

**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**

**УТВЕРЖДАЮ**

Главный государственный  
санитарный врач  
Республики Беларусь

\_\_\_\_\_ М.И. Римжа

«28» декабря 2005 г.

Регистрационный № 114-1005

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ ДИБЕНЗО-п-  
ДИОКСИНОВ, ДИБЕНЗОФУРАНОВ и БИФЕНИЛОВ В ПРОБАХ  
ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ, ПОВЕРХНОСТНЫХ, ПРИРОДНЫХ И  
ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ХРОМАТОМАСС-  
СПЕКТРОМЕТРИИ**

Инструкция по применению

**Учреждения-разработчики:** Республиканский научно-практический центр гигиены Минздрава РБ, Российский научно-исследовательский центр чрезвычайных ситуаций Минздрава РФ, Научно-производственное объединение «Тайфун» Роскомгидромета, Институт проблем эволюции и экологии им. А.Н. Северцова РАН

**Авторы:** И.А. Застенская, Н.И. Марусич, Н.П. Лешошук, Ю.А. Присмотров, Н.Н. Турко, С.Ю. Семенов, В.Н. Смирнов, Г.В. Зыкова, Ю.Н. Дубров, Г.Г. Финаков, А.Д. Орлянский, Р.И. Первунина, Д.П. Самсонов, В.П. Кирюхин, Н.П. Жирюхина, Т.В. Рахманова, В.Е. Соколов, Н.А. Ключев, Е.С. Бродский, В.Г. Жильников, В.С. Сойфер, Е.И. Соболева

## 1. Область применения

Настоящая Инструкция устанавливает метод идентификации и выполнения измерений массовых концентраций (далее концентраций) высокотоксичных замещенных полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД), дибензофуранов (ПХДФ) и бифенилов (ПХБ): 2,3,7,8-ТетраХДД; 1,2,3,7,8-ПентаХДД; 1,2,3,4,7,8-ГексаХДД; 1,2,3,6,7,8-ГексаХДД; 1,2,3,7,8,9-ГексаХДД; 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД; ОктаХДД; 2,3,7,8-ТетраХДФ; 1,2,3,7,8-ПентаХДФ; 2,3,4,7,8-ПентаХДФ; 1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ; 1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ; 2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ; 1,2,3,7,8,9-ГексаХДФ; 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ; 1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ; ОктаХДФ; 2,4,4'-ТриХБ; 2,2',5,5'-ТетраХБ; 2,2',4,5,5'-ПентаХБ; 2,3',4,4',5'-ПентаХБ; 2,2',3,4,4',5'-ГексаХБ; 2,2',4,4',5,5'-ГексаХБ; 2,2',3,4,4',5,5'-ГептаХБ в пробах питьевой воды, поверхностных природных и очищенных сточных вод методом хромато-масс-спектрометрии.

Диапазон определяемых массовых концентраций ПХДД и ПХДФ составляет 0,01-0,2 нг/дм<sup>3</sup> при объеме анализируемой воды 1 дм<sup>3</sup>. Диапазон определяемых массовых концентраций для ПХБ составляет 500-5000 нг/дм<sup>3</sup> при объеме анализируемой воды 1 дм<sup>3</sup>.

Определению не мешает присутствие в образцах воды других органических соединений.

Настоящая Инструкция предназначена для использования органами и учреждениями государственного санитарного надзора при осуществлении государственного контроля за соблюдением требований к качеству воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения, водопроводно-канализационными хозяйствами, производственными лабораториями предприятий, контролирующими состояние качества питьевой воды, а также научно-исследовательскими организациями, работающими в области гигиены водных объектов.

## 2. Краткая характеристика исследуемых веществ

Всего существуют 75 различных ПХДД и 135 ПХДФ, отличающихся количеством и местом присоединения атомов хлора. Наиболее токсичны 17 изомеров ПХДД и ПХДФ, замещенные атомами хлора в 2,3,7,8-положениях. Самым токсичным является 2,3,7,8-тетрахлордибензо-п-диоксин (2,3,7,8-ТетраХДД), который представляет собой кристаллическое вещество с температурой плавления 305-307 °С, растворимостью в воде  $2 \times 10^{-8}$  %, химически инертное, термостойкое, не разлагаемое кислотами и щелочами. 2,3,7,8-ТетраХДД высокотоксичен даже в малых концентрациях. Токсичность других ПХДД и ПХДФ выражается в эквивалентах токсичности (диоксиновых эквивалентах, ДЭ) - долях от токсичности 2,3,7,8-ТетраХДД, принятой за единицу (см. Приложение 5).

Из известных полихлорированных бифенилов (ПХБ) в объектах окружающей среды доминантно присутствуют 7 изомеров: ПХБ-28 (2,4,4'-ТриХБ), ПХБФ-52 (2,2',5,5'-ТетраХБ), ПХБ-101 (2,2',4,5,5'-ПентаХБ), ПХБ-118 (2,3',4,4',5'-ПентаХБ), ПХБ-138 (2,2',3,4,4',5'-ГексаХБ), ПХБ-153 (2,2',4,4',5,5'-ГексаХБ), ПХБ-180 (2,2',3,4,4',5,5'-ГептаХБ). Определение этих 7 индикаторов-изомеров используется для определения контаминации ПХБ в объекте.

Растворимость ПХБ в воде низка и уменьшается с возрастанием степени хлорзамещения. По физико-химическим свойствам они обладают не горючестью, высокой температурой кипения, химической стабильностью, низкой теплопроводностью, высокими диэлектрическими постоянными.

### 3. Значения характеристик погрешности метода определения

В России установлен допустимый уровень содержания диоксинов (в пересчете на диоксиновый эквивалент) и, согласно ГН № 142-9/105, составляет в питьевой воде, грунтовых и поверхностных водах, в местах водозабора  $20 \text{ нг/дм}^3$ .

Согласно СанПиН 10-124 РБ-99, предельно допустимая концентрация (ПДК) полихлорированных бифенилов – МоноХБ, ДиХБ, ТриХБ, ПентаХБ – в питьевой и поверхностной воде составляет  $0,001 \text{ мг/дм}^3$  ( $1000 \text{ нг/дм}^3$ ).

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристика погрешности (d) результата анализа X с вероятностью  $P=0,95$  не превышает значений, приведенных в приложении 1.

### 4. Метод измерения

Методика основана на экстракции из проб воды ПХДД, ПХДФ и ПХБ органическим растворителем. Предварительно в пробу вносятся изотопномеченные внутренние стандарты ПХДД, ПХДФ и ПХБ (стандарты-имитаторы). Далее проводится очистка экстракта от сопутствующих соединений, мешающих определению ПХДД, ПХДФ и ПХБ, с последующим анализом его с помощью сочетания высокоэффективной капиллярной газовой хроматографии и масс-спектрометрии (ГХ-МС).

Идентификацию ПХДД, ПХДФ и ПХБ осуществляют по временам удерживания и соотношению площадей хроматографических пиков идентифицируемых компонентов и стандартов-имитаторов на регистрируемых ионных масс-хроматограммах.

Концентрации ПХДД, ПХДФ и ПХБ определяют по площадям соответствующих хроматографических пиков с применением метода внутреннего стандарта.

## 5. Средства измерений

Хромато-масс-спектрометрическая система, включающая:

- газовый хроматограф, (Varian 3400, Hewlett-Packard 6890A);
- инжектор split-splitless или on-column;
- масс-спектрометрический детектор высокого или низкого разрешения, позволяющий вести регистрацию отдельных ионов с заданными массами;
- компьютерная система обработки данных (Finnigan MAT 8200, MAT-95, HP 5988, HP 5973, ITD 700, Nermag R 10-10);
- капиллярные хроматографические колонки 50 (60) м x 0,25 (0,32) мм с неподвижной неполярной фазой типа SE-54 (DB-5, Ultra-2 и др.) и полярной фазой SP 2331, CP Sil 88, DB-DIOXIN, HP-23;
- микрошприцы типа Hamilton вместимостью 1, 10, 100, 500 мкл с ценой деления 0,01, 0,1, 1,0, 10 мкл, соответственно.

Весы аналитические ВЛР-200М, 2 класса точности с погрешностью  $\pm 0,0002$  г      ГОСТ 24104-2001

Меры массы Г-2-210      ГОСТ 7328-82

Стандартные растворы изотопномеченных ПХДД, ПХДФ и ПХБ (внутренний стандарт, стандарт-имитатор), производства фирмы Cambridge Isotope Laboratory (CIL), например, EDF – 4053\*, с концентрацией не менее  $(50 \pm 5)$  мкг/см<sup>3</sup>, а также, например, CLM-3235-1.2\* с концентрацией ПХБФ (<sup>13</sup>C<sub>12</sub>, 99%) 0,1 нг/см<sup>3</sup>.

Допускается использование других изотопов <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-хлорзамещенных производных или их композиций, стандартных растворов на основе <sup>37</sup>Cl<sub>4</sub>, <sup>13</sup>C<sub>6</sub> фирмы CIL.

Стандартные растворы не меченных отдельных или смеси всех 17 определяемых ПХДД и ПХДФ с содержанием их 40-400 мкг/см<sup>3</sup>, производства фирмы CIL (например, EDF – 7999)\* и 7 ПХБ с концентрацией не менее 10 мкг/см<sup>3</sup>, (для градуировки прибора).

Рекавер стандарт 1,2,3,4-ТетраХДД/1,2,3,7,8,9-ГексаХДД, производства фирмы CIL.

Допускается использование стандартных растворов индивидуальных компонентов и их смесей других фирм с содержанием основного компонента не менее 98-99% и с погрешностью аттестованного значения концентраций не выше 5%.

Дозаторы пипеточные от 5 до 1000 мкл.

Цилиндры 3-25(50,100)-1

ГОСТ 1770-74

Колбы 2-25-2, 2-50-2

ГОСТ 1770-74

Пипетки 1-2-1, 2-2-5

ГОСТ 29227-91

---

\* - Номера по каталогу «Environmental Contaminant Standards» (2005/2006).

## 6. Вспомогательные устройства и лабораторная посуда

Ротационный испаритель типа RY-05 ST Basic 1-B

Сушильный шкаф типа SNOL 67/350 нерж. сталь

Электропечь лабораторная типа SNOL 7,2/1100

Встряхиватель горизонтальный типа HS-260 Basic

Эксикатор 2-250

ГОСТ 9147-80Е

Колонка стеклянная длиной 400 мм и внутренним диаметром 7 мм.

Колонка стеклянная длиной 200 мм и внутренним диаметром 7 мм.

Флаконы для образцов с коническим дном и герметичной пробкой типа Wheaton Mini-Vials вместимостью 1; 5 см<sup>3</sup>.

Флаконы для образцов с герметичной пробкой вместимостью 4, 10 см<sup>3</sup>

Колба Бунзена с воронкой Бюхнера

Трубки полиэтиленовые внешним диаметром 2 мм.

Трубки из силиконовой резины.

Баллон с сжатым воздухом.

Редуктор кислородный.

Посуда лабораторная стеклянная

ГОСТ 25336-82

Воронки лабораторные В-36-50, В- 100-150

Воронки делительные ВД-3-1000(5000) ХС

Дефлегматор 250-14/23-29/32-ТС

Колбы конические вместимостью Кн-1-500-14/23 ТС, Кн-1-250-24/29 ТС

Колбы круглодонные К-1-500-29/32 ТС, К-1-25-14/23 ТС, К-1-1000-29/32 ТС

Стаканы В-1-50 ТС, В-1-100 ТС

Холодильник ХПТ-1-300-14/23 ХС

Пробирки кварцевые П-6-КШ 14/23

Допускается использование измерительного и вспомогательного оборудования и лабораторной посуды других марок, обеспечивающих проведение анализа с заданной погрешностью.

## 7. Реактивы и материалы

Ацетон, о.с.ч. 9-5

ТУ 263-039-44493179-00

Толуол, ос.ч. 22-5

ТУ 2631-065-44493179-01

Метанол, х.ч.

ГОСТ 6995-77

н-Гексан, о.с.ч.

Фирмы «Fluka», «Sigma»

Метиленхлорид, о.с.ч.

Фирмы «Fluka», «Sigma»

Тридекан, о.с.ч.

Фирмы «Fluka», «Sigma»

Кислота серная, ос.ч.

ГОСТ 4204-77

Натрий сернокислый безводный, х.ч.,

ГОСТ 4166-76

Калия гидроксид, х.ч.

ГОСТ 24363-80

Силикагель 60 для хроматографии Фирмы «MERCK»

Оксид алюминия активированный, щелочной, Brokmann I, «Aldrich Chemical Company, Inc.»

Натрий фосфат, ч.д.а.

ГОСТ 9337-79.

Магний серноокислый, ч.д.а.

ГОСТ 4523-77

Диметилдихлорсилан, ч.

ТУ 6-09-3278-78

Калия дихромат, ч.

ГОСТ 4220-75.

Волокнистый кварцевый материал

ТУ 6-11-15-191-81

Допускается использование реактивов и материалов других марок после их проверки путем проведения всей процедуры анализа для холостого опыта со стандартными растворами изотопномеченных ПХДД и оценки полученных результатов с учетом характеристик погрешности.

## 8. Требования безопасности

Требования безопасности устанавливаются в соответствии со специальными инструкциями по работе с диоксином (например, "Инструкция по технике безопасности по работе с 2,3,7,8-ТетраХДД", утверждена Главным Управлением при Минздраве СССР от 02.12.1986 г.).

Помещения, в которых проводятся подготовка проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Исходные стандартные образцы для приготовления градуировочных растворов и внутренних стандартов должны храниться в запираемом металлическом шкафу.

Все операции по приготовлению внутренних стандартов и градуировочных растворов, содержащих ТетраХДД и его меченые аналоги, добавлению стандартов к образцу, подготовке образца к анализу, следует проводить в вытяжном шкафу, в полиэтиленовых перчатках.

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

Меры по оказанию первой помощи при попадании диоксина или бифенила и их растворов на кожу, в глаза и желудок проводят в соответствии с "Временной инструкцией по лечению отравлений диоксином", утвержденной заместителем Министра здравоохранения СССР от 10 сентября 1986 г.

## 9. Требования к квалификации оператора

Подготовку проб может производить инженер, техник или лаборант со средним специальным или высшим образованием, прошедший соответствующую подготовку и имеющий навыки работы в химической лаборатории. Измерения может проводить инженер или научный

сотрудник, имеющие навыки работы на газовом хроматографе и масс-спектрометре.

Все работающие должны быть проинструктированы о работе с веществами 1-2 класса опасности, органическими растворителями, правилах работы в химической лаборатории и работы с электроустановками.

#### 10. Отбор, хранение и транспортировка проб

Условия отбора, хранения и транспортировки проб проводят согласно СТБ ГОСТ Р 51593-2001 «Вода питьевая», ГОСТ 17.1.5.05-85 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков».

Пробы воды отбирают в объеме от 1 до 20 дм<sup>3</sup> в стеклянные бутылки темного стекла (или защищенные от света) с притертой пробкой, просиланизированные по п. 11.2. Если период от отбора пробы до экстракции составляет более 2 часов, пробу необходимо законсервировать добавлением 0,5 см<sup>3</sup> толуола на 1 дм<sup>3</sup> воды в зависимости от объема пробы. Законсервированные пробы, защищенные от света, могут храниться до семи суток при комнатной температуре.

#### 11. Подготовка к проведению анализа

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка химической посуды, приготовление растворов адсорбентов и адсорбционных колонок, получение экстрактов из проб воды, очистка экстрактов, подготовка измерительной аппаратуры, установление градуировочной характеристики.

##### 11.1. Подготовка химической посуды

Водопроводной водой со стеклянной химической посуды смывают видимые частицы или налет на стенках. Затем посуду промывают насыщенным раствором тринатрийфосфата (10-30 см<sup>3</sup>), обильно ополаскивают водопроводной водой и помещают в раствор дихромата калия в серной кислоте на ночь. Посуду обильно промывают последовательно водопроводной водой, насыщенным раствором тринатрийфосфата, дистиллированной водой, сушат в сушильном шкафу. Далее, каждый предмет посуды промывают последовательно ацетоном, дихлорметаном, толуолом, ацетоном и сушат при 120-150<sup>0</sup>С в течение 30 минут. Материал волокнистый кварцевый проходит те же стадии очистки, кроме обработки раствором тринатрийфосфата, прокаливают в электропечи при 450<sup>0</sup>С в течение 4 часов.

### 11.2. Силанизирование посуды

Подготовленную по п. 11.1. посуду, охлаждают до комнатной температуры, ополаскивают 5% раствором диметилдихлорсилана в толуоле, выдерживают в течение 3 часов в сушильном шкафу при 250<sup>0</sup>С, а затем охлаждают до комнатной температуры.

### 11.3. Подготовка растворителей, адсорбентов, реактивов

а) Очистка гексана. 1-ый способ. К 4 дм<sup>3</sup> гексана добавляют 150 г силикагеля, импрегнированного серной кислотой (п. 11.3 «в»). Смесь встряхивают в течение 6-8 часов. После оседания силикагеля растворитель декантируют и перегоняют, отбрасывая первый отгон (приблизительно 5%) и остаток (5%).

2-ой способ. К 1 дм<sup>3</sup> гексана в делительной воронке добавляют 100 см<sup>3</sup> серной концентрированной кислоты, воронку энергично встряхивают. Затем содержимое отстаивается и кислотный (нижний) слой удаляют. Процедура повторяется до слабо желтой окраски кислоты после встряхивания с гексаном. Гексан в делительной воронке промывают дистиллированной водой, 0,1 н раствором щелочи, снова дистиллированной водой до нейтральной реакции лакмусовой бумажки, просушивают пропусканием гексана через слой сульфата натрия.

Хлористый метилен, ацетон, толуол и другие растворители очищают путем перегонки перед употреблением. Хлористый метилен стабилизируют циклогексеном (20 мкл/дм<sup>3</sup>).

Растворители с маркой «pesticide grade» (для анализа пестицидов) могут использоваться без дополнительной очистки.

#### б) Активирование силикагеля и оксида алюминия

Силикагель промывают последовательно двойными объемами метанола и метиленхлорида, затем активируют в сушильном шкафу 24 часа при 180° С.

Оксид алюминия активируют при 600°С в электропечи в течение 12 ч в стеклянных ампулах по 4 г в каждой, после чего ампулы запаивают и хранят в эксикаторе.

#### в) Силикагель, импрегнированный серной кислотой

Смесь активированного силикагеля (п.10.5.«б») и концентрированной серной кислоты перемешивают на встряхивателе или качалке до отсутствия комков (не менее 7 час). Навески силикагеля и серной кислоты рассчитывают в зависимости от необходимой концентрации последней.

#### г) Силикагель, импрегнированный гидроксидом калия

Готовят метанольный раствор гидроокиси калия, для чего 224 г гидроокиси калия растворяют в 300 см<sup>3</sup> метанола.

К 120 г активированного силикагеля приливают 300 см<sup>3</sup> метанольного раствора гидроокиси калия порциями по 50-70 см<sup>3</sup> и интенсивно



перемешивают до отсутствия комков. Смесь выдерживают ночь в закрытой колбе, отфильтровывают, промывают порциями метанола по 100 см<sup>3</sup> до pH-7. Импрегнированный гидроксидом калия силикагель активируют при 180<sup>0</sup>С в течение 17 часов в сушильном шкафу.

д) Натрий сернокислый прокаливают при температуре 400<sup>0</sup>С в течение 4 часов.

е) Магний сернокислый прокаливают при температуре 450<sup>0</sup>С в течение 4 часов.

При подготовке и использовании каждой новой партии реактивов и материалов или замене одного из них проводят проверку путем выполнения всей процедуры анализа для холостого опыта и контрольной аттестованной смеси, оценивая результаты с учетом характеристик погрешности. Допускается использование растворителей и сорбентов других марок, обеспечивающих проведение анализа с заданной погрешностью.

#### 11.4. Подготовка колонок

##### а) Подготовка «многослойной» колонки

Для «многослойной» колонки используют стеклянную трубку длиной 400 мм и внутренним диаметром 7 мм (п. 6). «Многослойная» колонка состоит из следующих слоев (сверху вниз) – 3-4 см<sup>3</sup> 30% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> /SiO<sub>2</sub>, 2,0 см<sup>3</sup> MgSO<sub>4</sub>, 3-4 см<sup>3</sup> 40% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> /SiO<sub>2</sub>, 1,5 см<sup>3</sup> MgSO<sub>4</sub>, 3-4 см<sup>3</sup> 44% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> /SiO<sub>2</sub>, 1,5 см<sup>3</sup> MgSO<sub>4</sub>, 3-4 см<sup>3</sup> K<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, 2,0 см<sup>3</sup> MgSO<sub>4</sub>, стеклянный фильтр.

##### б) Подготовка колонки с окисью алюминия

Для колонки этого типа используют стеклянную трубку длиной 200 мм и внутренним диаметром 7 мм (п. 6). Колонку набивают 4 г щелочным оксидом алюминия, предварительно активированный (п. 11.3. б.).

#### 11.5. Приготовление растворов ПХДД, ПХДФ и ПХБ

а) Приготовление исходных стандартных растворов меченных <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-ПХДД, ПХДФ и ПХБ с концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup> (стандарт-имитатор, внутренний стандарт), для чего проводят соответствующее разведение стандартных растворов изотопномеченных <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-ПХДД, ПХДФ и ПХБ (п. 5).

Сосуды, в которых хранят растворы, маркируют и взвешивают для того, чтобы учесть потери растворителя в процессе испарения. Растворы хранят в мерных колбах с притертыми стеклянными пробками в холодильнике при температуре 4<sup>0</sup>С. Перед использованием растворы доводят до температуры окружающей среды и в случае необходимости корректируют уровень растворителя.

Растворы стабильны в течение 1 года.

б) Приготовление рабочего раствора меченого стандарта  $^{13}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ и ПХБ с концентрацией  $10 \text{ нг/см}^3$  проводят в мерных колбах с использованием дозаторов, путем соответствующего разведения исходных стандартных растворов  $^{13}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ и ПХБ (п. 11.5.«а»). При этом используют растворитель того же названия, который применялся в исходном растворе.

Условия хранения растворов идентичны п. 11.5.«а»

Растворы стабильны в течение 1 года.

в) Приготовление градуировочных растворов соединений  $^{12}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ и ПХБ.

Приготовление градуировочных растворов смеси или отдельных наименований каждого имеющегося вещества  $^{12}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ и ПХБ проводят в мерных колбах с использованием дозаторов, путем соответствующего разведения стандартных растворов  $^{12}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ и ПХБ. При этом используют растворитель того же названия, который применялся в исходном растворе.

Готовят следующие концентрации: Тетра- и ПентаХДД(Ф) от  $10$  до  $100 \text{ нг/см}^3$ ; ГексаХДД(Ф) от  $20$  до  $200 \text{ нг/см}^3$ ; ГептаХДД(Ф) от  $40$  до  $400 \text{ нг/см}^3$ ; ОктаХДД(Ф) от  $100$  до  $1000 \text{ нг/см}^3$ . Для ПХБ готовят концентрации в интервале  $0,5$ - $10 \text{ мкг/см}^3$ . Для каждого вещества готовят не менее четырех концентраций. Для ПХБ готовят концентрацию в интервале  $0,5$ - $10 \text{ мкг/см}^3$ .

Условия хранения растворов идентичны п. 11.5. «а». Растворы стабильны в течение 6 месяцев.

#### 11.6. Подготовка аппаратуры.

Хромато-масс-спектрометрическую систему готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Проверяют функционирование ГХ-МС системы, вводя в инжектор хроматографа растворитель или контрольный образец, и оценивают общую чувствительность прибора, фон, наличие эффектов "памяти" и артефактов.

#### 11.7. Получение градуировочной зависимости для определяемых компонентов.

Во флаконы, плотно закрывающиеся пробками, вместимостью  $1 \text{ см}^3$  вводят дозатором по  $0,995 \text{ см}^3$  градуировочных растворов ПХДД(Ф) и ПХБ п.11.5.в) и добавляют с помощью микрошприца по  $0,005 \text{ см}^3$  стандартного раствора  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-ТетраХДД (или набора изотопномеченых внутренних стандартов) с концентрацией  $1 \text{ мкг/см}^3$  (п. 11.5.а).

По  $0,001 \text{ см}^3$  каждого раствора вводят микрошприцем в инжектор газового хроматографа в режиме splitless (или on-column). Регистрируют масс-хроматограммы для ионов с массами, указанными в приложении 2.

С помощью системы обработки данных находят градуировочную зависимость отношения площади хроматографического пика каждого определяемого компонента на масс-хроматограммах для одного или обоих регистрируемых изотопных ионов к площади пика на масс-хроматограмме соответствующего иона внутреннего стандарта от концентрации. Например, для 2,3,7,8-ТетраХДД и внутреннего стандарта  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-ТетраХДД определяют зависимость от концентрации 2,3,7,8-ТетраХДД отношения площадей хроматографических пиков для ионов 320/332, 322/334.

Градуировочная зависимость считается приемлемой, если все точки находятся в доверительном интервале, соответствующем 95%-й доверительной вероятности.

#### 11.8. Подготовка и экстракция проб

В делительную воронку вливают  $1 \text{ дм}^3$  анализируемой пробы.

В пробу воды дозатором вносят  $0,01 \text{ см}^3$  рабочего раствора смеси меченных стандартов  $^{13}\text{C}_{12}$ -ПХДД, ПХДФ, ПХБ с концентрацией  $10 \text{ нг/см}^3$  и встряхивают в течение часа, после чего экстрагируют два раза порциями по  $100 \text{ см}^3$  метиленхлорида. Органические экстракты объединяют, упаривают ~ до  $5 \text{ см}^3$ .

#### 11.9. Очистка экстракта на «многослойной» колонке с модифицированным силикагелем

Экстракт пробы в хлористом метиле (гексане) вносят в колонку с модифицированным силикагелем. Смывают остатки с колбы двумя порциями по  $5 \text{ см}^3$  хлористого метилена (гексана) и также переносят в колонку. После прохождения раствора колонку промывают  $75 \text{ см}^3$  смеси гексана и хлористого метилена в соотношении 3:1. Затем растворитель из колонки вытесняют током воздуха. Объединенный элюат упаривают до  $1\text{--}1,5 \text{ см}^3$  и очищают на колонке с оксидом алюминия.

#### 11.10. Очистка на колонке с оксидом алюминия

Экстракт (п.11.9.) пропускают через колонку с оксидом алюминия. Колбу смывают дважды  $5 \text{ см}^3$  гексана, который также пропускают через колонку. Колонку промывают  $20 \text{ см}^3$  смеси гексана и хлористого метилена (95:5 объем.). Полученную смесь используют для определения ПХБ. Смесь растворителей упаривают до  $1 \text{ см}^3$ , вносят  $10 \text{ мкл}$  тридекана и в токе азота удаляют остатки растворителя, кроме декана. Пробу вносят в прибор.

Колонку же элюируют 50 см<sup>3</sup> смеси гексана и метилхлорида (40:60 объем.). Элюат упаривают до объема около 2 см<sup>3</sup>, перенося во флакон Mini-Vial вместимостью 5 см<sup>3</sup>, добавляют 10 мкл тридекана, 1 мкл рекавер-стандарта и упаривают в токе азота до полного испарения растворителя (кроме тридекана). Пробу вносят в прибор для определения ПХДД(Ф).

Подготовленные для анализа пробы могут храниться до 40 суток при температуре не выше 4°C.

## 12. Проведение измерений

### 12.1. Условия проведения измерений

Измерения проводят по температурной программе, подобранной в процессе предварительных опытов, таким образом, чтобы обеспечить высокое разделение определяемых ПХДД, ПХДФ и ПХБ от их изомеров. Эффективность разделения хроматографической системы перед каждой серией, но не реже одного раза в неделю, должна экспериментально подтверждаться вводом в ГХ-МС стандартной смеси изомеров ПХДД(Ф) (п.5). Эффективность разделения достаточна при соблюдении следующего условия для любой пары изомеров:

$$2h/(H_1+H_2)<0,7,$$

где  $H_1$ ,  $H_2$  - высоты неразрешенных пиков,  $h$  - высота долины между ними.

Для колонки с неподвижной фазой DB-5, например, можно рекомендовать следующую температурную программу: начальная температура термостата 120° С, скорость подъема температуры 20° С/мин до 240° С, с 240° С до 270° С -2° С/мин и выдержка при этой температуре до выхода всех компонентов. Температура инжектора и интерфейса 250°С. Температура источника ионов масс-спектрометра -250° С, энергия ионизирующих электронов - 50-70 эВ. Условия получения масс-спектров могут быть и другими в зависимости от типа масс-спектрометра и условий его юстировки. Необходимым условием является величина чувствительности системы ГХ-МС, которая должна обеспечивать регистрацию 10 пг 2,3,7,8 ТетраХДД при отношении сигнал/шум равным 3:1.

Определяют времена удерживания 2,3,7,8-замещенных ПХДД, ПХДФ, ПХБ и внутренних стандартов (п. 5.), вводя несколько раз контрольную смесь диоксинов, содержащую определяемые соединения, измеряя в каждом опыте времена удерживания и рассчитывая их средние значение и доверительные интервалы. Времена удерживания зависят от типа колонки и условий работы.

Относительные времена удерживания некоторых ПХДД(Ф) и некоторых ПХБ на двух разных неподвижных фазах (полярной и неполярной) приведены в приложении 3.

## 12.2 Получение масс-хроматограмм.

Отбирают микрошприцем 0,001 см<sup>3</sup> анализируемого раствора и вводят в инжектор газового хроматографа в режиме splitless или on-column. Регистрируют ионные масс-хроматограммы для ионов, соответствующих определяемым ПХДД, ПХДФ, ПХБ и используемым внутренним стандартам (приложение 2).

## ПРИМЕЧАНИЯ

1. При использовании масс-спектрометра низкого разрешения регистрируются ионы с соответствующими номинальными массами, например, вместо 319,897 - 320 и т.д.

2. Для обеспечения большей достоверности результатов желательно регистрировать большее число ионов для каждого соединения, а при использовании масс-спектрометрии низкого разрешения это необходимо; в качестве дополнительных ионов для регистрации желательно выбирать как изотопы молекулярных ионов, так и осколочные ионы (M-SOC1)<sup>+</sup>.

## 13. Вычисление результатов измерений

По окончании анализа с помощью системы обработки данных фиксируют на масс-хроматограммах пики в области времен удерживания, соответствующих выходу замещенных ПХДД, ПХДФ, ПХБ и внутренних стандартов.

Вычисляют отношение площадей хроматографических пиков на масс-хроматограммах ионов M1 и M2, регистрируемых для каждого определяемого соединения и внутреннего стандарта, и сравнивают его с теоретическим значением, приведенным в Приложении 2. Это отношение должно быть в пределах  $\pm 15\%$  от теоретического значения, например, для ТетраХДД - от 0,65 до 0,89 (теоретическое отношение равно 0,77). Если хроматографические пики в указанной области времен удерживания имеются, но отношение площадей пиков выходит за эти пределы, то говорить о положительной идентификации по этим пикам ПХДД, ПХДФ и ПХБФ в данной пробе нельзя, и требуется дополнительный анализ (на хроматографической колонке с другой неподвижной фазой, с ионизацией отрицательными ионами или с применением tandemной масс-спектрометрии) или же повторный анализ с дополнительной очисткой на колонке с окисью алюминия. Если время удерживания данного компонента совпадает с временем удерживания соответствующего изотопномеченого внутреннего стандарта (отличается от него не более чем на 1 скан) или

отличается от времени удерживания, измеренного для стандартного образца, не более, чем на 0,01% и отношение площадей пиков находится в указанных пределах, то этот компонент в данной пробе считается идентифицированным.

Измеряют площади пиков на масс-хроматограммах в указанной области. Оценивают эффективность извлечения ПХДД, ПХДФ и ПХБ по площадям пиков, соответствующих введенным меченым стандартам.

Например, для  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-ТетраХДД эффективность извлечения  $E$  рассчитывается по формуле:

$$E = \frac{A_s C_k}{A_k C_s} \times 100\%,$$

где  $A_s$  - площадь пика на масс-хроматограмме иона  $m/z$  332 или 334 для внутреннего стандарта-имитатора  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-ТХДД (в единицах счета интегратора);  $A_k$  - площадь пика для внутреннего стандарта  $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-ТетраХДД (в единицах счета интегратора),  $C_k$  - количество введенного стандарта-имитатора  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-ТетраХДД (пг),  $C_s$  - количество введенного внутреннего стандарта  $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-ТетраХДД (пг).

Концентрацию обнаруженных компонентов  $X_i$  определяют по формуле:

$$X_i = \frac{A_i P_s}{A_s P} K_i,$$

где  $X_i$  - концентрация  $i$ -го определяемого компонента, пг/г,  $A_i$  - площадь хроматографического пика (в единицах счета интегратора) на масс-хроматограмме иона, регистрируемого для определения данного соединения (табл.3),  $A_s$  - площадь хроматографического пика на масс-хроматограмме стандарта-имитатора (в единицах счета интегратора),  $P_s$  - количество добавленного к пробе стандарта-имитатора в пг,  $P$  - масса анализируемой пробы, г,  $K_i$  - градуировочный коэффициент, соответствующий данному отношению  $A_i/A_s$  на градуировочной зависимости.

Расчет проводят по масс-хроматограммам либо для одного из двух ионов  $M1$  или  $M2$ , указанных в прилож.2, либо для двух ионов с усреднением результатов, либо по сумме площадей соответствующих пиков на обеих масс-хроматограммах.

Конечный результат анализа представляют следующим образом:

$$X_i \pm D, \text{ мг/г}, P = 0,95$$

где  $D$  - значение характеристики погрешности, рассчитанное по формуле

$D = 0,01 * d * X_i$  ( $X_i$ - содержание определяемого компонента в пробе), значения  $d$  приведены в Приложение 1.

Результат представляют также в диоксиновых эквивалентах (ДЭ) путем умножения значений концентраций определяемых компонентов на соответствующие коэффициенты, приведенные в Приложении 5.

#### 14. Контроль погрешности результатов измерений

##### 14.1. Контроль правильности детектирования

Для доказательства правильности детектирования при каждом определении необходимо:

- для каждого из определяемых ПХДД, ПХДФ и ПХБ и для внутренних стандартов регистрировать не менее двух масс-хроматограмм по двум ионам  $M1$  и  $M2$  с массами, соответствующими изотопам молекулярного иона. Хроматографические пики на двух масс-хроматограммах для ионов  $M1$  и  $M2$ , соответствующие каждому определяемому ПХДД, ПХДФ и внутреннему стандарту, должны быть синхронными;

- относительные времена удерживания хроматографических пиков ПХДД и ПХДФ (по отношению к внутреннему стандарту) не должны отличаться от измеренных для стандартных образцов ПХДД, ПХДФ и ПХБ более, чем на 0,01%, а в случае использования соответствующего изотопномеченого внутреннего стандарта - не более чем на 1 с или на 1 скан от времени удерживания внутреннего стандарта;

- отношение площадей хроматографических пиков на парных масс-хроматограммах ионов  $M1$  и  $M2$ , регистрируемых для каждого определяемого компонента и внутреннего стандарта должно быть в пределах  $\pm 15\%$  от теоретического, приведенного в прилож.2;

- отношение сигнала к шуму для каждого измеряемого хроматографического пика должно быть не менее 3;

- интервал эффективности извлечения ПХДД, ПХДФ и ПХБ, определяемый по отношению:  $^{13}\text{C}_{12}\text{-2,3,7,8-ТетраХДД} / ^{13}\text{C}_{12}\text{-1,2,3,4-ТетраХДД}$ , должен быть в пределах 75%- 100%.

##### 14.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводится периодически, через каждые 10-20 проб. Образцами контроля являются реальные пробы. Для анализа отбирают две параллельные пробы и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата

анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе должны участвовать два аналитика. Оперативный контроль воспроизводимости проводят путем сравнения результата контрольной процедуры  $D_k$ , равного расхождению двух результатов измерений (первичного –  $X_1$  и повторного –  $X_2$ ) содержания компонентов в одной и той же пробе, с нормативом оперативного контроля воспроизводимости –  $D$ .

Воспроизводимость контрольных измерений, а также воспроизводимость результатов измерений рабочих проб, получаемых за период, в течение которого условия проведения анализа принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольных измерений, признают удовлетворительной, если

$$D_k = |X_1 - X_2| < D,$$

где  $D = 0.01 * D_{отн} * X$  ( $X$  – среднее арифметическое значение первичного и повторного результатов измерений). Значения  $D_{отн}$  приведены в приложении 4.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

### 14.3. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности проводят периодически раз в три месяца, а также при изменении условий анализа (применении новой партии реактивов или новых стандартных образцов, изменении характеристик прибора и т.п.).

Оперативный контроль погрешности выполняют в одной серии с проведением анализа рабочих проб.

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок, который состоит в сравнении результата контрольной процедуры  $K_k$ , равного разности между результатом контрольного измерения содержания ПХДД и ПХДФ, замещенных в положениях 2,3,7,8, в пробе с известной добавкой  $X'$ , в пробе без добавки  $X$  и величиной добавки  $C$ , с нормативом оперативного контроля погрешности  $K_d$ .

Анализируют две одинаковые пробы воды. Первую анализируют в соответствии с прописью методики и получают результат анализа  $X$ . Во второй части добавляют известное количество  $C$  определяемого компонента и анализируют в тех же условиях, получая результат анализа пробы с добавкой  $X'$ .



Погрешность считается удовлетворительной, если выполняется условие:

$$K_k = |X' - X - C| < K_d$$

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой  $X'$ , пробы  $X$  и величины добавки  $-C$ ) во всем диапазоне измеряемых массовых концентраций определяемых ПХДД, ПХДФ и ПХБ при проведении внутрилабораторного контроля ( $P=0,90$ )

$$K_d = 0,84 \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta x)^2}, \text{ нг/дм}^3;$$

- при проведении внешнего контроля ( $P=0,95$ )

$$K_d = \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta x)^2}, \text{ нг/дм}^3;$$

где  $\Delta x'$ ,  $\Delta x$  (нг/дм<sup>3</sup>) – характеристика погрешности, соответствующая массовой концентрации определяемого компонента в исходной рабочей пробе и рабочей пробе с добавкой, соответственно;

$\Delta x = 0,01 \times d \times X$  ( $X$  – массовая концентрация определяемого компонента в исходной рабочей пробе);

$\Delta x' = 0,01 \times d \times X'$  ( $X'$  – массовая концентрация определяемого компонента в исходной рабочей пробе с добавкой). Значения  $d$  приведены в таблице 1.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

Приложение 1  
к Инструкции по применению  
Определение полихлорированных  
дibenзо-п-диоксинов,  
дibenзофуранов и бифенилов в  
пробах питьевой воды, по-  
верхностных, природных и очи-  
щенных сточных вод методом  
хроматомасс-спектрометрии

Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности  $P=0,95$

| Диапазон измеряемых массовых концентраций, $\text{нг/дм}^3$ | Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm d$ , % | Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности), $s(d)$ , % | Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью), $\pm d_c$ , % |
|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <u>Для ПХДД(Ф)</u>                                          |                                                                                                                      |                                                                                                                                    |                                                                                                                                                                                  |
| от 0,01 до 0,02 вкл.                                        | 70                                                                                                                   | 34                                                                                                                                 | 22                                                                                                                                                                               |
| св. 0,02 до 0,1 вкл.                                        | 54                                                                                                                   | 26                                                                                                                                 | 18                                                                                                                                                                               |
| св. 0,1 до 0,2 вкл.                                         | 37                                                                                                                   | 18                                                                                                                                 | 11                                                                                                                                                                               |
| <u>Для ПХБ</u>                                              |                                                                                                                      |                                                                                                                                    |                                                                                                                                                                                  |
| 500 - 1000                                                  | 50                                                                                                                   | 34                                                                                                                                 | 22                                                                                                                                                                               |
| 1000 - 2000                                                 | 35                                                                                                                   | 20                                                                                                                                 | 10                                                                                                                                                                               |

Приложение 2  
к Инструкции по применению  
Определение полихлорированных  
дибензо-п-диоксинов,  
дибензофуранов и бифенилов в  
пробах питьевой воды, по-  
верхностных, природных и очи-  
щенных сточных вод методом  
хроматомасс-спектрометрии

Массы регистрируемых ионов и соотношение площадей  
их пиков на масс-хроматограммах

| Соединение                                                             | M1      | M2      | Соотношение<br>площадей |
|------------------------------------------------------------------------|---------|---------|-------------------------|
| ТетраХДД                                                               | 319,897 | 321,894 | 0,77                    |
| ТетраХДФ                                                               | 303,902 | 305,899 | 0,77                    |
| ПентаХДД                                                               | 355,855 | 357,852 | 1,32                    |
| ПентаХДФ                                                               | 339,860 | 341,857 | 1,32                    |
| ГексаХДД                                                               | 389,816 | 391,813 | 1,24                    |
| ГексаХДФ                                                               | 373,821 | 375,818 | 1,24                    |
| ГептаХДД                                                               | 423,777 | 425,774 | 1,05                    |
| ГептаХДФ                                                               | 407,782 | 409,779 | 1,05                    |
| ОктаХДД                                                                | 557,738 | 559,735 | 0,89                    |
| ОктаХДФ                                                                | 441,743 | 443,740 | 0,89                    |
| ( <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ) ТетраХДД<br>(внутренний<br>стандарт) | 331,931 | 333,934 | 0,77                    |
| ТриХБ                                                                  | 256     | 258     |                         |
| ТетраХБ                                                                | 290     | 292     |                         |
| ПентаХБ                                                                | 324     | 326     |                         |
| ГексаХБ                                                                | 360     | 362     |                         |
| ГептаХБ                                                                | 394     | 396     |                         |
| ОктаХБ                                                                 | 498     | 500     |                         |

Приложение 3  
к Инструкции по применению  
Определение полихлорированных  
дибензо-п-диоксинов,  
дибензофуранов и бифенилов в  
пробах питьевой воды, по-  
верхностных, природных и очи-  
щенных сточных вод методом  
хроматомасс-спектрометрии

Относительные времена удерживания хлорзамещенных  
основных ПХДД, ПХДФ и ПХБ

| Время удерживания, мин / Неподвижная фаза |                                 |          |          |
|-------------------------------------------|---------------------------------|----------|----------|
| №                                         | Соединение                      | неполярн | полярная |
| п/п                                       |                                 | Ultra-2  | SP-2331  |
| 1                                         | 1,2,3,4-ТетраХДД                | 0,99     | 1,02     |
| 2                                         | 1,2,7,8-ТетраХДД                | 1,00     | 1,00     |
| 3                                         | 1,2,3,7,8-ПентаХДД              | 1,23     | 1,40     |
| 4                                         | 1,2,3,4,7,8-ГексаХДД            | 1,46     | 2,08     |
| 5                                         | 1,2,3,6,7,8-ГексаХДД            | 1,47     | 1,94     |
| 6                                         | 1,2,3, 7,8,9-ГексаХДД           | 1,50     | 2,15     |
| 7                                         | 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД          | 1,76     | 2,98     |
| 8                                         | ОктаХДД                         | 2,17     | 4,50     |
| 9                                         | ПХБ-28 (2,4,4'-ТриХБ)           | -        | 0,75     |
| 10                                        | ПХБФ-52 (2,2',5,5'-ТетраХБ)     | -        | 0,82     |
| 11                                        | 1,2,7,8-ТетраХДФ                | 0,96     | 0,96     |
| 12                                        | 1,2,3,7,8-ПентаХДФ              | 1,18     | 0,31     |
| 13                                        | ПХБ-101 (2,2',4,5,5'-ПентаХБ)   | -        | 1,22     |
| 14                                        | 2,3,4,7,8-ПентаХДФ              | 1,22     | 1,35     |
| 15                                        | 1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ            | 1,39     | 1,50     |
| 16                                        | ПХБ-138(2,2',3,4,4',5'-ГексаХБ) | -        | 2,01     |
| 17                                        | 1,2,3, 6,7,8-ГексаХДФ           | 1,39     | 2,03     |
| 18                                        | 2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ            | 1,43     | 2,07     |
| 19                                        | ПХБ-153(2,2',4,4',5,5'-ГексаХБ) | -        | 2,09     |
| 20                                        | 1,2,3, 7,8,9-ГексаХДФ           | 1,48     | 2,55     |
| 21                                        | 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ          | 1,61     | 2,83     |
| 22                                        | 1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ          | 1,74     | 2,96     |
| 23                                        | ОктаХДФ                         | 2,12     | 4,45     |

Приложение 4  
к Инструкции по применению  
Определение полихлорированных  
дибензо-п-диоксинов,  
дибензофуранов и бифенилов в  
пробах питьевой воды, по-  
верхностных, природных и очи-  
щенных сточных вод методом  
хроматомасс-спектрометрии

Значения норматива оперативного контроля случайной составляющей  
относительной погрешности (воспроизводимости) при доверительной  
вероятности  $P=0,95$

| Диапазон измеряемых<br>содержаний 2,3,7,8-замещенных<br>полихлорированных дибензо-п-<br>диоксинов и дибензофуранов,<br>нг/кг | Норматив оперативного контроля<br>воспроизводимости, $D_{отн}$ , % (для<br>двух результатов измерений $m=2$ ) |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 0,5 до 10 вкл.                                                                                                            | 94                                                                                                            |
| св.10 до 200 вкл.                                                                                                            | 61                                                                                                            |
| св.200 до 1000 вкл.                                                                                                          | 36                                                                                                            |

Приложение 5  
к Инструкции по применению  
Определение полихлорированных  
дibenзо-п-диоксинов,  
дibenзофуранов и бифенилов в  
пробах питьевой воды, по-  
верхностных, природных и очи-  
щенных сточных вод методом  
хроматомасс-спектрометрии

Обязательное

Форма представления результатов анализа

Наименование организации, проводший анализ. Номер аттестата  
аккредитации.

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ от «\_\_\_» \_\_\_\_\_

количественного химического анализа полихлорированных  
дibenзо-п-диоксинов

Краткое описание пробы (шифр; наименование и  
характеристики пробы и условий пробоотбора).

Методика КХА

| Определяемый<br>компонент,<br>2,3,7,8-ПХДД и ПХДФ | Диоксиновый<br>эквивалент,<br>ДЭ | РЕЗУЛЬТАТ АНАЛИЗА     |                            |
|---------------------------------------------------|----------------------------------|-----------------------|----------------------------|
|                                                   |                                  | Концентрация,<br>пг/г | Концентрация<br>в ДЭ, пг/г |
| 1                                                 | 2                                | 3                     | 4                          |
| 2,3,7,8-ТетраХДД                                  | 1                                |                       |                            |
| 1,2,3,7,8-ПентаХДД                                | 0,5                              |                       |                            |
| 1,2,3,4,7,8-ГексаХДД                              | 0,1                              |                       |                            |
| 1,2,3,6,7,8-ГексаХДД                              | 0,1                              |                       |                            |
| 1,2,3,7,8,9-ГексаХДД                              | 0,1                              |                       |                            |
| 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД                            | 0,01                             |                       |                            |
| ОктаХДД                                           | 0,001                            |                       |                            |
| 2,3,7,8-ТетраХДФ                                  | 0,1                              |                       |                            |
| 1,2,3,7,8-ПентаХДФ                                | 0,05                             |                       |                            |
| 2,3,4,7,8-ПентаХДФ                                | 0,5                              |                       |                            |
| 1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ                              | 0,1                              |                       |                            |
| 1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ                              | 0,1                              |                       |                            |

| 1                                                                            | 2     | 3                                 | 4 |
|------------------------------------------------------------------------------|-------|-----------------------------------|---|
| 2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ                                                         | 0,1   |                                   |   |
| 1,2,3,7,8,9-ГексаХДФ                                                         | 0,1   |                                   |   |
| 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ                                                       | 0,01  |                                   |   |
| 1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ                                                       | 0,01  |                                   |   |
| ОктаХДФ                                                                      | 0,001 |                                   |   |
| Другие ТетраХДД                                                              |       |                                   |   |
| Другие ТетраХДФ                                                              |       |                                   |   |
| Другие ПентаХДД                                                              |       |                                   |   |
| Другие ПентаХДФ                                                              |       |                                   |   |
| Другие ГексаХДД                                                              |       |                                   |   |
| Другие ГексаХДФ                                                              |       |                                   |   |
| Другой ГептаХДД                                                              |       |                                   |   |
| Другие ГептаХДФ                                                              |       |                                   |   |
| Предел обнаружения по <sup>13</sup> C <sub>12</sub> - 2,3,7,8-ТетраХДД, пг/г |       | Суммарная концентрация в ДЭ, пг/г |   |
| Относительная погрешность определения, %                                     |       |                                   |   |

Подпись ответственного исполнителя

Примечание: допустимо представление другой, дополнительной информации по характеристикам проб, пробоотбору и результатам анализов.