании через колонку вакуум или избыточное давление не применяют). Колбу дополнительно обмывают 1 см³ 5 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.5), отбирают пипеточным дозатором раствор и наносят на колонку. Промывают колонку последовательно, один раз 1 см³ 50 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.6) и два раза по 3 см³ 50 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.6). Промывные фракции удаляют.

7.2.12 Колонку промывают в обратном направлении 2 см³ 50 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.6) и 15 см³ толуола, собирая элюаты в круглодонную колбу вместимостью 50 см³ (при обратном элюировании через колонку вакуум или избыточное давление не применяют). Объединенный элюат упаривают на ротационном испарителе при температуре 55 °С до объема от 0,1 до 0,3 см³. Затем к экстракту приливают 1 см³ гексана и очищают на колонке с силикагелем, импрегнированным серной кислотой.

Для этого на дно пастеровской пипетки помещают стекловату (см. 6.1.4) и затем четыре слоя сорбента (высота каждого слоя 1 см): силикагель (см. 6.1.5), силикагель импрегнированный серной кислотой (см. 6.2.1), силикагель (см.6.1.4), силикагель импрегнированный серной кислотой (см. 6.2.1). Верхний слой сорбента укрепляют стекловатой.

Подготовленную колонку промывают последовательно по одному объему колонки дихлорметаном и 5 %-ным раствором дихлорметана в гексане (см.6.2.5). Промывные фракции удаляют.

7.2.13 Затем через колонку в новую круглодонную колбу вместимостью 50 см³ пропускают фракцию ПХДД/ПХДФ. Колбу с экстрактом дополнительно

ГОСТ

(проект, первая редакция)

обмывают 1 см³ 5 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.5), отбирают раствор и наносят на колонку. Элюируют ПХДД/ПХДФ 10 см³ 5 %-ного раствора дихлорметана в гексане (см.6.2.5). Полученный элюат упаривают на ротационном испарителе при температуре 35 °С до объема от 0,5 до 1,0 см³. Остаток количественно переносят в стеклянную виалу вместимостью 2 см³ и отдувают в термостатируемом нагревательном модуле в токе азота при температуре 20 °С до конечного объема 100 мм³. Пипеточным дозатором вносят 20 мм³ раствора ISS–1 (см.6.2.10) и отдувают в термостатируемом нагревательном модуле в токе азота до 50 мм³. Полученный экстракт используют для хромато-масс-спектрометрического анализа.

8 Порядок выполнения анализа

8.1 Параметры хроматографических измерений

8.1.1 Хромато-масс-спектрометр включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры, рекомендуемые изготовителем капиллярных колонок.

8.1.2 Например, для кварцевой капиллярной колонки длиной 30 или 60 м, диаметром 0,25 мм, с неподвижной полярной фазой толщиной не более 0,25 мкм устанавливают следующие параметры:

- а) газ-носитель – гелий со скоростью потока 1,2 см³/мин;
- б) параметры работы инжектора:
 - 1) температура инжектора – 280 °С;
 - 2) режим деления потока – без деления;
 - 3) задержка продувки инжектора – 2 мин;
- в) температурная программа колонки:
 - 1) начальная температура – 110 °С,;
 - 2) изотерма – 3,0 мин;
 - 3) программируемый нагрев до 200 °С со скоростью 20,0 °С/мин;
 - 4) изотерма – 10 мин;
 - 5) программируемый нагрев до 310 °С со скоростью 4 °С/мин,
 - 6) общее время анализа 60 мин.
- г) режим масс-спектрометра:
 - а) температура интерфейса – 280 °С
 - б) температура ионного источника – 280 °С.

8.1.3 Масс-спектрометрический анализ проводят в режиме селективного сканирования характеристических ионов аналитов. Значения масс характеристических ионов, используемых в анализе, приведены в таблице 7.

Т а б л и ц а 7 – Значения масс характеристических ионов

Анализируемые конгенеры ПХДД/ПХДФ	Точная масса иона, m/z	Тип иона
ТХДФ	303,9016	М
	305,8987	М + 2
ТХДФ ¹³ C ₁₂	315,9419	М
	317,9389	М + 2
ТХДД	319,8965	М
	321,8936	М + 2
ТХДД ¹³ C ₁₂	331,9368	М
	333,9339	М + 2
ПеХДФ	339,8597	М + 2
	341,8567	М + 4
ПеХДФ ¹³ C ₁₂	351,9000	М + 2
	353,8970	М + 4
ПеХДД	355,8546	М + 2
	357,8516	М + 4
ПеХДД ¹³ C ₁₂	367,8949	М + 2
	369,8919	М + 4
ГкХДФ	373,8208	М + 2
	375,8178	М + 4
ГкХДФ ¹³ C ₁₂	383,8639	М
	385,8610	М + 2
ГкХДД	389,8157	М + 2
	391,8127	М + 4
ГкХДД ¹³ C ₁₂	401,8559	М + 2
	403,8529	М + 4
ГпХДФ	407,7818	М + 2
	409,7789	М + 4
ГпХДФ ¹³ C ₁₂	417,8253	М
	419,8220	М + 2
ГпХДД	423,7766	М + 2
	425,7737	М + 4
ГпХДД ¹³ C ₁₂	435,8169	М + 2
	437,8140	М + 4
ОХДФ	441,7428	М + 2
	443,7399	М + 4
ОХДД	457,7377	М + 2
	459,7348	М + 4
ОХДД ¹³ C ₁₂	469,7779	М + 2
	471,7750	М + 4

ГОСТ

(проект, первая редакция)

8.1.4 Контроль чувствительности хромато-масс-спектрометра осуществляют введением в инжектор хроматографа 1 мм³ градуировочного раствора G₁ (см. 6.3.1). Полученное соотношение сигнал/шум для ТХДД должно быть не менее 10.

8.2 Построение градуировочной характеристики

8.2.1 Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в каждой серии анализов с помощью программного обеспечения хромато-масс-спектрометрической системы.

8.2.2 Градуировка заключается в определении времен удерживания и факторов отклика анализируемых конгенов ПХДД/ПХДФ. Градуировка выполняется путем анализа смесей градуировочных растворов G₁– G₅ (см. 6.3.5).

8.2.3 Для оценки фона (чистоты аналитической системы) перед началом работы в инжектор хроматографа вносят 1 мм³ нонана и записывают масс-хроматограмму. На хроматограмме не должно присутствовать пиков ПХДД/ПХДФ.

8.2.4 Проводят измерения градуировочных растворов G₁–G₅, в порядке возрастания их концентраций в условиях приведенных в 8.1.2. Каждый градуировочный раствор измеряют два раза.

Записывают масс-хроматограмму каждого раствора и с помощью программы обработки, по сигналам характеристических ионов и соответствующих суррогатных стандартов определяют времена удерживания и площади пиков, соответствующие каждому анализируемому конгенеру.

8.2.5 Для каждого градуировочного раствора определяют относительный фактор отклика (RRF)_n каждого индивидуального конгенера ПХДД/ПХДФ относительно соответствующего изотопно-меченого конгенера суррогатного стандарта, который рассчитывают по формуле

$$RRF_n = \frac{S_{ns} \cdot m_{is}}{S_{is} \cdot m_{ns}}, \quad (2)$$

где S_{ns} – площадь пика конгенера ПХДД/ПХДФ в градуировочном растворе;

m_{is} – масса соответствующего изотопно-меченого конгенера суррогатного стандарта в градуировочном растворе, нг;

S_{is} – площадь пика соответствующего изотопно-меченого конгенера суррогатного стандарта в градуировочном растворе;

m_{ns} – масса конгенера ПХДД/ПХДФ в градуировочном растворе, нг.

При наличии линейности детектирования вариация значения относительного фактора отклика (RRF) не должна превышать ± 20 % для всех градуировочных растворов.

8.2.6 При построении градуировочной характеристики используют линейную регрессию, которую считают приемлемой, если рассчитанное программным обеспечением значение квадрата коэффициента корреляции для калибровочной кривой каждого конгенера должно быть не менее 0,98. Построение градуировочной характеристики проводят при каждой серии измерений заново

8.3 Проведение анализа

8.3.1 Для определения ПХДД/ПХДФ в инжектор хроматографа вводят 1,0 мм³ анализируемого экстракта, подготовленного по 7.2 и проводят анализ в условиях, указанных в 8.1.

8.2 Проводят не менее двух определений для каждой анализируемой пробы.

8.3 Времена удерживания конгенеров ПХДД/ПХДФ определяют при анализе градуировочных растворов. Для коррекции систематических сдвигов времен удерживания нативных конгенеров при обработке хроматограмм, в качестве реперных пиков используют соответствующие изотопно-меченые конгенеры ПХДД/ПХДФ.

8.4 Допустимое относительное отклонение абсолютных времен удерживания нативных конгенеров от абсолютных времен удерживания их изотопно-меченых аналогов не должно превышать 0,15 %.

8.5 Отклонения значений относительных времен удерживания конгенеров ПХДД/ПХДФ, полученных при анализе экстракта пробы, от значений относительных времен удерживания, полученных при анализе градуировочных растворов ПХДД/ПХДФ, не должны отличаться более чем на 0,002 относительных единиц.

8.6 Соотношение интенсивностей характеристических ионов на вершине пиков не отличается более чем на 15 % от значений, приведенных в таблице 8.

Т а б л и ц а 8 – Допустимый интервал соотношений площадей пиков характеристических ионов.

ГОСТ
(проект, первая редакция)

Конгенер	Измеряемое соотношение площадей пиков ионов	Допустимый интервал соотношений площадей указанных пиков ионов
ТХДФ, ТХДД	$M / (M + 2)$	0,65 – 0,89
ПеХДФ, ПеХДД	$(M + 2) / (M + 4)$	1,32 – 1,78
ГкХДФ, ГеХДД	$(M + 2) / (M + 4)$	1,05 – 1,43
ГпХДФ, ГпХДД	$(M + 2) / (M + 4)$	0,88 – 1,20
ОХДФ, ОХДД	$(M + 2) / (M + 4)$	0,76 – 1,02

Анализ экстрактов проводят согласно 8.3. Вычисляют отношение площадей хроматографических пиков на масс-хроматограммах ионов M1 и M2, регистрируемых для каждого определяемого соединения и внутреннего стандарта и сравнивают его с значением приведенным в таблице 8. Это отношение должно находиться в пределах допустимого интервала. Если время удерживания данного компонента совпадает с временем удерживания соответствующего изотопно-меченого внутреннего стандарта и отношение площадей пиков лежит в указанных пределах, то этот конгенер ПХДД/ДФ в данной пробе считается идентифицированным.

9 Обработка результатов

Массовую концентрацию идентифицированных конгенов ПХДД/ДФ в экстракте анализируемой пробы C_i , нг/кг, рассчитывают по формуле:

$$C_i = \frac{S_n \cdot m_i}{S_i \cdot RRF_n \cdot M}, \quad (3)$$

где: S_n – площадь пика конгенера ПХДД/ПХДФ;

m_i – количество введенного изотопно-меченого стандарта, нг;

S_i – площадь пика соответствующего конгенера изотопно-меченого суррогатного стандарта ПХДД/ПХДФ;

RRF_n – относительный фактор отклика для индивидуального конгенера ПХДД/ПХДФ, рассчитанный по формуле (2);

M – масса пробы, взятой для анализа, кг.

Коэффициент извлечения конкретного конгенера изотопно-меченого стандарта $(REC)_s$ рассчитывают по формуле

$$REC_S = \frac{S_{sur} \cdot m_r}{S_r \cdot m_s \cdot RRF_{sr}}, \quad (4)$$

где: S_{sur} – площадь пика конкретного конгенера изотопно-меченого суррогатного стандарта на хроматограмме анализируемой пробы;
 m_r – количество введенного в анализируемую пробу изотопно-меченого внутреннего стандарта, нг;
 S_r – площадь пика конкретного конгенера изотопно-меченого внутреннего стандарта на хроматограмме анализируемой пробы;
ПХДД/ДФ на хроматограмме анализируемого образца;
 m_s – количество введенного в анализируемую пробу изотопно-меченого суррогатного стандарта, нг;
 RRF_{sr} – относительный фактор отклика для индивидуального конгенера изотопно-меченого стандарта, рассчитываемый из градуировочного раствора по формуле

$$RRF_{sr} = \frac{S_{surs} \cdot m_{rs}}{S_{rs} \cdot m_{surs}}, \quad (5)$$

где: S_{surs} – площадь пика индивидуального конгенера изотопно-меченого суррогатного стандарта на хроматограмме градуировочного раствора;
 m_{rs} – массовая доля изотопно-меченого внутреннего стандарта в градуировочном растворе, нг;
 S_{rs} – площадь пика индивидуального конгенера изотопно-меченого внутреннего стандарта на хроматограмме градуировочного раствора;
 m_{surs} – массовая доля изотопно-меченого суррогатного стандарта в градуировочном растворе, нг.

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания ПХДД/ПХДФ с расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата $k = 2$ и доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 9 – Показатели точности и прецизионности метода при проведении измерений содержания ПХДД/ПХДФ

ГОСТ
(проект, первая редакция)

Аналит	Диапазон измерений массовой доли, нг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности, Δ , % при коэффициенте охвата $k=2$, $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , %
Индивидуальные конгенеры ПХДД/ПХДФ	От 0,5 до 20 включ.	84	21	42	58
	Св. 20 до 400 включ.	56	14	28	39
	Св. 400 до 1000 включ.	32	8	16	22

11 Оформление результатов измерений

Результаты измерений ПХДД/ДФ округляют до второго десятичного знака и выражают в нг/кг ТЭК ВОЗ (в соответствии с ТЭФ ВОЗ для каждого конгенера указанных в приложении А).

Для выражения концентрации ПХДД/ДФ в ТЭК ВОЗ, полученные значения массовой доли конгенов в нг/кг умножают на соответствующий ТЭФ ВОЗ. Результаты определения ПХДД/ДФ выражают суммой массовых долей конгенов в нг/кг ТЭК ВОЗ округленной до второго десятичного знака.

Сумму массовых долей ПХДД/ДФ в нг/кг ТЭК ВОЗ принимают за окончательный результат.

Результаты определения ПХДД/ДФ представляют с указанием массовой доли и границ погрешности (расширенной неопределенности) в нг/кг ТЭК ВОЗ

$$\sum(C_i \cdot TEF_i) \pm \Delta_{H2} / k_2 TЭКВОЗ, \quad (6)$$

где C_i – концентрация конгенера ПХДД/ПХДФ в пробе, нг/кг;

TEF_i – коэффициент эквивалентной токсичности конгенера ПХДД/ДФ;

Δ – расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2 (границы погрешности при $P=0,95$) результатов количественного определения суммы ПХДД/ПХДФ указанная в таблице 9.

12 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль качества измерений обеспечивается выполнением следующих условий:

- анализ проб проводят сериями. Каждая серия включает до 10 проб, одну из которых анализируют дважды, и холостой образец;

- оперативный контроль точности и правильности измерений обеспечивается анализом изотопно-меченых суррогатных стандартов – аналогов определяемых веществ, вводимых в каждую пробу на стадии ее подготовки.

Допускаемые критерии качества анализа:

- содержание индивидуальных конгенов ПХДД/ДФ в холостом образце менее 1 пг;

- отклонение результатов при анализе дубликатов (предел повторяемости, г, %, при $P = 0,95$) – не более ± 25 % от среднего значения;

- значения величины извлечения конгенов (REC)s находятся в диапазоне 50 % - 110 %;

- чувствительность прибора определяют после каждой настройки прибора путем анализа градуировочного раствора G_1 , приемлемый критерий качества – соотношение сигнал шум больше 10:1;

- линейность калибровки инструмента определяют по анализу пяти градуировочных растворов. Допустимое стандартное отклонение рассчитанного относительного фактора отклика (RFF)_n должно быть меньше 20%.

При невыполнении любого из перечисленных условий принимают меры по выявлению причин и повторяют анализ проб.

Диоксиновый эквивалент токсичности (ТЭК ВОЗ)* конгенов ПХДД/ПХДФ
и диоксиноподобных ПХБ

Конгенер	ТЕК ВОЗ
Дибензодиоксины:	
2,3,7,8-ТХДД	1,0000
1,2,3,7,8-ПеХДД	1,0000
1,2,3,4,7,8-ГеХДД	0,1000
1,2,3,6,7,8-ГеХДД	0,1000
1,2,3,7,8,9-ГеХДД	0,1000
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДД	0,0100
ОХДД	0,0003
Дибензофураны:	
2,3,7,8-ТХДФ	0,1000
1,2,3,7,8-ПеХДФ	0,0300
2,3,4,7,8-ПеХДФ	0,3000
1,2,3,4,7,8-ГеХДФ	0,1000
1,2,3,6,7,8-ГеХДФ	0,1000
1,2,3,7,8,9-ГеХДФ	0,1000
2,3,4,6,7,8-ГеХДФ	0,1000
1,2,3,4,6,7,8-ГпХДФ	0,0100
1,2,3,4,7,8,9-ГпХДФ	0,0100
ОХДФ	0,0003

*Диоксиновый эквивалент токсичности (ТЭК ВОЗ) конгенов ПХДД/ПХДФ и диоксиноподобных ПХБ – значение, выраженное в относительных величинах токсичности, установленных Всемирной организацией здравоохранения.

67.050
67.100.20
67.120.10
67.120.20
67.120.30
67.200.10

Ключевые слова: пищевые продукты, продовольственное сырье, корма, кормовые добавки, метод определения содержания ПХДД/ПХДФ с помощью хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения

Руководитель разработки:

Зам. директора ФГБУ «ВГНКИ»

А.А. Комаров

Исполнители:

Нач. отдела контроля за содержанием стойких органических загрязняющих веществ в кормах и продовольственном сырье

В.В. Овчаренко

Ст. н.с. отдела контроля за содержанием стойких органических загрязняющих веществ в кормах и продовольственном сырье

А.И. Кожушкевич

Вед. специалист сектора технического регулирования и стандартизации

А.В. Беляцкая

Вед. специалист сектора технического регулирования и стандартизации

А.В. Полетаева