МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32194—
2013
(ISO 14181:2000)**

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков хлорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

(ISO 14181:2000, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе аутентичного перевода международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44–2013 от 14 ноября 2013 г.)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1885-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32194—2013 (ISO 14181:2000) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 14181:2000 Animal feeding stuffs - Determination of residues of organochiorine pesticides — Gas chromatographic method (Корма для животных. Определение остатков хлорорганических пестицидов. Метод газовой хроматографии).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO/TC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечание и приложение выделены полужирным курсивом.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема: «литр» на «кубический дециметр», «миллилитр» на «кубический сантиметр», для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 пункт 4.14.1.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в соответствии с требованиями межгосударственной системы стандартизации и общепринятой отраслевой терминологией.

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты, используемые в примененном международном стандарте, заменены на межгосударственные стандарты, гармонизированные с международными.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию, стандартизации и метрологии.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 32194—2013 (ISO 14181:2000) Корма, комбикорма. Определение остатков хлорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.12.3, заголовок	**Рабочие растворы *массовой* концентрации 0,5 мкг/*см*^{3}**	**Рабочие растворы *массовой* концентрации 0,05 мкг/*см*^{3}**
Первый абзац	5 *см*^{3}	0,5 *см*^{3}

(ИУС № 4 2017 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение остатков хлорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

Feeds, compound feeds.
Determination of organochlorine pesticides residues by gas chromatographic method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма *и комбикорма* и *устанавливает* метод определения остатков хлорорганических пестицидов с *помощью* газовой хроматографии.

Метод *применим для определения следующих* хлорорганических пестицидов и некоторых их изомеров и продуктов разложения:

- альдрин;
- op'-DDE;
- pp'-DDE;
- op'-DDT;
- pp'-DDT;
- дильдрин;
- эндосульфан;
- эндрин;
- HCB;
- α-HCH (α-BHC);
- β-HCH (β -BHC);
- γ-HCH (γ-BHC);
- δ-HCH (δ-BHC);
- гептахлор;
- эпоксид гептахлора;
- op'-TDE (op'-DDD);
- pp'-TDE (pp'-DDD);
- метоксихлор.

Нижний предел определения хлорорганических пестицидов составляет:

- 0,01 мкг/г – для op'-DDT и pp'-DDT;
- 0,05 мкг/г – для метоксихлора;
- 0,005 мкг/г – для всех остальных перечисленных выше пестицидов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения

повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Издание официальное

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13496.0–80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29227–91 (ISO 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 31218–2003 (ISO 6498–98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

Примечание — 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

Сущность метода заключается в экстракции хлорорганических пестицидов из анализируемой пробы ацетоном, разбавлении полученного экстракта водой или насыщенным раствором хлористого натрия, *экстрагировании* дихлорметаном, концентрировании, очистке на хроматографической колонке с 10 %-ным дезактивированным водой силикагелем и их количественном определении газовой хроматографией с детектором электронного захвата или масс-селективным детектором.

4 Реактивы и материалы

4.1 Вода *дистиллированная по ГОСТ 6709.*
4.2 Гексан.
4.3 Ацетон *по ГОСТ 2603, ч. д. а.*
4.4 Дихлорметан.
4.5 Силикагель, с массовой фракцией воды 10 %.
Силикагель 60 с размером частиц от 63 до 200 мкм активируют при 130 °С в течение ночи и охлаждают в эксикаторе. После охлаждения до комнатной температуры силикагель переносят в воздухонепроницаемую стеклянную емкость и доливают дистиллированную воду в таком количестве, чтобы довести массовую долю воды до 10 %. Энергично встряхивают емкость механически или вручную в течение 30 с, затем силикагель отстаивают в течение 30 мин, встряхивая время от времени.
Приготовленный силикагель хранят не более 6 ч.
4.6 Растворитель элюирующий, *раствор* дихлорметана в гексане, 20 % по объему.
Смешивают 1 объем дихлорметана и 4 объема гексана.
4.7 Газ инертный, например, азот *по ГОСТ 9293, ос. ч.*
4.8 Натрий *сернокислый по ГОСТ 4166*, безводный.
4.9 Натрий *хлористый по ГОСТ 4233*, насыщенный раствор.
4.10 Государственные стандартные образцы пестицидов:
- альдрин [(1*R*,4*S*,4a*S*,5*S*,8*R*,8a*R*)-1,2,3,4,10,10-гексахлоро-1,4,4a,5,8,8a-гексагидро-1,4:5,8-диметанонафталин];
- *op'*-DDE [*o,p'*- (1,1 -дихлоро-2,2-бис (4-хлорфенил)этилен)];
- *pp'*-DDE [*p,p'*- (1,1 - дихлоро -2,2-бис (4- хлорфенил)этилен)];
- *op'*-DDT [*o,p* '- (1,1,1 - трихлоро -2,2-бис (4- хлорфенил)этилен)];
- *pp'*-DDT [*p,p'*-(1.1.1-трихлоро-2,2-bis(4- хлорфенил)этан)];
- дильдрин [(1*R*,4*S*,4a*S*,5*R*,6*R*,7*S*,8*S*,8a*R*)-1,2,3,4,10,10-гексахлоро-1,4,4a,5,6,7,8,8a-октагидро-6,7эпокси-1,4:5,8-диметанонафталин];
- эндосульфан (6,7,8,9,10,10-гексахлоро-1,5,5a,6,9,9a-гексагидро-6,9-метано-2,4,3-бензодиоксатипин 3-оксид);

- эндрин [(1*R*,4*S*,4a*S*,5*S*,6*S*,7*R*,8*R*,8a*R*)-1,2,3,4,10.10- гексахлоро -1,4,4a,5,6,7,8,8a-октагидро-6,7-эпокси-1,4:5,8- диметанонафталин];
- НСВ (гексахлорбензол);
- α -НСН (α -ВНС) (α-1,2,3,4,5,6- гексахлороциклогексан);
- ß -НСН (ß -ВНС) (ß -1,2,3,4,5,6- гексахлороциклогексан);
- γ-НСН (γ -ВНС; линдан) (γ -1,2,3,4,5,6- гексахлороциклогексан);
- δ-НСН (δ -ВНС) (δ -1,2,3,4,5,6- гексахлороциклогексан);
- гептахлор (1,4.5,6,7,8,8- гептахлоро-3а,4,7,7 а-тетрагидро-4,7-метаноинден);
- эпоксид гептахлора (гептахлороэпокси-тетрагидрометаноинден);
- *op'*-TDE (*op*-DDD) [*o,p'*-1,1-дихлоро-2,2-бис (4-хлорфенил)этан];
- *pp'*-TDE (*pp'*-DDD) [*p,p'*-1,1-дихлоро-2,2-bis (4-хлорфенил)этан];
- метоксихлор [1,1,1-трихлоро-2,2-бис(4-метоксифенил) этан].

4.11 Внутренний стандарт: мирекс (1,3,5 трибромбензол) или пентахлорнитробензол.

4.12 Стандартные и внутренние стандартные растворы пестицидов

4.12.1 Основные растворы *массовой* концентрации 1000 мкг/*см*^{3}

На весах (*см. 5.10*) взвешивают с погрешностью не более ± 0,1 мг, такое количество исходного стандартного образца пестицида (см. 4.10) или внутреннего стандарта (см. 4.11), которое дает в растворе концентрацию 1000 мкг/*см*^{3}. *Перед* взвешиванием *необходимо* проверить чистоту стандартного материала. Взвешенную массу *количественно переносят* в мерную колбу, разбавляют гексаном или другим растворителем, в частности, октаном. Доводят объем раствора до заданной величины и хорошо перемешивают.

Примечание — *Исключение составляет* ß-НСН, *который* растворяют в ацетоне.

Растворы хранят в темноте при температуре 4 °С в течение 6 мес.

4.12.2 Промежуточные растворы *массовой* концентрации 10 мкг/*см*^{3}

Отмеряют пипеткой (*см. 5.13) по* 1 *см*^{3} каждого основного раствора (см. 4.12.1) в отдельные мерные колбы *вместимостью* 100 *см*^{3} (*см. 5.11*). Разбавляют до нужного объема гексаном.

Растворы хранят в темноте при температуре 4 °С в течение 3 мес.

Примечание — Стандарты хлорорганических пестицидов при их правильном хранении стабильны. Исследования показали, что все беспримесные проверенные стандарты пестицидов являются стабильными в течение 15 лет при хранении при температуре минус 18 °С, и основные растворы стандартов пестицида в толуоле 1 мг/*см*^{3} являются стабильными по крайней мере 3 года при хранении при температуре минус 18 °С.

Рекомендуется следующий способ более длительного хранения. Часть подготовленных стандартных растворов пестицидов переносят в пузырьки из темного (коричневого) стекла с завинчивающимися крышками из политетрафторэтилена. Пузырьки взвешивают и хранят при температуре минус 20 °С. При необходимости пузырьки извлекают из морозильника, доводят до комнатной температуры и взвешивают. Если суммарная потеря массы (за счет испарения) составляет 10 % и более от замороженной чистой массы, пузырек утилизируют вместе с содержимым. Взвешивают и замораживают *основные* и промежуточные *стандартные* растворы, которые будут использоваться более чем через 3 месяца (как правило, в *емкостях вместимостью* 25 *см*^{3}). В противном случае, подготовленные *стандартные* растворы (обычно в *емкостях вместимостью* 2 *см*^{3}) хранят при температуре 4 °С и уничтожают после хранения в течение 3 мес.

4.12.3 Рабочие растворы *массовой* концентрации 0,5 мкг/*см*^{3}

Отмерить пипеткой (*см. 5.13*) 5 *см*^{3} каждого промежуточного раствора (см. 4.12.2) в мерные колбы *вместимостью* 100 *см*^{3} (*см. 5.11*) и довести объем до *метки* гексаном.

Растворы хранят при температуре 4 °С в темноте в течение 1 мес. (см. 4.12.2).

Примечание — Можно использовать реактивы только признанной аналитической чистоты, аналогичной указанной, или более высокой квалификации, изготовленные по другой нормативной или технической документации, в том числе импортные, обеспечивающие анализ соответствующего пестицида. Чистоту реактивов следует проверять в условиях, одинаковых с методом испытания. Хроматограмма не должна содержать следов каких-либо интерферирующих примесей.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Некоторые органические растворители могут являться канцерогенными веществами. Следует использовать их с осторожностью.

5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы

5.1 Воронки делительные, *вместимостью* 500 *см*^{3} с пробками и кранами из политетрафторэтилена (PTFE).

5.2 Колбы *с тубусом 1(2)-500 по ГОСТ 25336.*

5.3 Воронки Бюхнера *3 по ГОСТ 9147.*

5.4 Пробирки градуированные *вместимостью* 10 *см*^{3}, с пробками из политетрафторэтилена (PTFE).

5.5 Трубки для хроматографии стеклянные, длиной около 300 мм, с внутренним диаметром 8–10 мм, с грубой фриттовой пластиной с пористостью класса Р 100 (размер пор 40–100 мкм) [1] или с пробкой из стекловаты.

5.6 Испаритель роторный вакуумный, с круглодонными колбами *К-1(2)-100(500)-19/26(29/32, 34/36)-ТХС по ГОСТ 25336* и водяной баней с температурой (40 ± 2) °С.

5.7 Шейкер механический или блендер высокоскоростной.

5.8 Система газовой хроматографии, состоящая из:

- инжекционной системы без деления потоков или через колонку;
- колонки;
- детектора электронного захвата или масс-селективного детектора;
- электрометра;
- mV-рекодер или интегратор;
- компьютера со специальным программным обеспечением для регистрации и обработки данных.

Все инжекционные порты, термостатированная колонка и детектор должны иметь собственные независимые нагреватели *с погрешностью* регулировки температуры *не более* ± 0,1 °С.

Параметры хроматографической системы должны быть регулируемыми и должны быть оптимизированы под характеристики используемого измерительного прибора.

5.8.1 Инжекционная система

Может использоваться автосемплер или любое другое подходящее инжекционное устройство. Для ручных инжекций используют микрошприц с распылителем *вместимостью* 1–5 *мм*^{3} с длиной иглы, соответствующей режиму инжекции (без деления потоков или через колонку).

Перед впрыскиванием раствора в газовый хроматограф *необходимо* промыть шприц не менее 10 раз чистым растворителем, а затем еще пять раз – *вводимым* раствором. После ввода шприц прополоскать пять раз чистым растворителем.

5.8.2 Колонка

Рекомендуется использовать капиллярные колонки с фазами от неполярной до средней полярности, например: SE-30, SE-54, OV-17 или эквивалентные.

Колонки стандартные стеклянные длиной 2–4 м, с внутренним диаметром 2–4 мм, заполненные (2,5 % QF1+1 % OV 11+0.5 % XE 60) на Chromosorb WHP с размером частиц от 0,125 до 0,15 мм или любыми другими постоянными фазами и основой из инертного материала, рекомендованного для анализа остаточных количеств хлорорганических примесей.

Температурная программа колонки должна быть подобрана так, чтобы разделить смесь хлорорганических пестицидов, перечисленных в пункте 1, на отдельные пестициды (см. приложение А).

После монтажа новой колонки, ее следует выдержать 24 ч при температуре, незначительно превышающей максимальную рабочую температуру,
одновременно с продувкой газом-носителем, с отсоединенным от колонки детектором.

5.8.3 Детектор

Используют детектор электронного захвата (ECD) в режиме постоянного тока или постоянной частоты при таком напряжении поляризации, ширине импульса, амплитуде или частоте импульсов, при которых максимум 0,05 нг эпоксида гептахлора вызывает отклонение стрелки прибора на 40 % или 50 % от максимального показания шкалы.

5.8.4 Газ-носитель и подпитывающий газ

Используют чистый азот (очищенный от кислорода), чистый гелий или чистый водород, или смесь аргона и метана (в объемном соотношении 90 : 10 или 95 : 5 соответственно).

5.9 Мельница

5.10 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью ± 0,0001 г.

5.11 Колбы мерные 1(2)–100(250, 1000) - 2 по ГОСТ 1770.

5.12 Колбы конические Кн-2-1000-42-ТХС по ГОСТ 25336.

5.13 Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1-1(2, 10) по ГОСТ 29227.

5.14 Сито со стороной квадратной ячейки 1 мм.

5.15 Насос электрический, или водоструйный, или Комовского.
5.16 Цилиндры 1(1,2,2а,3,4)-100(500) по ГОСТ 1770.
5.17 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание:
1 Перед употреблением всю стеклянную посуду следует тщательно вымыть с моющим средством, свободным от интерферирующих веществ, ополоснуть чистой водой, затем ацетоном и просушить.
2 Не рекомендуется пользоваться посудой из пластмасс, не следует наносить смазку на пробки и вентили, поскольку примеси из них могут переходить в растворители.

Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов по качеству не ниже указанных.

6 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 13496.0.
Поступающая в лабораторию проба *должна быть представительной,* не поврежденной и не загрязненной *во время* транспортирования и хранения.

7 Подготовка проб

Пробу для *испытания* готовят в соответствии с *ГОСТ 31218.*
Сухие или с небольшой влажностью продукты (*зерно*, крупы, продукты *переработки* зерна, семена и *продукты переработки* масличных культур, комбикорма, сено и т. д.) тщательно перемешивают и измельчают *на лабораторной мельнице* (*см. 5.9*) до прохода через сито с отверстиями *1,0* мм (*см. 5.14*). Снова тщательно перемешивают.
Продукты с высокой влажностью (трава, силос и т. д.) измельчают и тщательно перемешивают до получения однородных проб.

8 Проведение испытания

8.1 Общие *положения*
Действия, описанные в 8.2 –8.4, выполняют как на *анализируемой пробе*, подготовленной *в соответствии* с *разделом* 7, так и на холостой пробе. *Содержание хлорорганических пестицидов* в холостой пробе должно быть *ниже* предела обнаружения, что *должно быть заранее проверено*. Холостой экстракт используют *в качестве основы* при подготовке матричного раствора (см. 8.5.3).
8.2 *Подготовка* пробы для испытания
На весах (*см. 5.10*) *взвешивают* пробу, подготовленную в соответствии с *разделом* 7:
(50 ± 0,1) г – для сухих или с низкой влажностью продуктов или
(100 ± 0,1) г – для продуктов с высокой влажностью
и помещают в коническую колбу *вместимостью* 1000 *см*^{3}.
8.3 Экстракция
Анализируемую пробу помещают в колбу и добавляют столько воды (*см. 4.1*), чтобы общий объем составил приблизительно 100 *см*^{3}. *Проба* должна хорошо пропитаться водой *в течение* приблизительно 5 мин. Затем в ту же колбу добавляют 200 *см*^{3} ацетона, плотно закрывают и встряхивают непрерывно в течение 2 ч на механическом шейкере или гомогенизируют в течение 2 мин в высокоскоростном блендере.
Суспензию фильтруют насосом через воронку Бюхнера (см. 5.3) с фильтровальной бумагой средней пористости (*см. 5.17*) в колбу *Бунзена вместимостью* 500 *см*^{3} (см. 5.2). Коническую колбу или чашку блендера и остаток на фильтровальной бумаге промывают двумя порциями ацетона по 25 *см*^{3}, собирая *смывы* в ту же *колбу с тубусом*.
Цилиндром (*см. 5.16*) измеряют объем фильтрата (V_1) и переносят 1/5 часть (V_2) *этого фильтрата* в делительную воронку *вместимостью* 500 *см*^{3} (*см. 5.1*). Добавляют в делительную воронку 250 *см*^{3} воды, 50 *см*^{3} насыщенного раствора хлористого натрия (см. 4.9) и 100 *см*^{3} дихлорметана (см. 4.4). Закрывают пробкой и встряхивают *в течение* 2 мин.
После разделения фаз слить нижнюю фазу (дихлорметан) во вторую делительную воронку *вместимостью* 500 *см*^{3} (*см. 5.1*). Повторяют процедуру дважды с 50 *см*^{3} дихлорметана (см. 4.4) и объединяют экстракты во второй делительной воронке.

Экстракт в дихлорметане промывают двумя порциями воды по 100 *см*^{3}, водную *фракцию отбрасывают.*

Экстракт в дихлорметане фильтруют через фильтровальную бумагу с 20 г *сернокислого* натрия (см. 4.8) в колбу для вакуумного испарителя *вместимостью* 500 *см*^{3} (*см. 5.6*). Ополаскивают делительную воронку и промывают *сернокислый* натрий двумя порциями дихлорметана по 10 *см*^{3} и добавляют их в ту же колбу.

Экстракт выпаривают в вакууме при температуре не более 40 °С до объема приблизительно 2 *см*^{3}. Раствор *количественно переносят* в градуированную пробирку *вместимостью* 10 *см*^{3} (см. 5.4), используя 1–2 *см*^{3} гексана, и выпаривают в азоте приблизительно до 1 *см*^{3}.

Не допускается полное выпаривание экстракта, *так как это может привести* к потере пестицида *вследствие* летучести растворителя или к неполному растворению *осадка.*

8.4 Очистка экстракта на колонке

8.4.1 Подготовка колонки

Помещают 5 г силикагеля (см. 4.5) в стеклянную трубку для хроматографии (см. 5.5). На поверхность силикагеля помещают 5 г безводного *сернокислого* натрия (см. 4.8). Подготовленную колонку промывают 20 *см*^{3} гексана.

Примечание — Вместо колонки с силикагелем можно использовать молотый кремнезем или Florisil картридж (например Millipore SEP PAK), после проверки эффективности и отсутствия загрязнений.

8.4.2 Очистка

Концентрированный экстракт (см. 8.3) количественно переносят на поверхность подготовленной колонки (см. 8.4.1) с помощью 1–2 *см*^{3} гексана.

Хлорорганический пестицид элюируют с помощью 50 *см*^{3} элюирующего растворителя (см. 4.6) и собирают элюат в колбу вакуумного испарителя (см. 5.6) *вместимостью* 100 *см*^{3}.

Элюат выпаривают в вакууме при температуре не выше 40 °С до объема 2 *см*^{3}, добавляют 10 *см*^{3} гексана и выпаривают еще раз до объема 1 *см*^{3}. Эту операцию повторяют дважды, оставляя при заключительном выпаривании не более 1 *см*^{3} гексана. *Выпаренный экстракт* переносят в градуированную пробирку (*см. 5.4*), используя 1–2 *см*^{3} гексана. Для хроматографии объем *раствора* доводят гексаном до 10 *см*^{3}.

Если используется внутренний стандарт, то *перед* окончательным разбавлением до 10 *см*^{3} гексаном добавляют 1 *см*^{3} промежуточного раствора (см. 4.12.2) внутреннего стандарта (см. 4.11). Готовят холостой экстракт для соответствующего матричного стандартного раствора (см. 8.5).

8.5 Газовая хроматография

8.5.1 Подготовка системы

Систему газового хроматографа (см. 5.8) готовят в соответствии с рекомендациями по эксплуатации.

Примеры условий работы газового хроматографа приведены в приложении А.

Если расход газа-носителя через колонку менее 25 *см*^{3}/мин, подключают к входу колонки дополнительный источник газа, чтобы обеспечить достаточно мощный поток газа по поверхности детектор электронного захвата (вспомогательного газа).

Сухой газ-носитель пропускают через 0,5 нм молекулярное сито-ловушку, встроенное в линию подачи газа-носителя, предварительно активированное при температуре 350 °С от 4 до 8 ч.

Каждый раз при подсоединении к системе очередного газового баллона *необходимо* повторно активировать ловушку.

8.5.2 Проверка линейности системы

Линейность системы проверяют введением от 0,05 до 0,5 нг эпоксида гептахлора.

Готовят рабочие растворы с массовой концентрацией эпоксида гептахлора в пределах от 0,01 до 0,1 мкг/ *см*^{3}. Вводят их по 1 *мм*^{3}.

Строят *график* коэффициента чувствительности (площадь/масса, нг, введенного эпоксида гептахлора относительно массы, нг, введенного эпоксида гептахлора). График должен иметь вид прямой линии, параллельной оси *X*.

Если *это условие нарушается*, то устанавливают диапазон массовых концентраций, в пределах которых отклик детектора является линейным.

8.5.3 *Измерение*

Вводят 1–2 *мм*^{3} рабочего раствора (см. 4.12.3), а затем такой же объем *экстракта анализируемой пробы* (см. 8.4.2). При необходимости *экстракт* разбавляют.

Индивидуальные пики пестицида идентифицируют по времени удерживания.

Содержание пестицидов в *экстракте* определяют, сравнивая размер полученных пиков с пиками для известного количества соответствующего пестицида в рабочем растворе.

Если полученный результат превышает 50 % *предельно допустимого количества*, то следует для проверки использовать матричный раствор. Матричный раствор получают добавлением к *холостому* экстракту (см. 8.4.2) соответствующих промежуточных стандартных растворов (см. 4.12.2) пестицидов, выявленных в растворе образца. *Количество добавки* должно быть таким, чтобы размер пиков этого матричного раствора находился в пределах 25 % размера пиков в экстракте анализируемой пробы. Объем доводят до 10 *см*^{3} гексаном. В газовый хроматограф впрыскивают объем, равный введенному объему экстракта анализируемой пробы.

Определяют содержание хлорорганического пестицида, сравнивая размер пика *экстракта анализируемой пробы* с размером соответствующего пика матричного раствора.

9 Обработка результатов

9.1 Вычисления

Содержание каждого хлорорганического пестицида в *анализируемой пробе*, *w*, мкг/г, вычисляют с помощью уравнения:

$$w = \frac{A \cdot A_{si} \cdot m_s \cdot V_2 \cdot V_3}{A_s \cdot A_i \cdot m \cdot V_1 \cdot V_4}, \quad (1)$$

где A – площадь (или высота) пика хлорорганического пестицида в *экстракте анализируемой пробы*;

A_{si} – площадь (или высота) пика внутреннего стандарта в рабочем или в соответствующем матричном растворе;

m_s – масса пестицида в объеме, введенном в газовый хроматограф, нг;

V_2 – объем фильтрата, используемого для очистки, *см*^{3};

V_3 – конечный объем *экстракта анализируемой пробы*, с учетом всех необходимых разбавлений, *см*^{3};

A_s – площадь (или высота) соответствующего пика пестицида в рабочем или в соответствующем матричном растворе;

A_j – площадь (или высота) пика внутреннего стандарта в *экстракте анализируемой пробы*;

m – масса *анализируемой пробы, г*;

V_1 – общий объем фильтрата, полученного на этапе экстрагирования, *см*^{3};

V_4 – объем *экстракта анализируемой пробы*, введенный в газовый хроматограф, *мм*^{3}.

9.2 *Проверка метода*

Метод проверяют экспериментами восстановления, проведенными на контрольных холостых образцах с добавкой на уровне 0,05 мкг/г.

К анализируемой части холостого раствора добавляют известное количество раствора пестицида. Дают отстояться в течение 30 мин, затем анализируют полученный раствор вместе с первоначальным холостым раствором без добавленных пестицидов.

Для каждого пестицида коэффициент восстановления, *X*, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{w_{пр+доб} - w_{пр}}{w_{доб}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $w_{пр+доб}$ – *содержание пестицида в холостом растворе с добавкой, мкг/г;*

$w_{пр}$ – *содержание пестицида в холостом растворе без добавки, мкг/г;*

$w_{доб}$ – *содержание пестицида в добавке, мкг/г;*

100 – *коэффициент пересчета в проценты.*

Значение коэффициента восстановления для каждого пестицида должно быть от 70 % до 110 %.

Если *найденное содержание хлорорганического пестицида в анализируемой пробе* превышает предельно *допустимое количество*, то *результат* должен быть подтвержден одновременным восстановлением *аналогичной пробы*.

10 Подтверждение *результата*

Если результат испытаний равен или превышает предельно *допустимое количество пестицида*, то его необходимо подтвердить либо хроматографией со второй колонкой со значительно отличающейся полярностью, либо, если имеется соответствующий измерительный прибор, методом газовой хроматографии.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний *прецизионности метода* приведены в приложении Б. Значения, полученные в данных межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам массовых концентраций и *образцам*, отличающимся от приведенных *в приложении Б.*

11.2 Повторяемость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же *экземпляре* оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости (*r*), указанный в таблицах Б.1–Б.17 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в разных лабораториях разными операторами на различных *экземплярах* оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости (*R*), указанный в таблицах Б.1–Б.17 (приложение Б), более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний необходимо указать:

– всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

– использованный метод отбора проб, если известен;

– используемый метод *определения* со ссылкой на *настоящий* стандарт;

– все детали испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как несущественные, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;

– полученный результат испытания, или *среднеарифметическое значение* результатов двух испытаний, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Примеры условий работы *газового хроматографа для определения содержания* хлорорганических пестицидов

А.1 Пример 1

Колонка:	кварцевая капиллярная OV-1, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм.
Температура печи:	50 °С в течение 1 мин, 30 °С/мин до 150 °С, 3 °С/мин до 240 °С, 240 °С в течение 2 мин.
Инжектор:	без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на предварительно прогретую колонку.
Детектор:	ECD, 300 °С или MSD.

А.2 Пример 2

Колонка:	кварцевая капиллярная SE-54 или OV-1, длина 25 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина 0,25 мкм.
Температура печи:	4 °С/мин от 60 °С до 240 °С.
Инжектор:	без деления потока с 45 с задержки, 250 °С или на колонку с температурой окружающей среды.
Детектор:	ECD, 300 °С или MSD.

Приложение Б
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний, организованных румынским институтом стандартизации (IRS) в 1996 году, и осуществлялась в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2. В этом тесте участвовали 12 лабораторий. Были исследованы образцы следующего состава: 50 % кукурузы, 20 % ячменя, 20 % соевая мука, 3 % рыбной муки, 3 % жира, 1 % премикса, 1,5 % дикальцийфосфата, 1,2 % карбоната кальция и 0,3 % соли, с содержанием хлорорганических пестицидов от 0,005 мкг/г до 0,5 мкг/г (см. таблицу Б.1–Б.17)

Т а б л и ц а Б.1 – Статистические результаты для альдрина

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0056	0,0124	0,045	0,084	0,438
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0089	0,00122	0,0041	0,0054	0,027
Коэффициент вариации повторяемости, %	16,0	9,9	9,0	6,4	6,1
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0025	0,00247	0,0068	0,009	0,051
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0014	0,00247	0,0068	0,009	0,051
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	25,3	19,9	15,1	10,8	11,6
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0039	0,0069	0,019	0,025	0,143
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г альдрина; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г альдрина; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г альдрина; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г альдрина; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г альдрина.					

Т а б л и ц а Б.2 – Статистические результаты для *op´*-DDE

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0068	0,0112	0,0438	0,083	0,427
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0015	0,00148	0,0039	0,0064	0,0292
Коэффициент вариации повторяемости, %	21,7	13,2	8,9	7,7	6,8
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0042	0,0041	0,011	0,018	0,082
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0024	0,00247	0,0072	0,0115	0,067
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	35,7	22,0	16,5	13,9	15,7
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0067	0,0069	0,020	0,032	0,188
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *op´*-DDE; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *op´*-DDE; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *op´*-DDE; 4 – образец с добавлением 0,11 мкг/г *op´*-DDE; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *op´*-DDE.					

Т а б л и ц а Б.3 – Статистические результаты для *pp´*-DDE

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0065	0,0093	0,043	0,0855	0,435
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0013	0,0012	0,0035	0,0075	0,034
Коэффициент вариации повторяемости, %	19,5	12,9	8,2	8,7	7,8
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0036	0,0034	0,0098	0,021	0,095
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,002	0,0021	0,0054	0,0135	0,069
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	30,8	22,6	12,6	15,8	15,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0056	0,0059	0,015	0,038	0,193
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *pp´*-DDE; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *pp´*-DDE; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *pp´*-DDE; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г *pp´*-DDE; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *pp´*-DDE.					

Т а б л и ц а Б.4 – Статистические результаты для *op´*-DDT

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	9	12	12	12	12
Количество принятых результатов	18	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,007	0,0094	0,045	0,087	0,46
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00095	0,0013	0,0035	0,0049	0,029
Коэффициент вариации повторяемости, %	14,3	13,3	7,8	5,7	6,3
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0027	0,0036	0,011	0,014	0,081
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0022	0,0030	0,0098	0,013	0,041
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	31,6	26,2	18,0	15,0	8,8
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0062	0,0084	0,027	0,036	0,115
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *op´*-DDT; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *op´*-DDT; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *op´*-DDT; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г *op´*-DDT; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *op´*-DDT.					

Т а б л и ц а Б.5 – Статистические результаты для *pp´*-DDT

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	10	12	12	12	12
Количество принятых результатов	20	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0077	0,00123	0,0495	0,088	0,46
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00118	0,0017	0,0038	0,007	0,036
Коэффициент вариации повторяемости, %	15,4	14,0	7,7	8,0	7,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0033	0,0048	0,011	0,02	0,100
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0024	0,0037	0,0135	0,0142	0,047
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	31,2	30,0	27,3	16,2	10,2
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0067	0,0010	0,038	0,040	0,132
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *pp´*-DDT; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *pp´*-DDT; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *pp´*-DDT; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г *pp´*-DDT; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *pp´*-DDT.					

Т а б л и ц а Б.6 – Статистические результаты для дильдрина

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0047	0,0093	0,042	0,080	0,43
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0008	0,0011	0,0041	0,0067	0,0347
Коэффициент вариации повторяемости, %	17,8	11,8	9,9	8,5	8,0
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0022	0,0031	0,0115	0,019	0,097
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0014	0,00176	0,0067	0,013	0,078
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	30,0	18,9	16,0	16,6	18,3
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0039	0,0049	0,0188	0,036	0,218
*1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г дильдрина; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г дильдрина; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г дильдрина; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г дильдрина; 5 –образец с добавлением 0,5 мкг/г дильдрина;					

Т а б л и ц а Б.7 – Статистические результаты для эндрина

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	11	11	11	11	11
Количество принятых результатов	22	22	22	22	22
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0044	0,0096	0,0446	0,084	0,448
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00063	0,00105	0,0044	0,0057	0,036
Коэффициент вариации повторяемости, %	13,7	10,9	9,9	6,8	8,0
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0018	0,0029	0,0123	0,016	0,100
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,00138	0,002	0,0053	0,0112	0,0494
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	30,0	20,8	11,9	13,4	11,0
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0039	0,0056	0,0148	0,031	0,138
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г эндрина; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г эндрина; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г эндрина; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г эндрина; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г эндрина.					

Т а б л и ц а Б.8 – Статистические результаты для НСВ

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0047	0,0091	0,049	0,090	0,45
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00077	0,0009	0,0035	0,0065	0,031
Коэффициент вариации повторяемости, %	16,5	9,8	7,1	7,2	6,9
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0022	0,0025	0,0098	0,0182	0,087
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,00114	0,00179	0,006	0,0113	0,048
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	24,3	19,7	12,3	12,6	10,8
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0032	0,005	0,0168	0,032	0,134
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г НСВ; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г НСВ; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г НСВ; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г НСВ; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г НСВ.					

Т а б л и ц а Б.9 – Статистические результаты для α-ГХЦГ

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0067	0,00137	0,055	0,092	0,48
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0007	0,0014	0,0042	0,0064	0,035
Коэффициент вариации повторяемости, %	10,6	10,3	7,6	6,9	7,3
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0020	0,0039	0,0118	0,018	0,098
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,00155	0,0027	0,0095	0,016	0,055
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	23,1	19,9	17,3	17,5	11,5
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0043	0,0076	0,027	0,045	0,154
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г α-ГХЦГ; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г α-ГХЦГ; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г α-ГХЦГ; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г α-ГХЦГ; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г α-ГХЦГ.					

Т а б л и ц а Б.10 – Статистические результаты для β-ГХЦГ

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0088	0,00127	0,044	0,08	0,404
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,001	0,00134	0,0026	0,0051	0,0264
Коэффициент вариации повторяемости, %	11,9	10,6	5,9	6,5	6,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0028	0,0038	0,0073	0,0143	0,074
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0019	0,00255	0,005	0,011	0,036
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	21,9	20,0	11,4	13,8	9,0
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0053	0,0071	0,014	0,031	0,100
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г β-ГХЦГ; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г β-ГХЦГ; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г β-ГХЦГ; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г β-ГХЦГ; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г β-ГХЦГ.					

Т а б л и ц а Б.11 – Статистические результаты для γ-ГХЦГ

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,109	0,127	0,167	0,195	0,55
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0069	0,0055	0,008	0,0063	0,030
Коэффициент вариации повторяемости, %	6,4	4,3	4,8	3,2	5,5
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г	0,019	0,015	0,022	0,018	0,084
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,017	0,0083	0,0168	0,0148	0,051
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	23,1	19,9	17,3	17,5	11,5
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0043	0,0076	0,027	0,045	0,154
* 1 – образец, содержащий 0,005 мкг/г γ-ГХЦГ; 2 – образец, содержащий 0,01 мкг/г γ-ГХЦГ; 3 – образец, содержащий 0,05 мкг/г γ-ГХЦГ; 4 – образец, содержащий 0,1 мкг/г γ-ГХЦГ; 5 – образец, содержащий 0,5 мкг/г γ-ГХЦГ.					

Т а б л и ц а Б.12 – Статистические результаты для δ-ГХЦГ

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0057	0,01	0,054	0,087	0,475
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,0007	0,00094	0,003	0,0059	0,036
Коэффициент вариации повторяемости, %	12,4	9,4	5,5	6,5	7,6
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0020	0,0026	0,0084	0,0165	0,100
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0011	0,00195	0,0062	0,0136	0,052
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	20,0	19,5	11,5	15,6	10,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0031	0,0055	0,017	0,038	0,146
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г δ-ГХЦГ; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г δ-ГХЦГ; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г δ-ГХЦГ; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г δ-ГХЦГ; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г δ-ГХЦГ.					

Т а б л и ц а Б.13 – Статистические результаты для гептахлора

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,005	0,01	0,046	0,088	0,445
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00068	0,001	0,0042	0,0063	0,032
Коэффициент вариации повторяемости, %	13,5	10,0	9,2	7,2	7,2
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0019	0,0028	0,0118	0,0176	0,090
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0011	0,0018	0,0048	0,0109	0,056
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	22,2	18,4	10,5	12,3	12,7
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0031	0,0050	0,0134	0,031	0,157
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г гептахлора; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г гептахлора; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г гептахлора; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г гептахлора; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г гептахлора.					

Т а б л и ц а Б.14 – Статистические результаты для гептахлор эпоксида

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	12	12	12	12	12
Количество принятых результатов	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0054	0,0116	0,051	0,091	0,454
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00063	0,00114	0,0033	0,005	0,027
Коэффициент вариации повторяемости, %	11,7	9,8	6,6	5,5	5,9
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0018	0,0032	0,0092	0,014	0,076
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,00114	0,00226	0,0096	0,010	0,042
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	21,1	19,5	18,8	10,9	9,3
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0032	0,0063	0,027	0,039	0,213
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г гептахлор эпоксида; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г гептахлор эпоксида; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г гептахлор эпоксида; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г гептахлор эпоксида; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г гептахлор эпоксида.					

Т а б л и ц а Б.15 – Статистические результаты для *op´*-DDD

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	8	12	12	12	12
Количество принятых результатов	16	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,0073	0,009	0,038	0,08	0,40
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00122	0,00126	0,0038	0,006	0,029
Коэффициент вариации повторяемости, %	16,8	13,3	10,0	7,5	7,3
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0034	0,0035	0,011	0,017	0,081
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,0017	0,0020	0,0047	0,0128	0,061
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	23,3	21,6	12,5	16,0	15,2
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0048	0,0056	0,013	0,036	0,171
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *op´*-DDD; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *op´*-DDD; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *op´*-DDD; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г *op´*-DDD; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *op´*-DDD.					

Т а б л и ц а Б.16 – Статистические результаты для *pp´*-DDD

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	8	12	12	12	12
Количество принятых результатов	16	24	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	0,007	0,011	0,049	0,084	0,42
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	0,00145	0,00145	0,0039	0,0068	0,033
Коэффициент вариации повторяемости, %	20,7	13,2	7,9	8,1	7,8
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	0,0041	0,0041	0,011	0,019	0,092
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	0,00197	0,00272	0,0064	0,0138	0,054
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	27,5	24,7	13,1	16,4	12,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	0,0054	0,0076	0,018	0,039	0,151
* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г *pp´*-DDD; 2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г *pp´*-DDD; 3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г *pp´*-DDD; 4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г *pp´*-DDD; 5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г *pp´*-DDD.					

Т а б л и ц а Б.17 – Статистические результаты для метоксихлора

Наименование показателя	*Значение параметра для* образцов*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	–	–	12	12	12
Количество принятых результатов	–	–	24	24	24
Среднее значение содержания хлорорганических пестицидов, мкг/г	–	–	0,046	0,091	0,414
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мкг/г	–	–	0,0049	0,0085	0,036
Коэффициент вариации повторяемости, %	–	–	10,6	9,4	8,7
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), мкг/г	–	–	0,014	0,024	0,100
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, мкг/г	–	–	0,0072	0,0129	0,058
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	–	–	15,7	14,2	13,9
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), мкг/г	–	–	0,020	0,036	0,162

* 1 – образец с добавлением 0,005 мкг/г метоксихлора;
2 – образец с добавлением 0,01 мкг/г метоксихлора;
3 – образец с добавлением 0,05 мкг/г метоксихлора;
4 – образец с добавлением 0,1 мкг/г метоксихлора;
5 – образец с добавлением 0,5 мкг/г метоксихлора.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	*Степень соответствия*	*Обозначение и наименование межгосударственного стандарта*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа - Технические требования и методы испытаний	–	*
ISO 4793, Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классификация и обозначение.	–	**
ISO 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 1. Общие принципы и определения	*IDT*	*ГОСТ ИСО 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения*
ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения	*IDT*	*ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*
ISO 6497, Корма для животных. Отбор проб	–	***
ISO 6498, Корма для животных – Подготовка образцов для испытаний	*MOD*	*ГОСТ 31218–2003 (ИСО 6498–98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать ГОСТ 6709, который распространяется на тот же объект и аспект стандартизации и является сопоставимым со ссылочным международным стандартом.

** Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта или гармонизированный с ним национальный (государственный) стандарт страны, на территории которой применяется настоящий стандарт. Информация о наличии перевода данного международного стандарта в национальном фонде стандартов или в ином месте, а также информация о действии на территории страны соответствующего национального (государственного) стандарта может быть приведена в национальных информационных данных, дополняющих настоящий стандарт.

*** Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать ГОСТ 13496.0, который распространяется на тот же объект и аспект стандартизации и является сопоставимым со ссылочным международным стандартом.

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT – идентичный стандарт;
- MOD – модифицированный стандарт.

Приложение ДБ
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура международного стандарта		*Структура межгосударственного стандарта*	
подраздел	*пункт*	*подраздел*	*пункт*
Раздел 5		*Раздел 5*	
5.1	–	*5.1*	–
5.2	–	*5.2*	–
5.3	–	*5.3*	–
5.4	–	*5.4*	–
5.5	–	*5.5*	–
5.6	–	*5.6*	–
5.7	–	*5.7*	–
5.8	–	*5.8*	–
5.9	–	*5.9*	–
–	–	*5.10*	–
–	–	*5.11*	–
–	–	*5.12*	–
–	–	*5.13*	–
–	–	*5.14*	–
–	–	*5.15*	–
–	–	*5.16*	–
–	–	*5.17*	–
Раздел 6		*Раздел 6*	
Раздел 7		*Раздел 7*	
Раздел 8		*Раздел 8*	
8.1	–	*8.1*	–
8.2	–	*8.2*	–
8.3	–	*8.3*	–
8.4	*8.4.1*	*8.4*	*8.4.1*
–	*8.4.2*	–	*8.4.2*
8.5	*8.5.1*	*8.5*	*8.5.1*
–	*8.5.2*	–	*8.5.2*
–	*8.5.3*	–	*8.5.3*
Раздел 9		*Раздел 9*	
9.1	–	*9.1*	–
2.2	–	*9.2*	–
Раздел 10		*Раздел 10*	
Раздел 11		*Раздел 11*	
11.1	–	*11.1*	–
11.2	–	*11.2*	–
11.3	–	*11.3*	–
Раздел 12		*Раздел 12*	
Приложение	*А*	*Приложение*	*А*
	В		*Б*
	–		*ДВ*
	–		*ДГ*
Библиография		*Библиография*	

Примечания

1 Раздел 5 настоящего стандарта дополнен подразделами с указанием используемого оборудования.

2 В соответствии с ГОСТ 1.5–2001 и ГОСТ 1.3–2008 в настоящий стандарт добавлено приложение ДА (справочное) «Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам».

3 В соответствии с ГОСТ 1.5–2001 и ГОСТ 1.3–2008 в настоящий стандарт добавлено приложение ДБ (справочное) «Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта».

Библиография

[1] ISO 4793, Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классификация и обозначение

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, комбикорма, метод, хлорорганические пестициды, газовая хроматография, альдрин, op'-DDE, pp'-DDE, op'-DDT, pp'-DDT, диельдрин, эндосульфан, эндрин, HCB, α-HCH (α-BHC), β-HCH (β -BHC), γ-HCH (γ-BHC), δ-HCH (δ-BHC), гептахлор, эпоксид гептахлора, op'-TDE (op'-DDD), pp'-TDE (pp'-DDD), метоксихлор, экстракция, очистка, хроматографическая колонка

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 3,26. Тираж 31 экз. Зак. 1497

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru