

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Министра,
Главный государственный
санитарный врач

_____ М.И. Римжа
5 января 2006 г.
Регистрационный № 109-1006

**МЕТОДИКА ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ
И ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ
В ГРУДНОМ ЖЕНСКОМ МОЛОКЕ
И ПРОДУКТАХ ЖИВОТНОВОДСТВА
С ПОМОЩЬЮ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

инструкция по применению

УЧРЕЖДЕНИЕ-РАЗРАБОТЧИК: Республиканский научно-практический центр
гигиены

Авторы: канд. хим. наук О.В. Шуляковская, Е.Н. Баркатина, Т.А. Федорова,
Н.В. Буневич

Минск 2007

Настоящая инструкция предлагает методику идентификации и выполнения измерений массовой концентрации (далее — концентрация) остаточных количеств полихлорированных бифенилов (ПХБ) и хлорорганических пестицидов (далее — ХОП) в грудном женском молоке и продуктах животноводства (молоко, мясо животных и птицы, мясопродукты) с применением метода газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов (далее — ДЭЗ).

Настоящая инструкция предназначена для органов и учреждений, осуществляющих государственный санитарный надзор, для научно-исследовательских учреждений и других заинтересованных организаций.

Характеристика веществ

ПХБ и ХОП являются стойкими органическими загрязнителями окружающей среды. Они обладают персистентностью, химической устойчивостью, токсичностью, липофильностью и способностью к биоаккумуляции в жировых тканях человека и животных. В методике определяются остаточные количества семи доминирующих конгенов ПХБ (2,4,4'-трихлорбифенила, № 28 по номенклатуре IUPAC; 2,2',5,5'-тетрахлорбифенила, № 52; 2,2',4,5,5'-пентахлорбифенила, № 101; 2,3',4,4',5'-пентахлорбифенила, номер 118; 2,2',3,4,4',5'-гексахлорбифенила, номер 138; 2,2',4,4',5,5'-гексахлорбифенила, № 153; 2,2',3,4,4',5,5'-гептахлорбифенила, № 180) и девяти ХОП: гексахлорбензола, α -, β -, γ -гексахлорциклогексана (ГХЦГ), гептахлора, альдрина, ДДЕ, ДДД и ДДТ.

ПЕРЕЧЕНЬ НЕОБХОДИМОГО ОБОРУДОВАНИЯ, РЕАКТИВОВ, ПРЕПАРАТОВ, ИЗДЕЛИЙ МЕДИЦИНСКОЙ ТЕХНИКИ

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов.

Весы лабораторные общего назначения ВЛР 200, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г (ГОСТ 24104).

Колбы мерные 2-10-2, 2-25-2, 2-100-2 (ГОСТ 1770).

Пипетки градуированные 1-1-1-1, 1-1-1-2, 1-1-1-5 (ГОСТ 29227).

Цилиндры мерные 1-50-2, 1-100-2 (ГОСТ 1770).

Микрошприцы, 10, 25, 100, 500 мкл 10.

Колонка хроматографическая кварцевая капиллярная слабополярная ДВ-1701 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки 0,25 мкм или равноценная указанной, позволяющая получить такое же разделение анализируемых веществ.

Генератор водорода ГВЧ-12 (АО «Экрос», С.-Петербург).

Перемешивающее устройство ПЭ-6410.

Фильтр «синяя лента» (ГОСТ 12026).

Ротационный испаритель.

Ступка фарфоровая № 4 (ГОСТ 9147).

Воронка делительная ВД-1-100 ХС
ВД-1-200 ХС (ГОСТ 25336).

Колбы Гр-100-14123 ТС
О-50-14123 ТС (ГОСТ 25336).

Воронка стеклянная В-56-80 ХС
В-75-110 ХС (ГОСТ 25336).

Бумага индикаторная универсальная (ТУ 6-09-118-89).

Барометр (ТУ 2504-1797-75).

Гексахлорбензол, 99% основного вещества.
 α -гексахлорциклогексан, 99% основного вещества.
 β -гексахлорциклогексан, 99% основного вещества.
 γ -гексахлорциклогексан, 99% основного вещества.

Гептахлор, 99% основного вещества.
Альдрин, 99% основного вещества.
4,4'-ДДЕ, 99% основного вещества.
4,4'-ДДД, 99% основного вещества.
4,4'-ДДТ, 99% основного вещества.

2,4,4'-трихлорбифенил, № 28, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 3,4\%$, 98% основного вещества.
2,2',5,5'-тетрахлорбифенил, № 52, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 3,4\%$, 99% основного вещества.
2,2',4,5,5'-пентахлорбифенил, № 101, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 3,4\%$, 94% основного вещества.
2,3',4,4',5'-пентахлорбифенил, № 118, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 2,4\%$, 99% основного вещества.
2,2',3,4,4',5'-гексахлорбифенил, № 138, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 2,4\%$, 98% основного вещества.
2,2',4,4',5,5'-гексахлорбифенил, № 153, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 4,1\%$, 94% основного вещества.
2,2',3,4,4',5,5'-гептахлорбифенил, № 180, раствор в изооктане концентрацией $10 \text{ мкг/см}^3 \pm 3,4\%$, 98% основного вещества.

Гексан, 95% основного вещества.
Диэтиловый эфир, химически чистый (далее — х.ч.) (ГОСТ 6265-74).
Спирт этиловый (ГОСТ 5962-67).
Ацетон, х.ч. (ГОСТ 2603-79).
Натрий серноокислый безводный, х.ч. (ГОСТ 4166-76).
Оксалат калия, х.ч. (ГОСТ 5868-78).
Натрий углекислый кислый, х.ч. (ГОСТ 4201-79).
Кислота серная, х.ч. (ГОСТ 4204-77).
Вода дистиллированная (ГОСТ 6709-72).

Могут быть использованы другие средства измерения и вспомогательные устройства, по точности не уступающие рекомендуемым, а также реактивы не ниже указанной чистоты.

ОПИСАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ СПОСОБА

Методика определения основана на экстракции остаточных количеств ПХБ и ХОП из пробы грудного женского молока и молока животных диэтиловым эфиром в присутствии оксалата калия и этанола и смесью гексана с ацетоном из проб мяса и мясопродуктов, последующей очистке экстракта концентрированной серной кислотой, отмывании экстракта водой, осушении его сульфатом натрия, концентрировании на роторном испарителе и определении контаминантов с помощью газожидкостной хроматографии.

Идентификация вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение — методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения составляет 0,06 мкг/л анализируемой пробы. Диапазон линейности для всех исследованных контаминантов — 0,0003–0,15 мкг/см³ исследуемого раствора или в пересчете на исследуемый продукт 0,00006–0,0300 мг/л или мг/кг. Интервал определяемых концентраций остаточных количеств ПХБ и ХОП — 0,0001–0,0300 мг/л (для молока) или 0,0001–0,0300 мг/кг (для мяса). Для определения более высоких концентраций остаточных количеств ПХБ и ХОП необходимо уменьшить массу навески пробы или увеличить количество гексана, в котором растворен экстракт для хроматографирования. Метрологические значения методики характеризуются в приложении.

Требования безопасности

При работе с реактивами и приборами должны соблюдаться требования безопасности, установленные в действующих технических нормативных правовых актах.

Анализ по данной методике должен выполняться согласно инструкции «Основные правила безопасности работы в химических лабораториях» (М., 1979) и инструкции «Общие правила пожарной безопасности Республики Беларусь для общественных зданий и сооружений» (ППБ 1.04-2002).

Параметры микроклимата на рабочих местах должны соответствовать требованиям СанПиН 9-80 РБ 98 «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений», утвержденным постановлением Главного государственного санитарного врача Республики Беларусь от 25.03.99 г. № 9-80-98 и ГОСТ 12.1.005-88.

Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие настоящую инструкцию и прошедшие подготовку для работы на газовом хроматографе.

Условия выполнения измерений

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

- температура воздуха 20 ± 5 °С;
- атмосферное давление 84,0–106,7 кПа (630–800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25 °С;
- напряжение питающей сети 220 ± 22 В;
- частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка измерительной аппаратуры, приготовление растворов, построение градуировочных графиков, отбор и подготовка проб к анализу.

Подготовка измерительной аппаратуры

Включают хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для термостата колонок, испарителя и детектора. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30–40 мин. Условием стабильности является дрейф нулевого сигнала, не превышающий 1–2% от шкалы регистрации сигнала при чувствительности, соответствующей минимально определяемой концентрации.

Приготовление растворов

Приготовление основных стандартных растворов полихлорированных бифенилов концентрацией $0,4 \text{ мкг/см}^3$ (а) и хлорорганических пестицидов концентрацией 1 мкг/см^3 (б):

а) готовят основной стандартный раствор смеси ПХБ концентрацией $0,4 \text{ мкг/см}^3$. По 1 см^3 раствора каждого ПХБ концентрацией 10 мкг/см^3 в изооктане вносят в колбу вместимостью 25 см^3 , доводят раствор до метки гексаном. Раствор может храниться в холодильнике в колбе с притертой пробкой в течение 6 мес;

б) готовят основной стандартный раствор смеси ХОП концентрацией 1 мкг/см^3 . Взвешивают на часовом стекле с точностью до $\pm 0,0001 \text{ г}$ 10 мг каждого ХОП. Навеску каждого ХОП количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 , добавляют немного гексана. Колбы встряхивают до полного растворения вещества, затем доводят до метки гексаном. Концентрация каждого раствора ХОП составляет 100 мкг/см^3 . По 1 см^3 растворов каждого ХОП концентрацией 100 мкг/см^3 вносят в колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки гексаном. Концентрация каждого ХОП в смеси составляет 1 мкг/см^3 . Раствор хранится в колбе с притертой пробкой в холодильнике в течение 6 мес.

Приготовление рабочего стандартного раствора смеси ПХБ и ХОП

Готовят рабочий стандартный раствор смеси ПХБ и ХОП концентрацией $0,2 \text{ мкг/см}^3$. Берут 5 и 2 см^3 раствора смеси ПХБ концентрацией $0,4 \text{ мкг/см}^3$ и ХОП концентрацией 1 мкг/см^3 соответственно пипетками на 5 и 2 см^3 и вносят в

мерную колбу объемом 10 см³. Доводят до метки гексаном. Раствор хранится в колбе с притертой пробкой в холодильнике в течение двух мес.

Приготовление градуировочных растворов смеси ПХБ и ХОП

Для приготовления градуировочных растворов смеси ПХБ и ХОП в гексане с концентрацией 0,0003; 0,0015; 0,0050; 0,0150; 0,0250; 0,0750; 0,1500 мкг/см³ в мерные колбы вместимостью 10 см³ микрошприцами на 25, 100 и 500 мкл и градуировочными пипетками на 1, 2, 5 и 10 см³ вносят 15, 75, 250 мкл; 0,75; 1,25; 3,75 и 7,5 см³ рабочего стандартного раствора смеси ПХБ и ХОП соответственно и доводят до метки гексаном. Растворы могут храниться в холодильнике в течение двух недель.

Построение градуировочных графиков

Весь диапазон измеряемых концентраций разбиваем на три поддиапазона 0,0003–0,0050 мкг/см³; 0,0050–0,0250 мкг/см³ и 0,0250–0,1500 мкг/см³.

При построении градуировочного графика первого поддиапазона используют градуировочные растворы смеси ПХБ и ХОП в гексане с концентрацией 0,0003; 0,0015; 0,0050 мкг/см³. Пять мкл каждого раствора вводят в хроматограф, начиная с раствора с наименьшей концентрацией, не менее 5 раз. При этом значения времени удерживания определяемых компонентов не должны отличаться друг от друга более чем на 1%.

При построении градуировочного графика второго поддиапазона используют градуировочные растворы смеси ПХБ и ХОП в гексане с концентрацией 0,0050; 0,0150; 0,0250 мкг/см³; третьего поддиапазона — 0,0250; 0,0750 и 0,1500 мкг/см³.

Время удерживания представлено в таблице 1.

Таблица 1

Время удерживания и относительное время удерживания исследуемых ХОП и ПХБ

Компонент	Время удерживания, мин	Относительное время удерживания	Компонент	Время удерживания, мин	Относительное время удерживания
ГХБ	5,84	0,464	ПХБ 101	11,26	0,895
α-ГХЦГ	6,67	0,530	ДДЕ	12,58	1,00
γ-ГХЦГ	7,56	0,601	ПХБ 118	13,91	1,106
ПХБ 28	7,75	0,616	ПХБ 153	14,55	1,157
Гептахлор	8,04	0,639	ДДД	15,93	1,266
ПХБ 52	8,61	0,684	ПХБ 138	16,07	1,277
Альдрин	8,74	0,695	ДДТ	16,67	1,325
β-ГХЦГ	9,54	0,758	ПХБ 180	19,18	1,525

Значения времени удерживания, указанные в таблице 1, должны быть уточнены при использовании других типов оборудования, реагентов и хроматографических колонок.

Условия хроматографирования:

объем вводимой пробы — 5 мкл;

давление газа-носителя водорода на входе в колонку 100 кПа;

температура колонки $100\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}} 200\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}} 260\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}} 280\text{ }^{\circ}\text{C}$
(3 мин);

температура испарителя $250\text{ }^{\circ}\text{C}$;

температура детектора $380\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Для построения градуировочных графиков измеряют площади пиков, соответствующие концентрациям ПХБ и ХОП в градуировочных растворах. По полученным данным рассчитывают коэффициенты регрессии a и b прямой $Y = aX + b$ методом наименьших квадратов.

Градуировочный график строится с учетом вычисленных значений уравнения:

$$Y = aX + b,$$

где Y — площадь пика определяемых концентраций;

X — концентрации контаминантов в градуировочном растворе;

a и b — коэффициенты регрессии.

Отбор и подготовка проб к анализу

Экстракция остаточных количеств ПХБ и ХОП из проб грудного женского молока

Из 100 см^3 грудного женского молока тщательно, перемешанного, отбирают 10 мл в делительную воронку на 100 см^3 . К молоку прибавляют 2 см^3 5% водного раствора оксалата калия и 10 см^3 этилового спирта. Встряхивают в течение 2 мин, добавляют 20 см^3 диэтилового эфира и встряхивают 1–2 мин, добавляют 10 см^3 гексана и снова встряхивают 1–2 мин. Отстаивают 10–15 мин и отделяют эфирный слой. Упаривают его на ротационном испарителе под вакуумом при $35\text{--}40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до тех пор, пока в колбе не останется чистый жир. Жир растворяют в 30 см^3 гексана, количественно перенося в делительную воронку вместимостью 100 см^3 .

Экстракция остаточных количеств ПХБ и ХОП из проб молока животных

Отбор проб проводили в соответствии с требованиями СТБ 1036-97 «Продукты пищевые и продовольственное сырье. Методы отбора проб для определения показателей безопасности».

Из 2 дм^3 тщательно перемешанного молока животных (коровье, козье и т.д.) отбирают 25 см^3 в делительную воронку на 200 см^3 . К молоку прибавляют 5 см^3 5%-го водного раствора оксалата калия и 25 см^3 этилового спирта. Встряхивают в течение 1–2 мин, добавляют 45 см^3 диэтилового эфира и

встряхивают 1–2 мин, добавляют 25 см³ гексана и снова встряхивают 1–2 мин. Отстаивают 10–15 мин и отделяют эфирный слой. Упаривают его на ротационном испарителе под вакуумом при 35–40 °С до тех пор, пока в колбе не останется чистый жир. Жир растворяют в 30 см³ гексана, количественно перенося в делительную воронку вместимостью 100 см³.

Экстракция остаточных количеств ПХБ и ХОП из проб мяса и мясопродуктов

Пробу массой 1 кг пропускают через мясорубку, тщательно перемешивают и отбирают навеску массой 5 г с точностью $\pm 0,01$ г. Затем навеску измельченного образца тщательно растирают в фарфоровой ступке с 15–20 г безводного сульфата натрия, количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, смывая 50 см³ смеси гексан–ацетон в соотношении 1:1. Устанавливают колбу на перемешивающее устройство для экстракции. Время экстракции 90 мин. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Экстракцию проводят дважды с тем же количеством растворителей. Экстракты объединяют и отгоняют растворитель на ротационном испарителе до 0,5 см³. Затем к остатку добавляют 30 см³ гексана, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³.

Очистка экстрактов проб

Для очистки экстракта используют серную кислоту. Очистку проводят до тех пор, пока она не обесцветится. Очищенный экстракт промывают сначала дистиллированной водой, затем 1% раствором NaHCO₃ и снова дистиллированной водой до pH = 7. Далее очищенный экстракт количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, сушат 15 г безводного сульфата натрия, фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 50 см³, отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема 0,5–1,0 см³. Последние капли растворителя удаляют с помощью резиновой груши. К остатку пипеткой вместимостью 1 см³ добавляют 1 см³ гексана. Колбу закрывают притертой стеклянной пробкой. Полученный экстракт в количестве 5 мкл вводят в хроматограф не менее 2 раз.

Выполнение измерений

Анализ полученных экстрактов проводится на газовом хроматографе. Условия хроматографирования такие же, как и при построении градуировочного графика.

Качественная идентификация ПХБ и ХОП осуществляется по времени удерживания или по относительному времени удерживания анализируемых компонентов, а также путем ввода в пробу раствора смеси чистых стандартных веществ. В последнем случае увеличение высоты сигнала соответствующего пика без изменения его ширины свидетельствует о наличии компонента. Производят расчет площади пиков и по градуировочным графикам, построенным при анализе градуировочных растворов, определяют содержание ПХБ и ХОП в гексановом экстракте. Для подтверждения результатов анализа в

сомнительных случаях рекомендуется использовать альтернативную неполярную капиллярную колонку RTX-1.

Обработка результатов измерений

Содержание каждого компонента ПХБ и ХОП в пробе (X') в мг/кг продукта рассчитывают по формуле:

$$X'' = \frac{X' \times V \times V_1}{m \times V_2},$$

где X' — концентрация ПХБ и ХОП, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

m — масса навески, г;

V — объем экстракта, см³ ($V = 1$ см³);

V_1 — объем, взятый для хроматографирования при построении градуировочного графика, мкл ($V_1 = 5$ мкл);

V_2 — объем, взятый для хроматографирования при исследовании пробы, мкл ($V_2 = 5$ мкл).

За результат анализа принимают среднее арифметическое определения концентраций каждого ПХБ и ХОП, найденных в двух параллельных пробах. Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:

$$X = \bar{X} \pm \Delta,$$

где $\bar{X} = \frac{X_1'' + X_2''}{2}$

X_1'' — концентрация каждого ПХБ и ХОП в первой пробе, мг/кг;

X_2'' — концентрация каждого ПХБ и ХОП во второй пробе, мг/кг;

\bar{X} — средняя концентрация каждого ПХБ и ХОП, рассчитанная при анализе двух параллельных проб;

Δ — суммарная погрешность методики.

Приложение
Таблица 1

Значения точностных параметров методики
(диапазон концентраций 0,0050–0,0300 мг/кг)

Компонент	Число параллельных определений, n	Границы суммы неискл. системат. погреш., Q_n , %	Погрешность град. графика, $\Delta_{гр}$, %	Доверительные границы случ. составляющей погреш. град. графика, E_y	Норматив сходимости, d , %	Норматив воспроизводимости, D , %	Норматив точности, K , %	Допустимые расхожд. между результатами в разных лабораториях, %	Относит. суммарная погреш. результата измерения, Δ , %
ГХБ	2	5,52	0,87	2,10	1,73	13,82	15,74	22,31	11,15
α -ГХЦГ	2	5,58	1,3	2,30	1,77	13,55	15,59	22,12	11,06
γ -ГХЦГ	2	5,46	0,62	1,72	1,86	14,06	15,95	22,62	11,31
ПХБ-28	2	5,74	1,89	5,25	2,18	14,00	16,09	22,82	11,41
Гептахлор	2	5,53	1,07	2,97	1,99	15,85	17,57	24,92	12,46
ПХБ 52	2	5,49	0,89	2,47	2,22	16,17	17,82	25,28	12,64
Альдрин	2	5,51	0,96	2,66	3,04	15,15	16,96	24,06	12,03
β -ГХЦГ	2	5,86	2,21	6,13	1,91	12,52	14,95	21,20	10,60
ПХБ 101	2	5,45	0,50	1,39	1,77	14,45	16,27	23,08	11,54
ДДЕ	2	5,53	1,10	3,05	1,64	13,45	15,47	21,94	10,97
ПХБ 118	2	5,44	0,46	1,28	1,83	12,61	14,69	20,84	10,42
ПХБ 153	2	5,47	0,71	1,97	1,99	13,95	15,86	22,50	11,25
ДДД	2	5,46	0,65	1,80	2,42	12,74	14,82	21,02	10,51
ПХБ 138	2	5,45	0,56	1,55	1,82	13,54	15,50	21,98	10,99
ДДТ	2	5,45	0,54	1,50	1,76	14,77	16,57	23,50	11,75
ПХБ 180	2	5,46	0,61	1,69	1,72	14,46	16,30	23,12	11,56

Таблица 2

Значения точностных параметров методики
(диапазон концентраций 0,0010–0,00500 мг/кг)

Компонент	Число параллельных определений, n	Границы суммы неискл. системат. погреш., Q_n , %	Погрешность град. графика, $\Delta_{гр.}$, %	Доверительные границы случ. составляющей погреш. град. графика, E_y	Норматив сходимости, d , %	Норматив воспроизводимости, D , %	Норматив точности, K , %	Допустимые расхожд. между результатами в разных лабораториях, %	Относит. суммарная погреш. результата измерения, Δ , %
ГХБ	2	5,52	1,14	3,92	9,12	17,54	19,21	27,47	13,63
α -ГХЦГ	2	5,49	0,83	3,61	8,95	17,03	18,60	26,38	13,19
γ -ГХЦГ	2	5,79	2,02	5,61	10,31	18,98	20,53	29,12	14,56
ПХБ-28	2	6,39	3,38	9,38	11,51	19,58	21,43	30,40	15,20
Гептахлор	2	5,57	1,26	3,50	8,50	19,75	21,19	30,06	15,03
ПХБ 52	2	6,11	2,30	7,80	11,24	18,83	20,59	29,20	14,60
Альдрин	2	5,73	1,86	5,17	10,81	19,82	21,28	30,18	15,09
β -ГХЦГ	2	5,92	2,38	6,61	10,81	15,92	17,88	25,36	12,68
ПХБ 101	2	5,52	1,03	2,86	11,62	19,96	21,29	30,20	15,10
ДДЕ	2	5,86	2,22	6,16	8,86	17,48	19,22	27,26	13,63
ПХБ 118	2	5,64	1,57	4,36	9,63	18,15	19,70	27,94	13,97
ПХБ 153	2	5,55	1,02	2,83	10,16	18,80	20,23	28,70	14,35
ДДД	2	5,49	0,84	2,33	10,19	18,79	20,19	28,64	14,32
ПХБ 138	2	5,75	1,91	5,30	10,81	18,63	20,19	28,64	14,32
ДДТ	2	5,57	1,26	3,50	9,70	19,74	21,11	29,94	14,97
ПХБ 180	2	5,69	1,73	4,80	8,45	18,88	20,39	28,92	14,46

Таблица 2

Значения точностных параметров методики
(диапазон концентраций 0,0001–0,0010 мг/кг)

Компонент	Число параллельных определений, n	Границы суммы неискл. системат. погреш., Q_n , %	Погрешность град. графика, $\Delta_{гр.}$, %	Доверительные границы случ. составляющей погреш. град. графика, E_y	Норматив сходимости, d , %	Норматив воспроизводимости, D , %	Норматив точности, K , %	Допустимые расхожд. между результатами в разных лабораториях, %	Относит. суммарная погреш. результата измерения, Δ , %
ГХБ	2	6,05	2,75	7,70	11,92	20,16	22,04	31,22	15,61
α -ГХЦГ	2	6,08	2,74	7,61	12,10	20,06	21,69	30,76	15,38
γ -ГХЦГ	2	6,10	2,80	7,77	11,72	20,81	22,38	31,74	15,87
ПХБ-28	2	6,68	3,91	10,85	12,70	22,84	24,055	34,82	17,41
Гептахлор	2	5,78	1,99	5,52	10,68	21,01	22,39	31,76	15,88
ПХБ 52	2	5,89	2,30	6,38	12,41	20,63	22,09	31,34	15,67
Альдрин	2	6,20	3,00	8,33	11,23	22,09	23,60	33,48	16,74
β -ГХЦГ	2	6,38	3,36	9,32	13,64	25,88	27,21	38,60	19,30
ПХБ 101	2	6,01	2,60	7,22	11,65	26,15	27,31	38,74	19,37
ДДЕ	2	5,95	2,44	6,77	10,96	19,54	21,14	29,98	14,99
ПХБ 118	2	6,55	3,68	10,22	11,59	20,93	22,74	32,26	16,13
ПХБ 153	2	5,60	1,41	3,91	11,96	21,85	23,08	32,74	16,37
ДДД	2	5,73	1,86	5,16	11,20	20,36	21,77	30,88	15,44
ПХБ 138	2	5,63	1,52	4,22	11,61	21,08	22,39	31,76	15,88
ДДТ	2	5,67	1,65	4,58	12,02	23,52	24,68	35,00	17,50
ПХБ 180	2	6,04	2,67	7,41	11,57	21,83	23,28	33,02	16,51