

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
31792—
2012

РЫБА, МОРСКИЕ БЕСПОЗВОНОЧНЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания диоксинов и диоксинподобных
полихлорированных бифенилов хромато-масс-спектральным
методом

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 7018

16 октября 2012 г.



Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

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

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН ГУ «НПО «Тайфун» Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды, ФГУП «Атлантический научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» (ФГУП «Атлант НИРО»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол № 51-П от 1 октября 2012 г.)

За принятие стандарта 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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Стандарт подготовлен на основе ГОСТ Р 53184—2008

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Термины, определения и сокращения	2
4 Требования безопасности	3
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы	3
5.1 Средства измерений	3
5.2 Вспомогательные устройства и лабораторная посуда	4
5.3 Реактивы и материалы	5
5.4 Стандартные растворы и контрольные образцы	5
6 Определение полихлорированных дибензо- <i>p</i> -диоксинов и дибензофuranов.....	7
6.1 Подготовка посуды, сорбентов и реагентов	7
6.2 Калибровка колонки Bio-Beads SE-X3	8
6.3 Подготовка градуировочных растворов ПХДД/ДФ и растворов изотопно-меченых суррогатных и внутренних стандартов.....	8
6.4 Подготовка проб для анализа	10
7 Проведение испытаний	11
7.1 Экстракция ПХДД/ДФ	11
7.2 Очистка экстракта методом колоночной хроматографии.....	11
7.3 Выполнение измерений	12
7.4 Обработка результатов измерений	17
7.5 Характеристика погрешности измерений	18
7.6 Оформление результатов измерений	18
7.7 Контроль качества измерений	18
8 Определение диоксинподобных (планарных) полихлорированных бифенилов	19
8.1 Подготовка калибровочных растворов ПХБ и растворов изотопно-меченых суррогатных и внутренних стандартов	19
8.2 Подготовка проб для анализа.....	21
8.3 Экстракция планарных ПХБ	22
8.4 Очистка экстракта методом колоночной хроматографии	22
8.5 Выполнение измерений	22
8.6 Обработка результатов измерений	25
8.7 Характеристики погрешности измерений	26
8.8 Оформление результатов измерений	26
8.9 Контроль качества измерений	27
Приложение А (справочное) Диоксиновый эквивалент токсичности (<i>TEQ</i>) конгенеров ПХДД/ДФ и диоксинподобных ПХБ	28
Приложение Б (справочное) Колонки для анализа	29
Приложение В (справочное) Форма представления результатов анализа на содержание ПХДД/ПХДФ	31
Приложение Г (справочное) Форма представления результатов анализа на содержание планарных полихлорированных бифенилов	33

РЫБА, МОРСКИЕ БЕСПОЗВОНОЧНЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания диоксинов и диоксинподобных полихлорированных бифенилов хромато-масс-спектральным методом

Fish, marine invertebrates and products of their processing.
Determination of dioxins and dioxin-like biphenyls content by GC-MS method

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт предназначен для идентификации и выполнения измерений массовых концентраций 17 высокотоксичных полихлорированных дibenзо-p-диоксинов и дibenзофуранов: 2,3,7,8-тетрахлордibenzo-p-диоксина, 2,3,7,8-пентахлордibenzo-p-диоксина; 1,2,3,4,7,8-гексахлордibenzo-p-диоксина; 1,2,3,6,7,8-гексахлордibenzo-p-диоксина; 1,2,3,7,8,9-гексахлордibenzo-p-диоксина; 1,2,3,4,6,7,8-гептахлордibenzo-p-диоксина; октахлордibenzo-p-диоксина; 2,3,7,8-тетрахлордibenzoфурана; 1,2,3,7,8-пентахлордibenzoфурана; 2,3,4,7,8-пентахлордibenzoфурана; 1,2,3,4,7,8-гексахлордibenzoфурана; 1,2,3,6,7,8-гексахлордibenzoфурана; 2,3,4,6,7,8-гексахлордibenzoфурана; 1,2,3,7,8,9-гексахлордibenzoфурана; 1,2,3,4,6,7,8-гептахлордibenzoфурана; 1,2,3,4,7,8,9-гептахлордibenzoфурана; октахлордibenzoфурана, а также 14 диоксиноподобных планарных полихлорированных бифенилов (ПХБ): 3,3,4,4'-тетрахлорбифенила; 3,4,4',5-тетрахлорбифенила; 2,3,3',4,4'-пентахлорбифенила; 2,3,4,4,5-пентахлорбифенила; 2,3,4,4',5-пентахлорбифенила; 2,3,4,4',5-пентахлорбифенила; 3,3,4,4,5-пентахлорбифенила; 2,3,3,4,4',5-гексахлорбифенила; 2,3,3,4,4',5-гексахлорбифенила; 2,3,4,4,5-гексахлорбифенила; 3,3,4,4',5-гексахлорбифенила; 2,2',3,3,4,4',5-гептахлорбифенила; 2,2,3,4,4',5-гептахлорбифенила; 2,3,3,4,4',5-гептахлорбифенила в рыбе, морских беспозвоночных и продуктах их переработки.

Метод анализа основан на экстракции анализов органическими растворителями, последовательной очистке экстракта с применением гель-фильтрации и колоночной хроматографии на различных сорбентах и количественном анализе методом хромато-масс-спектрометрии с использованием суррогатных изотопно-меченых стандартов — аналогов определяемых соединений, вводимых в пробу на стадии пробоподготовки.

Предел обнаружения различных конгенеров составляет соответственно от 0,1 до 0,5 нг/кг. Определению не мешает присутствие в образцах пестицидов, полихлорированных бифенилов и прочих галогенированных соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 201—76 Тринатрийfosфат. Технические условия

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

ГОСТ 2652—78 Калия бихромат технический. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия