

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Хроматомасс-спектрометрическое
определение четыреххлористого углерода,
хлорбензола, хлорэтана, хлороформа,
хлорметана, 2-хлортолуола,
4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола,
1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола,
1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана,
1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена,
транс-1,2-дихлорэтилена,
1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана,
2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена,
цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-
дихлорпропилена, метиленхлорида,
1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-
тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена,
1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы**

Методические указания
МУК 4.1.2552а—09

Издание официальное

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Хроматомасс-спектрометрическое определение
четырёххлористого углерода, хлорбензола,
хлорэтана, хлороформа, хлорметана,
2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола,
1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола,
1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана,
1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена,
транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана,
1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана,
1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена,
транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида,
1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана,
тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана
в мясе птицы**

**Методические указания
МУК 4.1.2552а—09**

ББК 51.23

X94

X94 Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

1. Разработаны ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в г. Москве» (А. В. Иваненко, С. Г. Сафонкина, Л. И. Иванова, А. Ю. Полторацкий, Е. В. Солопов, И. Е. Рамишвили).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 30 сентября 2009 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

© Роспотребнадзор, 20010

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

30 сентября 2009 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Хроматомасс-спектрометрическое определение
четырёххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана,
хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола,
1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола,
1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена,
цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-
дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана,
1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена,
транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида,
1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана,
тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы**

**Методические указания
МУК 4.1.2552а—09**

1. Общие положения и область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают процедуру количественного хроматомасс-спектрометрического анализа мяса птицы для определения в нем содержания четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетра-

хлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/дм³.

1.2. Настоящие методические указания разработаны в связи с необходимостью усовершенствования методов газохроматографического анализа продуктов питания в целях гармонизации национальных методов исследования с современными международными стандартами.

1.3. Методические указания предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, а также других испытательных лабораторий, аккредитованных в порядке, установленном Правительством Российской Федерации, осуществляющих деятельность по санитарно-эпидемиологической оценке продуктов питания.

1.4. Перечень определяемых соединений приведен в табл. 1.

Таблица 1

| Вещество | № CAS |
|--------------------------|------------|
| 1 | 2 |
| четырёххлористый углерод | 56-23-5 |
| хлорбензол | 108-90-7 |
| 1-хлорбутан | 109-69-3 |
| хлорэтан | 75-00-3 |
| хлороформ | 67-66-3 |
| хлорметан | 74-87-3 |
| 2-хлортолуол | 95-49-8 |
| 4-хлортолуол | 106-43-4 |
| 1,2-дихлорбензол | 95-50-1 |
| 1,3-дихлорбензол | 541-73-1 |
| 1,4-дихлорбензол | 106-46-7 |
| 1,1-дихлорэтан | 75-34-3 |
| 1,2-дихлорэтан | 107-06-2 |
| 1,1-дихлорэтилен | 75-35-4 |
| цис-1,2-дихлорэтилен | 156-59-2 |
| транс-1,2-дихлорэтилен | 156-60-5 |
| 1,2-дихлорпропан | 78-87-5 |
| 1,3-дихлорпропан | 142-28-9 |
| 2,2-дихлорпропан | 590-20-7 |
| 1,1-дихлорпропилен | 563-58-6 |
| 1,1-дихлорпропанон | 513-88-2 |
| цис-1,2-дихлорпропилен | 10061-01-5 |

Продолжение табл. 1

| 1 | 2 |
|--------------------------|------------|
| транс-1,2-дихлорпропилен | 10061-02-6 |
| гексахлорбутадиен | 87-68-3 |
| гексахлорэтан | 67-72-1 |
| метиленхлорид | 75-09-2 |
| пентахлорэтан | 76-01-7 |
| 1,1,1,2-тетрахлорэтан | 630-20-6 |
| 1,1,2,2-тетрахлорэтан | 79-34-5 |
| тетрахлорэтилен | 127-18-4 |
| 1,2,3-трихлорпропан | 96-18-4 |
| 1,2,3-трихлорбензол | 87-61-6 |
| 1,2,4-трихлорбензол | 120-82-1 |
| 1,1,1-трихлорэтан | 71-55-6 |
| 1,1,2-трихлорэтан | 79-00-5 |
| трихлорэтилен | 79-01-6 |

2. Погрешность измерений

Диапазон измерений, значение показателей точности и нижний предел детектирования приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Вещество | Диапазон измерений (мг/дм ³) | Предел детектирования (мг/дм ³) | Показатель точности (%) | Относительное стандартное отклонение (%) |
|--------------------------|--|---|-------------------------|--|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| четырёххлористый углерод | 0,0005—0,01 | 0,0021 | 92,0 | 6,8 |
| хлорбензол | 0,0001—0,01 | 0,00004 | 91,0 | 5,8 |
| 1-хлорбутан | 0,0005—0,01 | 0,0001 | | |
| хлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,0001 | 100,0 | 5,8 |
| хлороформ | 0,0005—0,01 | 0,00003 | 95,0 | 3,2 |
| хлорметан | 0,0005—0,01 | 0,00013 | 99,0 | 4,7 |
| 2-хлортолуол | 0,0001—0,01 | 0,00004 | 99,0 | 4,6 |
| 4-хлортолуол | 0,0001—0,01 | 0,00006 | 96,0 | 7,0 |
| 1,2-дихлорбензол | 0,0001—0,01 | 0,00003 | 97,0 | 3,5 |
| 1,3-дихлорбензол | 0,0005—0,01 | 0,00012 | 99,0 | 6,0 |
| 1,4-дихлорбензол | 0,0002—0,02 | 0,00003 | 93,0 | 5,7 |
| 1,1-дихлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,00004 | 98,0 | 6,2 |
| 1,2-дихлорэтан | 0,0001—0,01 | 0,00006 | 100,0 | 6,3 |

Продолжение табл. 2

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--------------------------|-------------|---------|-------|------|
| 1,1-дихлорэтилен | 0,0001—0,01 | 0,00012 | 95,0 | 9,0 |
| цис-1,2-дихлорэтилен | 0,0005—0,01 | 0,00012 | 100,0 | 3,7 |
| транс-1,2-дихлорэтилен | 0,0001—0,01 | 0,00006 | 98,0 | 7,2 |
| 1,2-дихлорпропан | 0,0001—0,01 | 0,00002 | 96,0 | 6,0 |
| 1,3-дихлорпропан | 0,0001—0,01 | 0,00004 | 99,0 | 5,8 |
| 2,2-дихлорпропан | 0,0005—0,01 | 0,00035 | 99,0 | 4,9 |
| 1,1-дихлорпропилен | 0,0005—0,01 | 0,0001 | 98,0 | 7,4 |
| 1,1-дихлорпропанон | 0,0005—0,01 | 0,00004 | | |
| цис-1,2-дихлорпропилен | 0,0005—0,01 | 0,0001 | | |
| транс-1,2-дихлорпропилен | 0,0005—0,01 | 0,0001 | | |
| гексахлорбутадиен | 0,0005—0,01 | 0,00011 | 100,0 | 6,7 |
| гексахлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,0001 | | |
| метиленхлорид | 0,0001—0,01 | 0,00003 | 95,0 | 5,3 |
| пентахлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,0001 | | |
| 1,1,1,2-тетрахлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,00005 | 100,0 | 4,7 |
| 1,1,2,2-тетрахлорэтан | 0,0001—0,01 | 0,00004 | 100,0 | 12,0 |
| тетрахлорэтилен | 0,0005—0,01 | 0,00014 | 96,0 | 5,0 |
| 1,2,3-трихлорпропан | 0,0005—0,01 | 0,00032 | 96,0 | 6,5 |
| 1,2,3-трихлорбензол | 0,0005—0,01 | 0,00003 | 98,0 | 8,9 |
| 1,2,4-трихлорбензол | 0,0005—0,01 | 0,00004 | 91,0 | 16,0 |
| 1,1,1-трихлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,00008 | 100,0 | 4,0 |
| 1,1,2-трихлорэтан | 0,0005—0,01 | 0,0001 | 98,0 | 4,9 |
| трихлорэтилен | 0,0005—0,01 | 0,00019 | 96,0 | 2,0 |

3. Метод измерения

Измерение концентраций летучих органических веществ в мясном гомогенате основано на хроматомасс-спектрометрическом анализе равновесной паровой фазы, идентификации веществ по времени удерживания, масс-спектру и количественному определению методом абсолютной градуировки.

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет 39 мин.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

4.1. Средства измерений*

Хроматомасс-спектрометр «Clarus 600», дозатор равновесного пара «TurboMatrix» и программное обеспечение «TurboMass» (фирмы «Perkin Elmer», США).

Микрошприцы (фирмы «Гамильтон»):

| | |
|------------------------------------|------------|
| 7001KH (объем 1 мм ³) | СУ-20750 |
| 75RN (объем 5 мм ³) | СУ-26702 |
| 705RN (объем 50 мм ³) | СУ-20788 |
| 710RN (объем 100 мм ³) | СУ-20790-U |
| 725RN (объем 250 мм ³) | СУ-24538-U |

Весы лабораторные аналитические ГОСТ 24104—01

Колбы мерные вместимостью 100 см³ ГОСТ 1770-74Е

4.2. Вспомогательные устройства*

Кварцевая капиллярная колонка THERMO TR-V1 (фирмы «Thermo Electron Corporation», США) длиной 60 м, внутренним диаметром 0,32 мм, со слоем неподвижной фазы толщиной 1,8 мкм.

Флаконы стеклянные вместимостью 20 см³ (фирмы «Perkin Elmer», США).

Система получения особо чистой воды Millipore (фирмы «Millipore», США).

4.3. Материалы

Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты марки «55»

ТУ 0271-001-4590571—02

4.4. Реактивы*

Вода деионизированная*

* Указанные средства измерения, вспомогательное оборудование и другие материалы могут быть заменены другими с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

Натрий серно-кислый безводный, х. ч. ГОСТ 4166—76
Метанол «ВЭЖХ» (фирмы «Merck», Германия)
Стандартные смеси летучих органических соединений (кат. №№ 4-8775,
4-8777, 4-8779, 4-8786, 4-8797, 4-8799 фирмы «Supelco», США).

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

5.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83.

5.5. К обслуживанию хроматографа допускаются лица, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

5.6. При установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать ПБ 10-115—96 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором России 18.04.95 № 20.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории и с хроматомасс-спектрометром.

Оператор должен быть знаком с устройством хроматомасс-спектрометра и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

7. Условия измерений

7.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу осуществляют в следующих условиях (категория работ IIa по СанПиН 2.2.4.548—96):

- температура окружающей среды 19—22 °С;
- относительная влажность от 40 до 60 %.

7.2. Выполнение измерений на хроматомасс-спектрометре производят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку хроматомасс-спектрометра и дозатора равновесного пара, капиллярных колонок, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочных характеристик.

8.1. Подготовка хроматографа и капиллярных колонок

Подготовку хроматографа и дозатора равновесного пара проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Кварцевые капиллярные колонки предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от 50 до 230 °С со скоростью 10 °С/мин и выдерживая при этой температуре в течение 2 ч. После охлаждения термостата устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

8.2. Проверка чистоты деионизированной воды, газового тракта дозатора равновесного пара и хроматографа

Перед началом серии анализов следует убедиться в отсутствии следовых количеств анализируемых веществ в газовых магистралях ДРП и хроматомасс-спектрометра при заглушенном обогреваемом трубопроводе, а также проверить чистоту газохроматографической системы в целом, проведя анализ кипяченой дистиллированной воды.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Исходный раствор с концентрацией 20 мкг/см³: 1 см³ стандартной смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят метанолом до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения исходного раствора – 1 неделя при 4 °С.

Раствор № 1 с концентрацией 0,2 мкг/дм³: 1 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 2 с концентрацией 0,6 мкг/дм³: 3 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень

дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 3 с концентрацией 2 мкг/дм³: 10 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 4 с концентрацией 6 мкг/дм³: 30 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 5 с концентрацией 20 мкг/дм³: 100 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 6 с концентрацией 60 мкг/дм³: 300 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 7 с концентрацией 200 мкг/дм³: 1 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 8 с концентрацией 600 мкг/дм³: 3 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Раствор № 9 с концентрацией 2 000 мкг/дм³: 10 000 мкл исходного раствора смеси вводят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 сутки.

Во флаконы дозатора равновесного пара вводят по 10 мл каждой градуировочной смеси, флаконы герметизируют специальными крышками, помещают в дозатор равновесного пара и проводят исследования.

8.4. Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде.

Градуировочная характеристика выражает зависимость площади пика от концентрации ($\text{мг}/\text{дм}^3$) каждого вещества и строится по 6 сериям градуировочных растворов.

Градуировку хроматографа проводят сначала с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора.

Условия работы дозатора равновесного пара

| | |
|--|---------|
| Время термостатирования контейнера с пробой | 30 мин |
| Температура термостата контейнера с пробой | 80 °С; |
| Время наддува контейнера | 1 мин |
| Избыточное давление в контейнере (давление наддува) | 0,7 МПа |
| Температура крана-дозатора | 135 °С |
| Время отбора пробы | 4 с |

Условия проведения газохроматографического анализа

| | |
|---|---------------------------|
| Температура испарителя | 250 °С |
| <i>Для капиллярных колонок:</i> | |
| Температура первого изотермического участка | 45 °С |
| Длительность первого изотермического участка | 7 мин |
| Скорость программирования температуры | 5 °С/мин |
| Температура второго изотермического участка | 180 °С |
| Длительность второго изотермического участка | 0 мин |
| Скорость программирования температуры | 20 °С/мин |
| Температура третьего изотермического участка | 220 °С |
| Длительность третьего изотермического участка | 3 мин |
| Линейная скорость газа-носителя (гелия) | 70 см/с |
| Суммарный расход газа-носителя (гелий) через две колонки | 12,0 см ³ /мин |
| Давление на входе в капиллярную колонку | 52,6 кПа |
| Сброс газа-носителя | 8 см ³ /мин |

Масс-спектрометрический режим

| | |
|--------------------------------------|------------------|
| Режим ионизации | электронный удар |
| Энергия электронов | 70 эВ |
| Температура источника | 200 °С |
| Температура трансферной линии | 200 °С |
| Сканирование по полному ионному току | |
| Диапазон масс | 35—300 аеи |
| Задержка | 0 мин |
| Общее время анализа | 39 мин |

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков определяемых веществ и по средним результатам из пяти измерений строят градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади пика на хроматограмме от концентрации вещества в воде.

Проверку времен удерживания компонентов проводят ежемесячно.

Градуировку проводят раз в три месяца или после ремонта хроматографа.

8.5. Подготовка пробы для анализа

Мышечную ткань, кожу и подкожную жировую клетчатку тщательно гомогенизируют, 3 г полученного гомогената помещают во флакон дозатора равновесного пара, добавляют 0,5 г сульфата натрия для уменьшения давления водяного пара, перемешивают и флакон герметизируют. Далее проводят исследование по п. 8.4.

9. Обработка результатов измерений

Детектирование проводят по временам удерживания и масс-спектрам по выбранному иону.

В табл. 3 приведены характеристические ионы, по которым проводится детектирование.

Таблица 3

| Вещество | Основной характеристический ион | Подтверждающий ион |
|--------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 2 | 3 | 4 |
| четырёххлористый углерод | 117 | 119 |
| хлорацетонитрил | 48 | 75 |
| хлорбензол | 112 | 77, 114 |
| 1-хлорбутан | 56 | 49 |
| хлорэтан | 64 | 66 |
| хлороформ | 83 | 85 |
| хлорметан | 50 | 52 |
| 2-хлортолуол | 91 | 126 |
| 4-хлортолуол | 91 | 126 |
| 1,2-дихлорбензол | 146 | 111, 148 |
| 1,3-дихлорбензол | 146 | 111, 148 |
| 1,4-дихлорбензол | 146 | 111, 148 |
| 1,1-дихлорэтан | 63 | 65, 83 |
| транс-1,4-дихлор-2-бутен | 53 | 88, 75 |

Продолжение табл. 3

| 2 | 3 | 4 |
|--------------------------|-----|----------|
| 1,2-дихлорэтан | 63 | 65, 83 |
| 1,1-дихлорэтилен | 96 | 61, 63 |
| цис-1,2-дихлорэтилен | 96 | 61, 98 |
| транс-1,2-дихлорэтилен | 96 | 61, 98 |
| 1,2-дихлорпропан | 63 | 112 |
| 1,3-дихлорпропан | 76 | 78 |
| 2,2-дихлорпропан | 77 | 97 |
| 1,1-дихлорпропилен | 75 | 110, 77 |
| 1,1-дихлорпропанон | 43 | 83 |
| цис-1,2-дихлорпропилен | 75 | 110 |
| транс-1,2-дихлорпропилен | 75 | 110 |
| гексахлорбутadiен | 225 | 260 |
| гексахлорэтан | 117 | 119, 201 |
| метиленхлорид | 84 | 86, 49 |
| пентахлорэтан | 117 | 119, 167 |
| 1,1,1,2-тетрахлорэтан | 131 | 133, 119 |
| 1,1,2,2-тетрахлорэтан | 83 | 131, 85 |
| тетрахлорэтилен | 166 | 168, 129 |
| 1,2,3-трихлорпропан | 75 | 77 |
| 1,2,3-трихлорбензол | 180 | 182 |
| 1,2,4-трихлорбензол | 180 | 182 |
| 1,1,1-трихлорэтан | 97 | 99, 61 |
| 1,1,2-трихлорэтан | 83 | 97, 85 |
| трихлорэтилен | 95 | 130, 132 |

Концентрацию (С) каждого определяемого вещества, содержащегося в пробе, рассчитывают по установленным по п. 8.4 с помощью системы обработки данных индивидуальным градуировочным зависимостям.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

11. Контроль точности результатов измерений

11.1. Оперативный контроль погрешности

Проводится при смене реактивов, после ремонта прибора.

Образцами для контроля являются реальные пробы мяса, к которым делаются добавки измеряемых веществ в виде раствора. Отбирают

две пробы мяса и к одной из них делают добавку таким образом, чтобы содержание определяемых веществ увеличилось по сравнению с исходным на 50—150 %, но так, чтобы концентрация вещества в пробе не выходила за верхний предел диапазона градуировки. Анализируя каждую пробу в точном соответствии с прописью методики, получают результат анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх.}$ и рабочей пробы с добавкой – C' .

Результаты анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх.}$ и рабочей пробы с добавкой – C' получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|C' - C_{исх.} - C| < K_g, \text{ где}$$

C – добавка вещества, мкг/дм^3 ;

K_g – норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм^3 .

При внешнем контроле ($P = 0,95$) принимают:

$$K_g = \sqrt{\Delta^2 C' + \Delta^2 C_{исх.}}, \text{ где}$$

$\Delta C'$ и $\Delta C_{исх.}$ – характеристика погрешности исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм^3 :

$$\Delta C_{исх.} = 0,01 \cdot \Delta_{отн.} \cdot C$$

$$\Delta C' = 0,01 \cdot \Delta_{отн.} \cdot C'$$

При внутрилабораторном контроле ($P = 0,90$) принимают:

$$K_g = 0,84 \cdot K_g$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют.

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

12. Оформление результатов измерений

Результаты измерений анализируемых веществ в водной вытяжке оформляют в виде протокола, в котором содержатся полученные результаты измерений, дата и время получения результата измерений, вид носителя полученной измерительной информации и при необходимости сведения о применяемых средствах измерений.

Хроматомасс-спектрометрическое определение четыреххлористого углерода, хлорбензола, хлорэтана, хлороформа, хлорметана, 2-хлортолуола, 4-хлортолуола, 1,2-дихлорбензола, 1,3-дихлорбензола, 1,4-дихлорбензола, 1,1-дихлорэтана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтилена, цис-1,2-дихлорэтилена, транс-1,2-дихлорэтилена, 1,2-дихлорпропана, 1,3-дихлорпропана, 2,2-дихлорпропана, 1,1-дихлорпропилена, цис-1,2-дихлорпропилена, транс-1,2-дихлорпропилена, метиленхлорида, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтилена, 1,2,3-трихлорпропана в мясе птицы

**Методические указания
МУК 4.1.2552а —09**

Редакторы Л. С. Кучурова, Е. В. Николаева
Технический редактор Г. И. Климова

Формат 60x88/16

Подписано в печать 09.03.10

Тираж 200 экз.

Печ. л. 1,0
Заказ 21

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89