ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (РОСГИДРОМЕТ)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.18.668—2005

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Определение массовой доли индивидуальных конгенеров полихлорбифенилов в пробах биоматериала Методика выполнения измерений методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Москва
Метеоагентство Росгидромета
2006

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН	РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Научно-производственное объединение "Тайфун" (ГУ НПО "Тайфун")
2 РАЗРАБОТЧИКИ	Д.П.Самсонов, Г.В.Черник, Л.Б.Алексеева, Г.А.Мошкарова, В.В.Прилагова.
3 УТВЕРЖДЕН	Заместителем руководителя Росгидромета от 12.12.2005
4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ	№ 1.18-2005 выдано ГУ НПО "Тайфун" 14.03.2005
5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН	ГУ "ЦКБ ГМП" за номером РД 52.18.668-2005 от 28.12.2005
6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ	

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
3 Характеристики погрешности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . 2
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды 6
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 6
9 Подготовка к выполнению измерений 6
9.1 Отбор и хранение проб 6
9.2 Приготовление рабочих растворов 7
9.3 Подготовка активированного силикагеля 8
9.4 Очистка растворителей 8
9.5 Подготовка проб к анализу 9
9.6 Экстракция ПХБ из проб 9
9.7 Концентрирование экстрактов 10
9.8 Очистка экстрактов от липидов 11
9.9 Очистка экстрактов на мультислойных колонках 12
9.10 Очистка экстрактов на силикагеле 13
9.11 Условия хранения рабочих растворов ПХБ и реактивов и экстрактов анализируемых проб 14
10 Выполнение измерений 14
10.1 Подготовка аппаратуры 14
10.2 Условия хроматографического измерения 14
10.3 Получение хроматограммы 15
10.4 Проверка линейного диапазона детектирования 15
10.5 Вычисление результатов измерений 16
11 Контроль точности результатов измерений 17
ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное) Номенклатура ПХБ 19
Библиография 25

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Определение массовой доли индивидуальных конгенеров полихлорбифенилов в пробах биоматериала Методика выполнения измерений методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Дата введения — 2006-06-01

1 Область применения

1.1 Настоящие методические указания устанавливают методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли индивидуальных конгенеров (далее — конгенеры) полихлорбифенилов (ПХБ) (дихлорбифенилов, трихлорбифенилов, тетрахлорбифенилов, пентахлорбифенилов, гексахлорбифенилов, гептахлорбифенилов, октахлорбифенилов, нонахлорбифенилов) в пробах биоматериала в диапазоне от 0,1 до 500 мкг/кг методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с использованием капиллярной колонки.

Примечание — Верхний предел диапазона измерений может быть увеличен путем разбавления экстрактов органическими растворителями.

1.2 Настоящие методические указания предназначены для использования в лабораториях, осуществляющих наблюдения за загрязнением объектов окружающей среды остаточными количествами стойких органических загрязнений.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

Примечание — Ссылки на остальные стандарты приведены в разделе 4.

3 Термины и определения

В настоящих методических указаниях применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **проба биоматериала (далее — проба):** Проба органов или тканей живых организмов.

3.2 **гомогенизированная проба:** Проба, измельченная до однородного состояния.

3.3 **анализируемая матрица:** Вещество пробы, взятой на анализ.

3.4 **суррогатный стандарт:** Конгенеры, раствор которых вводится в навеску пробы перед экстракцией для определения степени извлечения ПХБ.

3.5 **рабочие растворы смеси ПХБ:** Растворы смеси конгенеров ПХБ, которые используются при анализе экстрактов проб для расчета массовой доли анализируемых конгенеров, проверки времен удерживания и линейного диапазона детектирования.

3 Характеристики погрешности измерений

При соблюдении всех регламентируемых МВИ условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерений с вероятностью P=0,95 не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли индивидуальных конгенеров ПХБ, мкг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/кг	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/кг	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики) ±Δ, мкг/кг	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, мкг/кг
От 0,10 до 1,0 включ.	0,75 • X*	0,75 • X	1,50 • X	2,08 • X
Св.1,0 до 20,0 включ.	0,40 • X	0,40 • X	0,80 • X	1,11 • X
Св.20 до 100 включ.	0,30 • X	0,30 • X	0,60 • X	0,83 • X
Св.100 до 500 включ.	0,20 • X	0,20 • X	0,40 • X	0,55 • X

*X - измеренное значение массовой доли конгенера.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

4.1 При выполнении измерений массовой доли конгенеров ПХБ применяют следующие средства измерений:

- газовый хроматограф, позволяющий работать с капиллярными колонками, с инжектором splitless, с детектором по типу электронного захвата и оснащенный компьютерной системой обработки данных (далее — газовый хроматограф);

– капиллярные хроматографические колонки длиной не менее 25 м и внутренним диаметром от 0,25 до 0,32 мм с неподвижной жидкой фазой типа DB-5 или DB-1;

– микрошприцы типа Hamilton вместимостью 10×10^{-3} см^3;

– весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 510 г и пределом допустимой погрешности не более ±100 мг — ГОСТ 24104-2001;

– весы лабораторные специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и пределом допустимой погрешности не более ±1,0 мг — ГОСТ 24104-2001;

– цилиндры исполнения 3, вместимостью 25, 50, 100, 250 см^3 — ГОСТ 1770-74;

– колбы исполнения 2 , вместимостью 50, 100, 500, 1000 см^3, 2 класса точности — ГОСТ 1770-74;

– пипетки типа 1, исполнения 1, 1 класса, вместимостью 2, 5, 10 см^3 — ГОСТ 29227-91;

– термометр ртутный стеклянный лабораторный с диапазоном измерения от 0 °С до 150 °С с ценой деления 1 °С;

– пробирки исполнения 2 номинальной вместимостью 10 см^3 — ГОСТ 1770-74.

Примечание — Допускается применение средств измерений другого типа, обеспечивающих необходимую точность измерений.

4.2 При выполнении измерений массовой доли конгенеров ПХБ применяют следующие вспомогательные устройства:

– колонки стеклянные длиной от 400 до 410 мм и внутренним диаметром (10±5) мм, оборудованные стеклянным или тефлоновым краном производства фирмы Supelco;

– колонки стеклянные длиной от 400 до 410 мм и внутренним диаметром (30±5) мм, снабженные пористым дном и резервуаром, оборудованные тефлоновым краном;

– колонки стеклянные длиной от 200 до 210 мм и внутренним диаметром (14±5) мм;

– колонки стеклянные длиной от 500 до 510 мм и внутренним диаметром (30±5) мм;

– колбы конические типа Кн исполнения 1, номинальной вместимостью 100, 250, 500 см^3 — ГОСТ 25336-82;

– воронки типа ВД исполнения 1, номинальной вместимостью 25 см^3, исполнения 3 номинальной вместимостью 100, 250 см^3 — ГОСТ 25336-82;

– аппарат Сокслет 45/40 250 или производства фирмы Supelco;

– насадка типа НЭТФ, номинальной вместимостью 500 см^3 — ГОСТ 25336-82;

– стаканы типа В исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100, 250, 400 см — ГОСТ 25336-82;

– стаканчики для взвешивания типа СВ (далее — бюксы) — ГОСТ 25336-82;

- воронки типа В, диаметром 36 мм, высотой 80 мм; диаметром 56 мм, высотой 80 мм; диаметром 75 мм, высотой 110 мм; диаметром 100 мм, высотой 150 мм — ГОСТ 25336-82;
- колбы типа К исполнения 1, номинальной вместимостью 250, 500 $см^3$ — ГОСТ 25336-82;
- чашка выпарительная №5 номинальной вместимостью 250 $см^3$ — ГОСТ 9147-80;
- эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 250 мм — ГОСТ 25336-82;
- баня водяная — ТУ 64-1-2850-76;
- аппарат для встряхивания проб типа АВУ-1 — ТУ 64-1-2451-72;
- ротационный испаритель ИР-1 М2 — ТУ 25-1173.102-84;
- микроизмельчитель тканей, напряжение от 220 до 240 В, частота — 50 Гц, мощность — 300 Вт ;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева 200 °С;
- плитка электрическая с закрытой спиралью мощностью 800 Вт;
- электропечь муфельная с максимальной температурой нагрева 900 °С.

Примечание — Допускается применение вспомогательных устройств другого типа, обеспечивающих необходимую точность измерений.

4.3 При выполнении измерений массовой доли конгенеров ПХБ применяют следующие материалы и реактивы:

- азот газообразный, о.с.ч. — ГОСТ 9293-74;
- ацетон о.с.ч., ТУ-6-09-3513-86;
- н-гексан, SupraSolv производства фирмы E.Merk, каталожный номер 104371;
- изооктан, SupraSolv производства фирмы E.Merk, каталожный номер 115440;
- дихлорметан, х.ч., ТУ 6-09-06-856-71, перегнанный;
- эфир этиловый, производства фирмы E.Merk, каталожный номер 100921;
- метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77;
- кислота серная, о.с.ч. — ГОСТ 4204-77;
- натрий сернокислый безводный (далее — натрий сернокислый), х.ч. — ГОСТ 4166-76;
- натрий хлористый, х.ч. — ГОСТ 4233-77;
- натрий углекислый кислый, х.ч. — ГОСТ 4201-79;
- гидроксид натрия, х.ч. — ГОСТ 4328-77;
- силикагель Kieseigel 60, 70-230 мкм — производства фирмы E:Merk;
- сорбент Bio-Beads S-X3 200-400 mesh производства фирмы Bio-Rad Laboratories;
- вода дистиллированная — ГОСТ 6709-72;
- бумага индикаторная универсальная, pH 0-12, производство фирмы ЛАХЕМА, Чехия;
- вата медицинская гигроскопическая — ГОСТ 5556-81, обезжиренная (промытая ацетоном и гексаном);
- волокнистый кварцевый материал — ТУ 6-11-15-191-81;

- бумага фильтровальная лабораторная — ГОСТ 12026-76;
- аттестованный раствор смеси конгенеров ПХБ в нонане BP-MS, приготовленный в соответствии с ГОСТ Р ИСО 9001-2001 с массовой долей каждого конгенера $(2,0 \pm 0,2)$ мкг/см^3, в состав которого входят следующие конгенеры (наименования конгенеров ПХБ приведены в соответствии с таблицей А.1 (Приложение А):
  1) монохлорбифенилы: # 1, 3;
  2) дихлорбифенилы: # 4, 8, 10, 15;
  3) трихлорбифенилы: # 18, 19, 22, 28, 33, 37;
  4) тетрахлорбифенилы: # 44, 49, 52, 54, 70, 74, 77, 81;
  5) пентахлорбифенилы: # 87, 95, 99, 101, 104, 105, 110, 114, 118, 119, 123, 126;
  6) гексахлорбифенилы: # 128, 138, 149, 151, 153, 155, 156, 157, 158, 167, 168, 169;
  7) гептахлорбифенилы: # 170, 171, 177, 178, 180, 183, 189, 191, 187, 188;
  8) октахлорбифенилы: # 194, 199, 201, 202, 205;
  9) нонахлорбифенилы: # 206, 208;
  10) декахлорбифенил: # 209;
- конгенеры ПХБ53, ПХБ112, ПХБ166 — 35 мкг/см^3 в изооктане — производства Cambridge Isotop Laboratory.

Примечание — Допускается использование реактивов и материалов другого типа, имеющих метрологические характеристики, обеспечивающие необходимую точность измерений.

5 Метод измерений

5.1 Метод измерений основан на экстракции ПХБ из пробы, очистке экстракта от липидов и коэкстрактивных веществ, фракционировании экстракта и определении массовых долей анализируемых конгенеров.

5.1.1 Экстракция ПХБ из пробы проводится путем экстракции смесью органических растворителей.

5.1.2 Идентификацию конгенеров ПХБ проводят по времени удерживания, устанавливаемому с помощью градуировочного раствора, приготовленного из аттестованной смеси ПХБ.

5.1.3 Определение массовой доли конгенеров ПХБ проводят методом капиллярной газожидкостной хроматографии путем сравнения площадей пиков конгенера ПХБ в экстракте пробы и в рабочем растворе.

5.2 Минимально детектируемая масса конгенеров ПХБ в аликвоте объемом 1 мм^3 составляет 0,15 пг.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 Безопасность труда при проведении анализов обеспечивают в соответствии с [1], приложение Б.

6.2 При работе с вредными веществами необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.1.007.

6.3 Оператор должен пройти инструктаж о мерах предосторожности при работе с электрическими приборами.

6.4 Помещение, где проводятся анализы, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.5 Сливы (отработанные растворы) органических растворителей, кислот и щелочей категорически запрещается выливать в канализацию. Сливы помещают в отдельные бутыли или пластмассовые канистры, которые хранят в соответствии с требованиями к хранению легковоспламеняющихся жидкостей и кислот, изложенными в [1].

6.6 При использовании баллонов с газами следует строго выполнять требования инструкции по безопасному их обслуживанию. Исправность контрольно-измерительных приборов и предохранительных устройств должна систематически проверяться.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений допускают лиц (инженер, техник, лаборант со средним специальным образованием), прошедших соответствующую подготовку, имеющих навыки работы в химической лаборатории и ознакомленных с руководством по эксплуатации газового хроматографа.

8 Условия выполнения измерений

8.1 При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха ,°С . . . . . 22 ± 5;
- относительная влажность окружающего воздуха, % . . . . . от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) . . . . . от 84 до 106 (от 630 до 795);
- напряжение питающей сети ,В . . . . . 220 ± 4.4;
- частота переменного тока, Гц . . . . . (50 ± 1).

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и хранение проб

9.1.1 Пробы отбираются специалистами — биологами или медиками и доставляются в лабораторию в замороженном виде.

9.1.2 Пробы хранят в морозильной камере при температуре минус (20±2) °С в тефлоновой упаковке или в стеклянных сосудах с тефлоновыми пробками. Не допускается хранить пробы в пластмассовой упаковке.

9.2 Приготовление рабочих растворов

9.2.1 Приготовление рабочего раствора хлористого натрия 0,9 %-ной массовой концентрации производят следующим образом:

– взвешивают в стакане 0,9 г хлористого натрия и помещают навеску в колбу вместимостью 250 $см^3$;

– отбирают 99,1 $см^3$ дистиллированной воды и вводят в ту же колбу;

– содержимое колбы перемешивают вращательными движениями до полного растворения навески.

9.2.2 Приготовление рабочего раствора натрия углекислого кислого массовой концентрации 10 % производят следующим образом:

– взвешивают в стакане 10 г натрия углекислого кислого и помещают навеску в колбу вместимостью 250 $см^3$;

– отбирают 90 $см^3$ дистиллированной воды и вводят в ту же колбу;

– содержимое колбы перемешивают вращательными движениями до полного растворения навески.

9.2.3 Приготовление рабочего раствора натрия гидроксида с массовой концентрацией 1М производят следующим образом:

– взвешивают 40 г гидроксида натрия и помещают его в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$;

– добавляют в колбу дистиллированную воду и перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески, затем объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

9.2.4 Приготовление рабочего раствора смеси конгенеров ПХБ с массовой концентрацией 40 нг/$см^3$ производят следующим образом:

– отбирают пипеткой 1 $см^3$ аттестованной смеси BP-MS и помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$;

– содержимое мерной колбы доводят до метки изооктаном, тщательно перемешивая содержимое колбы;

– полученному раствору приписывают массовую концентрацию 40 нг/$см^3$ для каждого конгенера ПХБ.

9.2.5 Приготовление рабочего раствора смеси конгенеров ПХБ с массовой концентрацией 10 нг/$см^3$ производят следующим образом:

– отбирают пипеткой 1 $см^3$ рабочего раствора с массовой концентрацией 40 нг/$см^3$ и помещают в пробирку вместимостью 10 $см^3$;

– содержимое мерной колбы доводят до 4 $см^3$ изооктаном;

– полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10 нг/$см^3$.

9.2.6 Приготовление рабочего раствора смеси конгенеров ПХБ с массовой концентрацией 5 нг/$см^3$ производят следующим образом:

– отбирают пипеткой 1 $см^3$ рабочего раствора с массовой концентрацией 1 $см^3$ и помещают в пробирку вместимостью 10 $см^3$;

– к содержимому пробирки добавляют 1 $см^3$ изооктана;

– полученному раствору приписывают массовую концентрацию 5 $нг/см^3$.

Примечание — Допускается использование рабочих растворов смеси конгенеров ПХБ, имеющих другую массовую концентрацию.

9.2.7 Приготовление рабочих растворов конгенеров, используемых в качестве внутренних и суррогатных стандартов, производится следующим образом:

– отбирают пипеткой 0,6 $см^3$ раствора конгенера ПХБ с массовой концентрацией 35 $мкг/см^3$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$;

– объем содержимого колбы доводят до метки изооктаном;

– полученному раствору приписывают массовую концентрацию 210 $нг/см^3$.

9.3 Подготовка активированного силикагеля

9.3.1 Подготовка активированного силикагеля производится следующим образом:

– силикагель активируют в муфельной печи при температуре (350±5) °С в течение 16 ч в выпарительной чашке;

– чашку выпарительную с силикагелем накрывают алюминиевой фольгой и охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе;

– силикагель хранят в стеклянной банке с тефлоновой крышкой при комнатной температуре не более 7 сут в эксикаторе.

9.3.2 Подготовка силикагеля, импрегнированного серной кислотой, производится следующим образом;

– взвешивают в стакане 56 г активированного силикагеля и помещают его в колбу вместимостью 250 $см^3$;

– добавляют к силикагелю 24 $см^3$ концентрированной серной кислоты при встряхивании, смесь встряхивают до отсутствия комков.

9.3.3 Подготовка силикагеля, импрегнированного щелочью, производится следующим образом:

– взвешивают 67 г активированного силикагеля и помещают его в колбу вместимостью 250 $см^3$;

– добавляют в колбу при встряхивании 31 $см^3$ 1М-ного раствора гидроксида натрия, смесь встряхивают до отсутствия видимых комков.

9.4 Очистка растворителей

Очистку растворителей - гексана и дихлорметана - осуществляют путем перегонки при нормальном атмосферном давлении в соответствии с правилами перегонки органических веществ. Температуры кипения растворителей, водяной бани и собираемой фракции представлены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование растворителя	Температура кипения, °С	Температура водяной бани, °С	Температура собираемой фракции, °С
Н-Гексан	68,7	от 72 до 78	от 65 до 68
Дихлорметан	40	от 45 до 47	от 40 до 41

9.5 Подготовка проб к анализу

9.5.1 Пробу вынимают из морозильной камеры и размораживают при комнатной температуре на воздухе.

9.5.2 Пробу гомогенизируют на микроизмельчителе.

Примечание — Допускается пробу измельчать с помощью мясорубки или стальным ножом, поместив ее в фарфоровую чашку.

9.5.3 Взвешивают в стакане от 5 до 20 г гомогенизированной пробы и помещают полученную навеску в выпарительную чашку.

9.5.4 К навеске пробы добавляют от 80 до 120 г безводного сульфата натрия, растирают пробу с безводным сульфатом натрия до получения однородной массы и оставляют на 2 ч при комнатной температуре.

9.5.5 К подготовленной по 9.5.4 навеске добавляют суррогатные стандарты — индивидуальные конгенеры ПХБ53 и ПХБ112 в количестве от 5 до 50 нг на навеску.

Примечание — Количество добавляемого суррогатного стандарта зависит от анализируемой матрицы, например, для проб жира — 50 нг на навеску, для проб мышц рыбы — 10 нг на навеску.

9.6 Экстракция ПХБ из проб

9.6.1 Экстракция методом встряхивания

9.6.1.1 К подготовленной по 9.5 навеске пробы добавляют смесь ацетон - гексан в соотношении 2:1 из расчета 3 $см^3$ на 1 г навески и переносят полученную смесь в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Колбу закрывают стеклянной пробкой и помещают на аппарат для встряхивания. Встряхивают содержимое колбы в течение 30 мин. Затем колбу помещают в холодильник и оставляют на 1 сут.

9.6.1.2 Через 1 сут колбу вынимают из холодильника, доводят до комнатной температуры и помещают на аппарат для встряхивания. Встряхивают содержимое колбы в течение 30 мин.

9.6.1.3 Полученный по 9.6.1.2 экстракт декантируют в другую коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ со стеклянной пробкой. К остатку содержимого в колбе добавляют смесь гексан-этиловый эфир в соотношении 9:1 из расчета 2 $см^3$ на 1 г навески пробы. Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин.

9.6.1.4 Полученный по 9.6.1.3 экстракт декантируют, объединяя с первой порцией экстракта, полученного по 9.6.1.2. Остаток в колбе споласкивают гексаном в

количестве от 2 до 3 $см^3$, который декантируют в колбу с объединенным экстрактом, полученным по 9.6.1.2 и 9.6.1.3.

9.6.1.5 Объединенный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в чистую коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и затем переносят его в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$. Фильтр промывают гексаном в количестве от 2 до 3 $см^3$ и 0,9 %-ным раствором хлористого натрия из расчета 6 $см^3$ на 1 г навески. Смывы объединяют с экстрактом в делительной воронке.

9.6.1.6 Смывы, объединенные с экстрактом в делительной воронке, встряхивают от 10 до 15 мин. После разделения слоев водную фракцию возвращают в колбу и сохраняют. Гексановый экстракт переносят в колбу ротационного растворителя, фильтруя его через безводный натрий сернокислый, помещенный на подложку из ваты.

9.6.1.7 Водную фракцию возвращают в делительную воронку, добавляют 10 $см^3$ гексана и встряхивают от 10 до 15 мин. Гексановый экстракт добавляют к первой порциии в колбе ротационного растворителя, фильтруя его через натрий сернокислый, процедуру экстракции повторяют до тех пор, пока гексановый экстракт после встряхивания не станет бесцветным.

9.6.2 Экстракция в аппарате Сокслета

9.6.2.1 Подготовленную по 9.5 навеску помещают в стаканчик аппарата Сокслета. Стаканчик устанавливают в насадке аппарата Сокслета. ПХБ экстрагируют 175 $см^3$ гексана в течение 3 ч (от 10 до 12 циклов).

9.6.2.2 Гексановый экстракт охлаждают до комнатной температуры.

9.6.3 Колоночная экстракция

9.6.3.1 Навеску, подготовленную по 9.5, помещают в стеклянную колонку длиной (500±10) мм с внутренним диаметром (30±5) мм, имеющую в своей нижней части стеклянный фильтр и тефлоновый кран, который должен быть закрыт перед началом экстракции. Для предотвращения забивания отверстий фильтра частичками экстрагируемой матрицы на стеклянный фильтр перед внесением пробы помещают стекловолокно.

9.6.3.2 В колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 300 $см^3$ экстрагента (смесь гексан-дихлорметан в соотношении 1:1), затем обмывают экстрагентом стаканы из-под навески и полученные смывы вносят в колонку перед началом экстракции.

9.6.3.3 При открытом тефлоновом кране пропускают экстрагент через колонку со скоростью от 3 до 5 $см^3$/мин. Скорость прохождения экстрагента через колонку регулируют тефлоновым краном. Вытекающий из колонки экстракт собирают в круглодонную колбу ротационного испарителя вместимостью 500 $см^3$.

9.7 Концентрирование экстрактов

9.7.1 Концентрирование экстрактов, полученных по 9.6.1, 9.6.2, 9.6.3 проводят на ротационном испарителе при температуре водяной бани от 40 °С до 43 °С. Объем экстракта должен составлять от 3 до 4 $см^3$.

9.7.1.1 При концентрировании экстрактов, полученных методом колоночной экстракции, изложенной в 9.6.3, необходимо избавиться от присутствия в экстракте

дихлорметана. Для этого экстракт концентрируют до объема от 2 до 3 $см^3$, добавляют 3 $см^3$ гексана и продолжают концентрирование до объема от 2 до 3 $см^3$. Полученный экстракт переносят в пробирку и уменьшают объем в токе воздуха до 0,7 $см^3$. Добавляют 0,7 $см^3$ гексана и уменьшают объем до 1 $см^3$.

9.8 Очистка экстрактов от липидов

9.8.1 Очистку экстрактов от липидов можно проводить методом гель-фильтрации на колонках с сорбентом Bio-Beads или, при отсутствии необходимых для этого реактивов и материалов, серной кислотой.

9.8.2 Очистку гексановых экстрактов серной кислотой производят следующим образом:

– сконцентрированный гексановый экстракт переносят в пробирку и гексаном доводят объем до 4 $см^3$;

– гексановый экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 25 $см^3$ и добавляют к нему от 1 до 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты;

– полученную в делительной воронке смесь осторожно встряхивают, после разделения слоев кислотный слой сливают и отбрасывают. Процедуру повторяют до тех пор, пока кислота после встряхивания не будет бесцветной;

– к гексановому экстракту в делительной воронке добавляют от 2 до 5 $см^3$ 10 %-ного раствора натрия углекислого кислого и смесь встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев водный слой сливают и отбрасывают. Процедуру повторяют еще 2 раза;

– к гексановому экстракту в делительной воронке добавляют от 2 до 5 $см^3$ дистиллированной воды и смесь встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев водный слой сливают и отбрасывают. Процедуру повторяют еще 2 раза;

– гексановый экстракт переносят в пробирку вместимостью 10 $см^3$ и концентрируют в токе азота или воздуха до объема 1 $см^3$.

9.8.3 Для очистки экстрактов от липидов методом гель-фильтрации сконцентрированный гексановый экстракт переносят в пробирку вместимостью 10 $см^3$, объем доводят до 2 $см^3$ и добавляют 2 $см^3$ дихлорметана.

9.8.3.1 Подготовка колонки для очистки экстрактов от липидов производится следующим образом:

– в стакане взвешивают 60 г сорбента Bio-Beads (далее — сорбент), помещают его в круглодонную колбу вместимостью 500 $см^3$ и заливают смесью растворителей гексана и дихлорметана в соотношении 1:1 в количестве, необходимом, чтобы полностью покрыть сорбент для набухания и, закрыв стеклянной пробкой, оставляют на 1 сут;

– через 1 сут сорбент помещают в колонку высотой (400±10) мм и внутренним диаметром (30±5) мм, снабженную пористым дном и тефлоновым краном. Высота сорбента в колонке должна составить от 320 до 350 мм;

– для стабилизации сорбента после набивки колонки через нее пропускают 1 $дм^3$ смеси гексан-дихлорметан в соотношении 1:1 со скоростью 5 $см^3$/мин.

9.8.3.2 Очистку экстрактов от липидов производят следующим образом:

– перед началом работы с колонкой через нее необходимо пропустить 50 $см^3$ смеси метанол-дихлорметан в соотношении 1:5, а затем 100 $см^3$ смеси гексан-дихлорметан в соотношении 1:1. Полученные элюаты отбросить;

– под колонку поместить мерный цилиндр вместимостью 250 $см^3$;

– в колбу вместимостью 500 $см^3$ поместить 350 $см^3$ элюента (смесь гексан-дихлорметан в соотношении 1:1);

– при открытом кране колонки внести пипеткой в колонку экстракт, полученный по 9.8.3, не нарушая поверхности сорбента. Промыть пробирку из под экстракта элюентом в объеме от 2 до 3 $см^3$ из отмеренного количества и перенести этот элюент (далее — смыв) в колонку после прохождения через сорбент анализируемого экстракта. Процедуру повторить 6 раз. После прохождения через сорбент последней порции смыва пропустить через колонку оставшийся элюент;

– когда уровень элюата в мерном цилиндре достигнет отметки 150 $см^3$, цилиндр следует убрать из-под колонки и заменить круглодонной колбой ротационного испарителя вместимостью 250 $см^3$. Первая фракция элюата, собранная в мерный цилиндр и содержащая липиды, отбрасывается;

– после того, как будет собрано 100 $см^3$ элюата, кран колонки закрывают и добавляют в колонку дополнительно 50 $см^3$ смеси гексан-дихлорметан в соотношении 1:1 для хранения колонки;

– полученный элюат (100 $см^3$ смеси гексан-дихлорметан) концентрируют на ротационном испарителе до объема от 2 до 3 $см^3$, добавляют от 2 до 3 $см^3$ гексана и продолжают концентрировать до объема от 2 до 3 $см^3$, затем переносят в пробирку и уменьшают объем в токе воздуха до 0,7 $см^3$. Добавляют 0,7 $см^3$ гексана и уменьшают объем до 1 $см^3$.

9.9 Очистка экстрактов на мультислойных колонках

9.9.1 Дальнейшую очистку экстракта, полученного по 9.8.3.2, производят на мультислойных колонках с модифицированным силикагелем.

9.9.2 Подготовку колонки для очистки экстрактов производят следующим образом:

– в стеклянную колонку длиной (200±10) мм и внутренним диаметром (14±5) мм помещают подложку из стекловаты, на которую вносят 1 $см^3$ натрия сернокислого безводного, 1 $см^3$ силикагеля активированного, 3 $см^3$ силикагеля, импрегнированного гидроксидом натрия, 1 $см^3$ силикагеля активированного, 3 $см^3$ силикагеля, импрегнированного серной кислотой, 1 $см^3$ силикагеля активированного, 3 $см^3$ силикагеля, импрегнированного серной кислотой, 1 $см^3$ силикагеля активированного, 1 $см^3$ натрия сернокислого безводного.

9.9.3 Очистку экстракта, полученного по 9.8.3.2, производят следующим образом:

– экстракт переносят в мультислойную колонку, пробирку из-под экстракта споласкивают двумя порциями гексана объемом от 1 до 2 $см^3$, который также вносят

в колонку. После прохождения экстракта через колонку элюируют анализируемые соединения 100 см^3 гексана, собирая элюат в круглодонную колбу ротационного испарителя;

– концентрируют полученный элюат на ротационном испарителе до объема от 2 до 3 см^3, переносят остаток в пробирку и уменьшают его объем в токе азота до 1 см^3.

9.10 Очистка экстрактов на силикагеле

9.10.1 С целью отделения ПХБ от более полярных коэкстрактивных веществ и пестицидов, которые при анализе методом ГЖХ накладываются друг на друга, искажая аналитический сигнал, проводят очистку экстрактов на силикагеле.

9.10.2 Подготовку колонки производят следующим образом:

– в стеклянную колонку высотой (400±10) мм и внутренним диаметром от 10 до 15 мм, оборудованную тефлоновым краном, помещают подложку из стекловаты (если колонка оборудована пористым дном, подложка не нужна), при закрытом кране в колонку наливают гексан в количестве, необходимом для заполнения колонки на высоту не менее 200 мм;

– вносят в колонку активированный силикагель в количестве 8 г;

– на вершину слоя силикагеля вносят натрий сернокислый безводный высотой (10±0,5) мм;

– после заполнения колонки гексан сливают через кран и отбрасывают.

9.10.3 Очистку экстракта производят следующим образом:

– гексановый экстракт, полученный по 9.8.2 или по 9.9, переносят в колонку с силикагелем в тот момент, когда в колонке остается от 1 до 2 мм по высоте слоя гексана, используемого при заполнении колонки силикагелем;

– после переноса гексанового экстракта пробирку промывают тремя порциями гексана по 1 см^3, перенося эти смывы на колонку в тот момент, когда количество растворителя в колонке будет составлять от 1 до 2 мм по высоте;

– после того, как весь гексановый экстракт пропущен через колонку, элюируют ПХБ гексаном в количестве 60 см^3, собирая элюат в колбу ротационного испарителя.

9.10.4 Концентрирование полученных элюатов производят на ротационном испарителе до объема от 2 до 3 см^3, остаток переносят в пробирку и уменьшают объем в токе азота или воздуха до 0,7 см^3, затем добавляют 0,7 см^3 изооктана. Процедуру повторяют дважды, конечный объем изооктанового экстракта доводят до объема от 0,1 до 10,0 см^3. Конечный объем экстракта зависит от анализируемой матрицы, например, для проб плазмы крови конечный объем составляет 0,1 см^3, для проб жира — 10 см^3.

9.10.5 К сконцентрированному экстракту добавляют внутренний стандарт — конгенер ПХБ166 в количестве от 5 до 50 нг, количество добавляемого внутреннего стандарта зависит от анализируемой матрицы, например, для проб жира — 50 нг, для проб мышц — 10 нг.

9.11 Условия хранения рабочих растворов ПХБ и реактивов и экстрактов анализируемых проб

9.11.1 Рабочие растворы реактивов хранят в колбах с притертыми пробками и наклеенными этикетками.

9.11.2 Рабочие растворы ПХБ хранят в холодильнике при температуре от 10 °С до 12 °С в мерных колбах с притертыми пробками не более 6 мес или в запаянных ампулах не более 12 мес.

9.11.3 Экстракты анализируемых проб хранят в холодильнике при температуре от 10 °С до 12°С не более 40 сут.

10 Выполнение измерений

10.1 Подготовка аппаратуры

Подготовку к работе газового хроматографа и кондиционирование хроматографической колонки проводят в соответствии с руководством по эксплуатации газового хроматографа.

10.2 Условия хроматографического измерения

10.2.1 Хроматографические измерения проводят по температурной программе, подобранной в процессе предварительных опытов таким образом, чтобы обеспечить наилучшее отделение определяемых конгенеров ПХБ от других соединений. За основу при подборе температурной программы для анализа ПХБ могут быть рекомендованы следующие условия проведения анализа:

- температура инжектора (splitless mode) — 230 °С;
- температура детектора — 350 °С;
- начальная температура термостата — 80 °С;
- скорость подъема температуры в диапазоне от 80 °С до 170 °С составляет 10 °С/мин; в диапазоне от 170 °С до 280 °С — 3,5 °С/мин , выдержка при температуре 280 °С составляет 5 мин;
- аликвота, вводимая в хроматограф — 1 мм^3.

10.2.2 Для оценки фона, чистоты хроматографической системы перед началом анализа проб вводят в инжектор хроматографа аликвоту чистого растворителя и записывают хроматограмму как указано в 10.3. При наличии на хроматограмме посторонних пиков проводят проверку хроматографической системы в соответствии с руководством по эксплуатации газового хроматографа.

10.2.3 Для проверки чистоты реактивов и материалов при анализе каждой партии проб выполняют анализ бланковой пробы, включающий все операции и реактивы, используемые в ходе анализа, за исключением анализируемой матрицы. Результаты анализа бланковой пробы учитываются при расчете массовой доли конгенеров ПХБ в пробе.

10.3 Получение хроматограммы

10.3.1 Шприцом отбирают аликвоту анализируемого экстракта, подготовленного по 9.10, или градуировочного раствора и вводят в инжектор газового хроматографа в режиме "splitless".

10.3.2 Хроматограмма записывается с использованием соответствующей компьютерной программы обработки результатов в виде файла.

10.3.3 Проверка базовой линии для пиков всех конгенеров ПХБ производится вручную.

10.4 Проверка линейного диапазона детектирования

10.4.1 Линейный диапазон детектирования должен быть установлен для каждого хроматографа экспериментальным путем и проверяться не менее 1 раза в год.

10.4.2 Для проверки линейности работы детектора из аттестованной смеси ПХБ готовят не менее 5 градуировочных растворов, массовая концентрация которых должна колебаться в диапазоне от 0,5 до 500 нг/см^3.

10.4.3 Записывают хроматограмму каждого градуировочного раствора и с помощью программы обработки результатов рассчитывают площади пиков каждого конгенера ПХБ.

10.4.4 Для каждого градуировочного раствора определяют фактор отклика **RRF**$_i$ для каждого конгенера ПХБ относительно внутреннего стандарта ПХБ166, который рассчитывают по формуле

$$RRF_i = \frac{S_i m_{166}}{S_{166} m_i}, \qquad (1)$$

где i — наименование анализируемого конгенера ПХБ в соответствии с таблицей А.1 (приложение А)

m_i — масса анализируемого конгенера ПХБ в градуировочном растворе, нг;

m_{166} — масса внутреннего стандарта ПХБ166, внесенного в градуировочный раствор, нг;

S_i — площадь пика анализируемого конгенера ПХБ;

S_{166} — площадь пика внутреннего стандарта ПХБ166.

При наличии линейности детектирования фактор отклика RRF$_i$ дожен быть постоянным для каждого конгенера во всех градуировочных растворах, среднее квадратичное отклонение должно быть не более ± 20 %.

10.4.5 Перед началом анализа каждой новой партии проб проводится проверка линейности и постоянства факторов отклика путем хроматографирования не менее трех рабочих растворов смеси конгенеров ПХБ, приготовленных по 9.2. При отсутствии постоянства RRF$_i$, т.е. линейности, выясняются и устраняются причины нестабильной работы газового хроматографа.

10.5 Вычисление результатов измерений

10.5.1 Идентификация конгенеров ПХБ производится по относительным временам удерживания, которые определяются с помощью рабочего раствора смеси ПХБ, приготовленного по 9.2.4 и введенного в газовый хроматограф перед началом анализа партии анализируемых проб.

10.5.2 Расчет массы конгенера ПХБ в экстракте анализируемой пробы minp, нг, проводят по формуле

$$m_{inp} = \frac{S_i m_{166}}{S_{166} RRF_i}, \qquad (2)$$

где S_i — площадь пика анализируемого конгенера ПХБ;

S_{166} — площадь пика внутреннего стандарта ПХБ166;

m_{166} — масса внутреннего стандарта ПХБ166, внесенного в анализируемый экстракт, нг;

RRF_i — фактор отклика для анализируемого конгенера ПХБ относительно внутреннего стандарта ПХБ166;

10.5.3 Расчет массовой доли анализируемого конгенера в пробе X_i, нг/г, проводят по формуле

$$X_i = \frac{m_{inp} - m_{ibl}}{mI}, \qquad (3)$$

где m_{inp} — масса анализируемого конгенера в экстракте анализируемой пробы, нг;

m_{ibl} — масса анализируемого конгенера в экстракте бланковой пробы, нг;

m — навеска анализируемой пробы по 9.5.3, г.

I — коэффициент извлечения суррогатного внутреннего стандарта ПХБ53 или ПХБ112, внесенного в пробу перед экстракцией, определяют по формуле

$$I = \frac{m_{сур.обн}}{m_{сур.вн}}, \qquad (4)$$

где $m_{сур.обн}$ — масса суррогатного внутреннего стандарта, обнаруженная в экстракте анализируемой пробы, нг;

$m_{сур.вн}$ — внесенная масса суррогатного вутреннего стандарта, нг.

При расчете массовой доли ди- три- и тетрахлорбифенилов в формуле (4) используют извлечение суррогатного внутреннего стандарта ПХБ53, при расчете массовой доли пента-, гекса-, гепта-, окта-, нано- и декахлорбифенилов используют извлечение суррогатного внутреннего стандарта ПХБ112.

10.5.4. Конечный результат измерения A_i, нг/г представляют следующим образом:

$$A_i = X_i \pm \Delta_Л, \qquad (5)$$

где X_i — массовая доля анализируемого конгенера, рассчитанная по 10.5.3, нг/г;

$\Delta_Л$ — характеристика погрешности измерения, установленная в лаборатории при реализации МВИ, нг/г.

Примечание — Допускается показатели качества результатов измерения при внедрении МВИ устанавливать расчетным способом на основе выражения : $\Delta_{,7} = 0{,}84\Delta$. Значение Δ определяется по таблице1.

10.5.5 При хроматографическом анализе растворов смесей ПХБ некоторые конгенеры имеют одинаковые времена удерживания, т.е. на хроматограмме выходят в виде одного пика. Количество таких суммарных пиков зависит от типа неподвижной жидкой фазы в хроматографической колонке, длины колонки, режимов хроматографического анализа. При наличии суммарных пиков фактор отклика $RRF_{i+(i+1)}$ рассчитывается для суммы этих конгенеров ПХБ, например:

$$RRF_{31+28} = \frac{S_{31+28} m_{166}}{S_{166} m_{31+28}}, \qquad (6)$$

где S_{31+28} — площадь суммарного пика;

m_{31+28} — сумма масс ПХБ31 и ПХБ28 в градуировочном растворе, нг.

Конечный результат A_{31+28} в этом случае представляют следующим образом:

$$A_{31+28} = X_{31+28} \pm \Delta_Л, \qquad (7)$$

где X_{31+28}— массовая доля суммы ПХБ31 и ПХБ28, рассчитанная по 10.5.3;

$\Delta_Л$ — характеристика погрешности измерения, установленная в лаборатории при реализации МВИ, нг/г.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Контроль точности результатов измерений в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений.

11.2 Оперативный контроль процедуры измерений осуществляют на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры и сравнения полученной оценки (результата контрольной процедуры) с установленным нормативом контроля.

11.2.1 Контрольная процедура для контроля погрешности реализуется с применением метода добавок.

11.2.2 Для одной из проб берутся две навески гомогенизированной пробы: основная и контрольная . Контрольная проба маркируется индексом "К".

11.2.3 В контрольную пробу вносят добавку анализируемых конгенеров $C_Д$.

11.2.4 Величина добавки $C_Д$, нг/г, должна удовлетворять условию

$$C_Д > \Delta_{ЛХ1} + \Delta_{ЛХ2}, \qquad (8)$$

где $\Delta_{ЛХ1}$, $\Delta_{ЛХ2}$ — соответственно характеристики погрешности результатов измерений, соответствующие массовым долям анализируемых конгенеров в основной пробе и расчетному значению массовой доли анализируемого конгенера в контрольной пробе, нг/г.

11.2.5 Анализ контрольной пробы выполняют в составе партии проб в полном соответствии с настоящей МВИ.

11.2.6 Результат контрольной процедуры K_K, нг/г, рассчитывают по формуле

$$K_K = X_2 - X_1 - C_Д , \qquad (9)$$

где X_2, X_1 — соответственно массовые доли анализируемых конгенеров в основной пробе и в контрольной пробе, нг/г.

11.2.7 Норматив контроля K, нг/г, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{Л\,X1} + \Delta^2_{Л\,X2}} . \qquad (10)$$

11.2.8 Проводят сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля. Если результаты контрольной процедуры удовлетворяют условию:

$$K_K \le K , \qquad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

11.2.9 При невыполнении условия (13) партия проб анализируется повторно.

11.3 Контроль стабильности результатов измерений проводят с целью подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества полученных результатов анализа и оценки деятельности лаборатории в целом.

11.3.1 Контроль стабильности результатов анализа проводят с использованием контрольных карт в соответствии с [2].

11.3.2 Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории, выполняющей измерения.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Номенклатура ПХБ

Таблица А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 1	$C_{12}H_9Cl$	2-Монохлорбифенил
# 2		3-Монохлорбифенил
# 3		4-Монохлорбифенил
# 4	$C_{12}H_8Cl_2$	2,2'-Дихлорбифенил
# 5		2,3-Дихлорбифенил
# 6		2,3'-Дихлорбифенил
# 7		2,4-Дихлорбифенил
# 8		2,4'-Дихлорбифенил
# 9		2,5-Дихлорбифенил
# 10		2,6-Дихлорбифенил
# 11		3,3'-Дихлорбифенил
# 12		3,4-Дихлорбифенил
# 13		3,4'-Дихлорбифенил
# 14		3,5-Дихлорбифенил
# 15		4,4'-Дихлорбифенил
# 16		2,2',3-Трихлорбифенил
# 17		2,2',4-Трихлорбифенил
# 18		2,2',5-Трихлорбифенил
# 19		2,2',6-Трихлорбифенил
# 20		2,3,3'-Трихлорбифенил
# 21		2,3,4-Трихлорбифенил
# 22		2,3,4'-Трихлорбифенил
# 23		2,3,5-Трихлорбифенил
# 24		2,3,6-Трихлорбифенил
# 25		2,3',4-Трихлорбифенил
# 26		2,3',5-Трихлорбифенил
# 27		2,3',6-Трихлорбифенил
# 28		2,4,4'-Трихлорбифенил
# 29		2,4,5-Трихлорбифенил
# 30		2,4,6-Трихлорбифенил
# 31		2,4',5-Трихлорбифенил
# 32		2,4',6-Трихлорбифенил

Продолжение таблицы А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 33	$C_{12}H_7Cl_3$	2',3,4-Трихлорбифенил
# 34		2',3,5-Трихлорбифенил
# 35		3,3',4-Трихлорбифенил
# 36		3,3',5-Трихлорбифенил
# 37		3,4,4'-Трихлорбифенил
# 38		3,4,5-Трихлорбифенил
# 39		3,4',5-Трихлорбифенил
# 40	$C_{12}H_6Cl_4$	2,2',3,3'-Тетрахлорбифенил
# 41		2,2',3,4-Тетрахлорбифенил
# 42		2,2',3,4'-Тетрахлорбифенил
# 43		2,2',3,5-Тетрахлорбифенил
# 44		2,2',3,5'-Тетрахлорбифенил
# 45		2,2',3,6-Тетрахлорбифенил
# 46		2,2',3,6'-Тетрахлорбифенил
# 47		2,2',4,4'-Тетрахлорбифенил
# 48		2,2',4,5-Тетрахлорбифенил
# 49		2,2',4,5'-Тетрахлорбифенил
# 50		2,2',4,6-Тетрахлорбифенил
# 51		2,2',4,6'-Тетрахлорбифенил
# 52		2,2',5,5'-Тетрахлорбифенил
# 53		2,2',5,6'-Тетрахлорбифенил
# 54		2,2',6,6'-Тетрахлорбифенил
# 55		2,3,3',4-Тетрахлорбифенил
# 56		2,3,3',4'-Тетрахлорбифенил
# 57		2,3,3',5-Тетрахлорбифенил
# 58		2,3,3',5'-Тетрахлорбифенил
# 59		2,3,3',6-Тетрахлорбифенил
# 60		2,3,4,4'-Тетрахлорбифенил
# 61		2,3,4,5-Тетрахлорбифенил
# 62		2,3,4,6-Тетрахлорбифенил
# 63		2,3,4',5-Тетрахлорбифенил
# 64		2,3,4',6-Тетрахлорбифенил
# 65		2,3,5,6-Тетрахлорбифенил
# 66		2,3',4,4'-Тетрахлорбифенил
# 67		2,3',4,5-Тетрахлорбифенил
# 68		2,3',4,5'-Тетрахлорбифенил
# 69		2,3',4,6-Тетрахлорбифенил

Продолжение таблицы А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 70	$C_{12}H_6Cl_4$	2,3',4',5-Тетрахлорбифенил
# 71		2,3',4',6-Тетрахлорбифенил
# 72		2,3',5,5'-Тетрахлорбифенил
# 73		2,3',5',6-Тетрахлорбифенил
# 74		2,4,4',5-Тетрахлорбифенил
# 75		2,4,4,6'-Тетрахлорбифенил
# 76		2',3,4,5-Тетрахлорбифенил
# 77		3,3',4,4'-Тетрахлорбифенил
# 78		3,3',4,5-Тетрахлорбифенил
# 79		3,3',4,5'-Тетрахлорбифенил
# 80		3,3',5,5'-Тетрахлорбифенил
# 81		3,4,4',5-Тетрахлорбифенил
# 82	$C_{12}H_5Cl_5$	2,2',3,3',4-Пентахлорбифенил
# 83		2,2',3,3',5-Пентахлорбифенил
# 84		2,2',3,3',6-Пентахлорбифенил
# 85		2,2',3,4,4'-Пентахлорбифенил
# 86		2,2',3,4,5-Пентахлорбифенил
# 87		2,2',3,4,5'-Пентахлорбифенил
# 88		2,2',3,4,6-Пентахлорбифенил
# 89		2,2',3,4,6'-Пентахлорбифенил
# 90		2,2',3,4',5-Пентахлорбифенил
# 91		2,2',3,4',6-Пентахлорбифенил
# 92		2,2',3,5,5'-Пентахлорбифенил
# 93		2,2',3,5,6-Пентахлорбифенил
# 94		2,2',3,5,6'-Пентахлорбифенил
# 95		2,2',3,5',6-Пентахлорбифенил
# 96		2,2',3,6,6'-Пентахлорбифенил
# 97		2,2',3',4,5-Пентахлорбифенил
# 98		2,2',3',4,6-Пентахлорбифенил
# 99		2,2',4,4',5-Пентахлорбифенил
# 100		2,2',4,4',6-Пентахлорбифенил
# 101		2,2',4,5,5'-Пентахлорбифенил
# 102		2,2',4,5,6'-Пентахлорбифенил
# 103		2,2',4,5',6-Пентахлорбифенил
# 104		2,2',4,6,6'-Пентахлорбифенил
# 105		2,3,3',4,4'-Пентахлорбифенил
# 106		2,3,3',4,5-Пентахлорбифенил

Продолжение таблицы А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 107	$C_{12}H_5Cl_5$	2,3,3',4,5'-Пентахлорбифенил
# 108		2,3,3',4,6-Пентахлорбифенил
# 109		2,3,3',4',5-Пентахлорбифенил
# 110		2,3,3',4',6-Пентахлорбифенил
# 111		2,3,3',5,5'-Пентахлорбифенил
# 112		2,3,3',5,6'-Пентахлорбифенил
# 113		2,3,3',5',6-Пентахлорбифенил
# 114		2,3,4,4',5-Пентахлорбифенил
# 115		2,3,4,4',6-Пентахлорбифенил
# 116		2,3,4,5,6-Пентахлорбифенил
# 117		2,3,4',5,6-Пентахлорбифенил
# 118		2,3',4,4',5-Пентахлорбифенил
# 119		2,3',4,4',6-Пентахлорбифенил
# 120		2,3',4,5,5'-Пентахлорбифенил
# 121		2,3',4,5',6-Пентахлорбифенил
# 122		2',3,3',4,5-Пентахлорбифенил
# 123		2',3,4,4',5-Пентахлорбифенил
# 124		2',3,4,5,5'-Пентахлорбифенил
# 125		2',3,4,5,6'-Пентахлорбифенил
# 126		3,3',4,4',5-Пентахлорбифенил
# 127		3,3',4,5,5'-Пентахлорбифенил
# 128	$C_{12}H_4Cl_6$	2,2',3,3',4,4'-Гексахлорбифенил
# 129		2,2',3,3',4,5-Гексахлорбифенил
# 130		2,2',3,3',4,5'-Гексахлорбифенил
# 131		2,2',3,3',4,6-Гексахлорбифенил
# 132		2,2',3,3',4,6'-Гексахлорбифенил
# 133		2,2',3,3',5,5'-Гексахлорбифенил
# 134		2,2',3,3',5,6-Гексахлорбифенил
# 135		2,2',3,3',5,6'-Гексахлорбифенил
# 136		2,2',3,3',6,6'-Гексахлорбифенил
# 137		2,2',3,4,4',5-Гексахлорбифенил
# 138		2,2',3,4,4',5'-Гексахлорбифенил
# 139		2,2',3,4,4',6-Гексахлорбифенил
# 140		2,2',3,4,4',6'-Гексахлорбифенил
# 141		2,2',3,4,5,5'-Гексахлорбифенил
# 142		2,2',3,4,5,6-Гексахлорбифенил
# 143		2,2',3,4,5,6'-Гексахлорбифенил

Продолжение таблицы А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 144	$C_{12}H_4Cl_6$	2,2',3,4,5',6-Гексахлорбифенил
# 145		2,2',3,4,6,6'-Гексахлорбифенил
# 146		2,2',3,4',5,5'-Гексахлорбифенил
# 147		2,2',3,4',5,6-Гексахлорбифенил
# 148		2,2',3,4',5,6'-Гексахлорбифенил
# 149		2,2',3,4',5',6-Гексахлорбифенил
# 150		2,2',3,4',6,6'-Гексахлорбифенил
# 151		2,2',3,5,5',6-Гексахлорбифенил
# 152		2,2',3,5,6,6'-Гексахлорбифенил
# 153		2,2',4,4',5,5'-Гексахлорбифенил
# 154		2,2',4,4',5,6'-Гексахлорбифенил
# 155		2,2',4,4',6,6'-Гексахлорбифенил
# 156		2,3,3',4,4',5-Гексахлорбифенил
# 157		2,3,3',4,4',5'-Гексахлорбифенил
# 158		2,3,3',4,4',6-Гексахлорбифенил
# 159		2,3,3',4,5,5'-Гексахлорбифенил
# 160		2,3,3',4,5,6-Гексахлорбифенил
# 161		2,3,3',4,5',6-Гексахлорбифенил
# 162		2,3,3',4',5,5'-Гексахлорбифенил
# 163		2,3,3',4',5,6-Гексахлорбифенил
# 164		2,3,3',4',5',6-Гексахлорбифенил
# 165		2,3,3',5,5',6-Гексахлорбифенил
# 166		2,3,4,4',5,6-Гексахлорбифенил
# 167		2,3',4,4',5,5'-Гексахлорбифенил
# 168		2,3',4,4',5',6-Гексахлорбифенил
# 169		3,3',4,4',5,5'-Гексахлорбифенил
# 170	$C_{12}H_3Cl_7$	2,2',3,3',4,4',5-Гептахлорбифенил
# 171		2,2',3,3',4,4',6-Гептахлорбифенил
# 172		2,2',3,3',4,5,5'-Гептахлорбифенил
# 173		2,2',3,3',4,5,6-Гептахлорбифенил
# 174		2,2',3,3',4,5,6'-Гептахлорбифенил
# 175		2,2',3,3',4,5',6-Гептахлорбифенил
# 176		2,2',3,3',4,6,6'-Гептахлорбифенил
# 177		2,2',3,3',4',5,6-Гептахлорбифенил
# 178		2,2',3,3',5,5',6-Гептахлорбифенил
# 179		2,2',3,3',5,6,6'-Гептахлорбифенил
# 180		2,2',3,4,4',5,5'-Гептахлорбифенил

Окончание таблицы А.1

Номенклатура по UPAC	Эмпирическая формула	Структура
# 181	$C_{12}H_3C_{17}$	2,2',3,4,4',5,6-Гептахлорбифенил
# 182		2,2',3,4,4',5,6'-Гептахлорбифенил
# 183		2,2',3,4,4',5',6-Гептахлорбифенил
# 184		2,2',3,4,4',6,6'-Гептахлорбифенил
# 185		2,2',3,4,5,5',6-Гептахлорбифенил
# 186		2,2',3,4,5,6,6'-Гептахлорбифенил
# 187		2,2',3,4',5,5',6-Гептахлорбифенил
# 188		2,2',3,4',5,6,6'-Гептахлорбифенил
# 189		2,3,3',4,4',5,5'-Гептахлорбифенил
# 190		2,3,3',4,4',5,6-Гептахлорбифенил
# 191		2,3,3',4,4',5',6-Гептахлорбифенил
# 192		2,3,3',4,5,5',6-Гептахлорбифенил
# 193		2,3,3',4',5,5',6-Гептахлорбифенил
# 194	$C_{12}H_2Cl_8$	2,2',3,3',4,4',5,5'-Октахлорбифенил
# 195		2,2',3,3',4,4',5,6-Октахлорбифенил
# 196		2,2',3,3',4,4',5',6-Октахлорбифенил
# 197		2,2',3,3',4,4',6,6'-Октахлорбифенил
# 198		2,2',3,3',4,5,5',6-Октахлорбифенил
# 199		2,2',3,3',4',5,5',6-Октахлорбифенил
# 200		2,2',3,3',4,5,6,6'-Октахлорбифенил
# 201		2,2',3,3',4,5',6,6'-Октахлорбифенил
# 202		2,2',3,3',5,5',6,6'-Октахлорбифенил
# 203		2,2',3,4,4',5,5',6-Октахлорбифенил
# 204		2,2',3,4,4',5,6,6'-Октахлорбифенил
# 205		2,3,3',4,4',5,5',6-Октахлорбифенил
# 206	$C_{12}HCl_9$	2,2',3,3',4,4',5,5',6-Нонахлорбифенил
# 207		2,2',3,3',4,4',5,5',6'-Нонахлорбифенил
# 208		2,2',3,3',4,5,5',6,6'-Нонахлорбифенил
# 209	$C_{12}Cl_{10}$	Декахлорбифенил

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. — Л.: Гидрометеоиздат, 1983. — С.161-189.

[2] РекомендацииГСИМИ 2335-2003. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

Ключевые слова: методические указания, конгенеры полихлорбифенилов, биоматериал, капиллярная газожидкостная хроматография, выполнение измерений, контроль точности результатов измерений

Лист регистрации изменений РД 52.18.668—2005

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения тзменениея	введения изменения

Научно-производственное издание

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.18.668—2005

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
Определение массовой доли индивидуальных конгенеров полихлорбифенилов в пробах биоматериала
Методика выполнения измерений методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Подписано в печать 17.10.06. Формат 60× 84 1/16. Бумага Баллет Классик.
Печать лазерная.
Печ. л. 2,0. Тираж 150 экз. Индекс 11. Заказ ИД-36.

Метеоагентство Росгидромета
123242, Нововаганьковский пер., д.7/12.
Тел./факс: +7 (495) 255-22-30.