

РІДИНИ ІЗОЛЯЦІЙНІ
ВИЗНАЧЕННЯ ЗАБРУДНЕННЯ ПОЛІХЛОРОВАНИМИ
БІФЕНІЛАМИ (РСВ) МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ НА
КАПІЛЯРНІЙ КОЛОНЦІ

INSULATING LIQUIDS
CONTAMINATION BY POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBS) -
METHOD OF DETERMINATION BY CAPILLARY COLUMN GAS
CHROMATOGRAPHY METHOD

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює метод визначення вмісту поліхлорованих біфенілів (РСВ) в ізоляційних рідинах, що не містять хлорзаміщених вуглеводнів, методом капілярної високочутливої газової хроматографії з використанням електронно-захоплюючого детектора (ECD).

Даний метод дозволяє визначити загальний вміст РСВ та виконати детальний аналіз споріднених РСВ.

Примітка. Вилучено речення «Якщо не потрібний детальний аналіз споріднених РСВ сполук, можна використовувати метод за ІЕС 60997:1989», оскільки вказаний стандарт втратив чинність і замінений даним стандартом.

Метод може бути застосований до невикористаних, регенованих (охоплюючи дехлоровані та хімічно чи/або фізично оброблені) або використаних ізоляційних рідин, забруднених РСВ.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такий нормативний документ:
ІЕС 60475:1974 Method of sampling liquid dielectrics

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ ІЕС 60475:2011 Метод відбору проб рідких діелектриків
--

Примітка. Чинний ІЕС 60475:2011 Method of sampling liquid dielectrics

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ

У цьому стандарті використано подані нижче терміни та визначення понять.

3.1 поліхлорований біфеніл (PCB) (polychlorinated biphenyl)

Біфеніл, який має заміщені хлором від 1 до 10 атомів гідрогену.

Примітка. Для стандартних цілей споріднені біфеніли з одним, двома або десятима заміщеними атомами можна з цього визначення виключити.

3.2 Споріднені біфеніли (congener)

Усі хлорпохідні біфенілу, незалежно від числа атомів хлору.

Примітка 1. Існує 209 можливих споріднених PCB. Їхній перелік наведено у табл. Б.1 додатку Б. Для полегшення ідентифікації наведені номери споріднених біфенілів за IUPAC* ; які не відповідають порядку елюювання на хроматограмі.

Примітка 2. IUPAC- це Міжнародний союз теоретичної та прикладної хімії

4 СУТЬ МЕТОДА

Споріднені PCB визначають методом газової хроматографії з програмуванням температури. У хроматографії використовують високоефективну капілярну колонку для розділення суміші споріднених PCB на окремі біфеніли чи невеликі групи PCB, що перекриваються.

Чутливість електронно-захоплюючого детектора (ECD) може зменшитися у присутності нафтового масла. Для зведення до мінімуму вказаного ефекту в цьому методі пробу розбавляють у 100 разів.

Для видалення більшої частини домішок, що можуть заважати визначенню, використовують процедуру підготовки проби (очищення).

Для ідентифікації окремих біфенілів або групи нерозділених біфенілів та полегшення обрахування експериментального відносно часу утримування ERRT додають контрольні речовини, час утримання яких порівнюють з масивом даних піків ERRT. Для кількісного визначення додають внутрішній стандарт.

Відносні коефіцієнти відгуку (RRF), отриманні з масиву даних (9.1) та скориговані за експериментальними відносними коефіцієнтами відгуку (ERRF) для контрольних речовин, використовують для кількісного визначення вмісту окремих біфенілів (або групи споріднених біфенілів) в ідентифікаційних піках. Загальний вміст PCB обраховують підсумовуючи отримані значення.

5 РЕАКТИВИ ТА ДОПОМІЖНІ МАТЕРІАЛИ

5.1 Реактиви та стандарти

Реактиви та матеріали, включаючи застосовані для очищення, не повинні містити домішок PCB та речовин, на які реагує ECD.

5.1.1 Розчинник

Можна застосовувати гексан, гептан, циклогексан або ізооктан (2,2,4-триметил-пентан) х.ч., що не містять домішок PCB з мінімальним вмістом речовин, на які реагує ECD.

5.1.2 Гексахлорбензол

Для перевірки чутливості детектора використовують гексахлорбензол чистотою не менш 99 %.

5.1.3 Ізоляційна рідина

Ізоляційна рідина, перевірена на відсутність домішок РСВ або інших речовин такого ж типу, що можуть заважати, та можуть бути присутні в пробі.

5.1.4 Розчин спорідненого біфеніла 30 (С30)

Розчин С30 концентрацією 10 мг/дм в розчиннику (5.1.1), що є у продажу або приготовлений з матеріалу чистотою не менш 99%.

5.1.5 Розчин спорідненого біфеніла 209 [С209 (DCB)], декахлорбіфеніла

Розчин DCB концентрацією 10 мг/дм у розчиннику (5.1.1), купований або приготовлений з матеріалу чистотою не менше 99 %.

5.1.6 Калібрувальні розчини вибраних споріднених РСВ

Сертифіковані калібрувальні суміші в розчиннику (5.1.1), що містять, як мінімум, такі споріднені РСВ концентрацією 10 мг/дм кожний: 18, 28, 31, 44, 52, 101, 118, 138, 149, 153, 170, 180, 194 и 209 (див. додаток Б.3).

5.2 Стандарти РСВ, що є у продажу (див. Б.4 додатку Б)

5.2.1 Розчини Aroclors® 1242, 1254 и 1260 в розчиннику (5.1.1)

Повинна бути концентрація не менше 50 мг/дм, зазвичай у продажу є розчин концентрації 1000 мг/дм.

5.2.2 Розчини Aroclors® 1242, 1254 и 1260 в оліві

Розчини Aroclors® 1242, 1254 и 1260 концентрацією 50 мг/кг в невикористаній ізоляційній оліві - ті, що куповані або виготовлені з чистого матеріалу

5.3 Гази для газової хроматографії

5.3.1 Газ-носії - гелій або водень чистотою не менш 99,99 %.

5.3.2 Газ, який нагнітають, - аргон/метан, 95%/5%. Можна використовувати азот чистотою не менше 99,99%.

5.4 Внутрішній стандарт/контрольні розчини

Примітка. Стандарти зберігають в темному прохолодному місці

5.4.1. Розчин внутрішнього стандарту 2 (IS 2)

2 мг/дм³ С209 (DCB), 2 мг/дм³ С30

У мірну колбу місткістю 25 см піпеткою (5.8.3) переносять 5 см розчину DCB (5.1.5) і 5 см розчину С30 (5.1.4) та доводять до мітки розчинником (5.1.1).

5.4.2 Розчин внутрішнього стандарту 0,5 (IS 0,5)

0,5 мг/дм С209 (DCB), 0,5 мг/дм С30.

Готують за 5.4.1, використовуючи мірну колбу місткістю 100 см³.

5.5 Розчин випробувальної суміші (для оцінювання системи)

У мірну колбу місткістю 20 см³ зважують 0,500 г розчину Aroclors® 1260 концентрацією 50 м/кг, 0,500 г розчину Aroclors® 1254 концентрацією 50 мг/кг, 1,000 г розчину Aroclors® 1242 концентрацією 50 мг/кг в ізоляційній рідині з точністю до 0,001 г (5.2.2).

Піпеткою додають 1 см розчину IS 2 (5.4.1) і доводять до мітки розчинником. Перед застосуванням цей розчин очищують за 11.1.3.

5.6 Калібрування – вихідний розчин суміші споріднених РСВ

У мірну колбу місткістю 20 см³ зважують 2,000 г ізоляційної рідини (5.1.3) з точністю до 0,001 г та додають 1 см калібрувальної суміші споріднених РСВ (5.1.6). Доводять до мітки розчинником (5.1.1).

5.7 Калібрувальний розчин суміші споріднених РСВ (для визначення коефіцієнта чутливості детектора)

Розчин для визначення відносних коефіцієнтів готують очищенням 500 мкл вихідного розчину (5.6) за 11.1.3.

Свіжий розчин готують щомісячно.

5.8 Скляний посуд

5.8.1 Мірні колби місткістю 100, 50, 25, 10 та 5 см³ (допустиме відхилення не більше $\pm 0,4$ %).

5.8.2 Шприци та піпетки

Шприц або піпетка місткістю (500 \pm 5) мкл

Точні шприци для газової хроматографії місткістю 1 мкл та 5 мкл.

5.8.3 Мірні піпетки класу А місткістю 1,2, та 5 см³.

5.9. Колонки та додаткові пристосування для підготовки проб

5.9.1 Колонки для твердофазної екстракції готові або заповнені самостійно:

- колонка місткістю 3 см³ із силікагелем; маса силікагелю 500 мг з розміром частинок 40 мкм;

- колонка місткістю 3 см³ з бензосульфоновою кислотою; маса бензосульфонової кислоти 500 мг з розміром частинок 40 мкм.

5.9.2 Адаптер для сполучення двох колонок

5.9.3 Вакуумна система с пристроєм для підключення до колонок є необов'язковою.

6 АПАРАТУРА

6.1 Газовий хроматограф (GC)

Газовий хроматограф високої чутливості з точно відтворюваним контролем температури термостата, що забезпечує розділення випробувальної суміші (5.5) в заданих умовах при використанні відповідної колонки не гірше, ніж наведено на рисунку А.1 (90 піків, що спостерігають), та яка відтворює відносний час утримання з точністю $\pm 0,0015$.

Лінії подання газу (газу-носія та того, що нагнітають) оснащують уловлювачами водної пари та кисню.

Система подання газу-носія (гелій або водень) повинна забезпечувати максимальну ефективність роботи колонки довжиною 50 м та достатній тиск на вході у колонку.

Пристрій, що програмує температуру термостату, повинний забезпечувати діапазон температур, необхідний для отримання чутливості, що вимагається.

6.1.1 Інжектор

Можна використовувати інжектор для введення проб безпосередньо в колонку або інжектор з дільником/без дільника потоку.

6.1.2 Колонка

Використовують капілярну колонку з кварцевого скла з нанесеною фазою з зшитого 5%-го фенілметилсилоксана, або колонку з аналогічно хімічно зв'язаною фазою. Колонка повинна мати наступні розміри:

довжина - від 50 до 60 м;

внутрішній діаметр - від 0,2 до 0,35 мм;

товщина плівки - від 0,1 до 0,25 мкм.

Примітка. Колонки, що використовують, та їх виробники, наведені в Б.2 додатку Б.

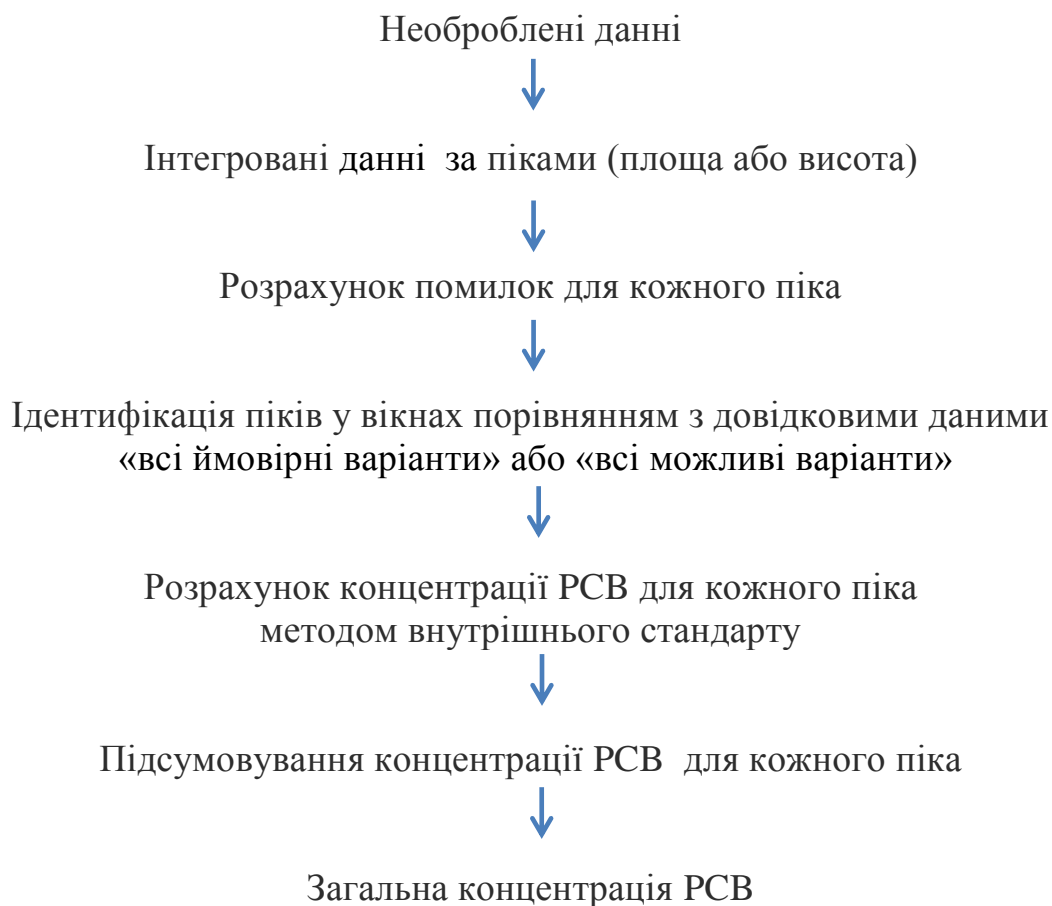
6.1.3 Детектор

Високотемпературний електронно-захоплюючий детектор Ni-63 (ECD), що забезпечує чутливість, достатню для отримання відношення сигнал-шум більше 20 для 1 пг (пікограм) гексахлорбензолу (5.1.2), введеного в колонку.

Детектор повинен працювати в лінійному діапазоні.

6.2 Система оброблення даних

Можна використовувати будь-яку систему оброблення даних з відповідним програмним забезпеченням, яку можна програмувати для здійснення процедур, наведених нижче



7 ВІДБІР ТА ПІДГОТУВАННЯ ПРОБ

7.1 Відбір проб

Відбір проб - за ІЕС 60475.

Для запобігання перехресного забруднення проб використовують одноразові допоміжні матеріали (трубки, фітинги, пробки, сполучення тощо), що не містять речовин, які заважають.

7.2 Підготовка проб

Для приготування зразків та визначення придатна тільки скляна або металева апаратура за виключенням пластмасових одноразових насадок для піпеток та колонок. Все обладнання, що використовують, не повинно містити РСВ та речовини, які заважають.

За наявності у зразку фази незв'язаної води перед проведенням випробування її відокремлюють від масляної фази, наприклад, центрифугуванням. Емульсовану воду, що спостерігають як непрозору зону, видаляють струшуванням із сульфатом натрію до отримання прозорої проби.

Пробу гомогенізують струшуванням вручну протягом 3 хвилин, можна використовувати ультразвукову ванну.

8 УМОВИ РОБОТИ ХРОМАТОГРАФА

8.1 Загальні положення

Можна використовувати робочі умови, наведені нижче, але для кожної GC-системи для отримання хроматограми, аналогічної наведеної в додатку А, їх оптимізують розбавленням випробувальної суміші (5.5). За використанні в якості газу-носія водню задовільне розділення отримують протягом 30-40 хвилин (рисунок А.1). За використанні в якості газу-носія газ-носії гелію процедура розділення потребує від 55 до 60 хвилин.

8.2 Інжектор

Установлюють інжектор відповідно до інструкції виробника. Звичайні установочні параметри для цього аналізу такі:

Інжектор з дільником /без дільника потоку:

Режим без дільника: температура - від 240°C до 280°C;

Режим з дільником: температура - від 250°C до 280°C, коефіцієнт ділення потоку - від 5:1 до 50:14;

Інжектор для уведення проб безпосередньо в колонку: температура - від 50°C до 110°C залежно від використаного розчинника.

8.3 Програма температури термостата

Режим роботи інжектора	З дільником потоку	Без дільника потоку	Уведення в колонку
Початковий ізотермічний період, хв	0-2	1	0,5
Початкова температура, °С	130	50	70
Температурний режим	Від 130°С до 290°С зі швидкістю 2,5 °С/хв	Від 50°С до 130°С зі швидкістю 40°С/хв	Від 70°С до 130°С зі швидкістю 40°С/хв
		Від 130°С до 290°С зі швидкістю 2,5°С/хв	Від 130°С до 290°С зі швидкістю 2,5°С/хв
Час витримування при кінцевій температурі, хв	5	5	5
Охолодження до температури, °С	130	50	70

8.4 Швидкість потоку газу-носія

Регулюють тиск на вході, забезпечуючи швидкість потоку через колонку 1 см/хв за температури 130 °С (наприклад, 270 кПа для He).

Примітка. Використання водню в якості газу-носія дозволяє знизити гідростатичний напір у колонці та скоротити час аналізу.

8.5 Установочні параметри електронно-захоплюючого детектора (ECD)

Температура: від 300°С до 350°С.

Електричний регулятор: використовують установочні параметри, що рекомендовані виробником приладу для забезпечення найкращих умов лінійності детектора.

Швидкість потоку газу, що нагнітають: відповідно до рекомендацій виробника від 20 см/хв до 50 см/хв.

9 СИСТЕМА ОБРОБЛЕННЯ ДАНИХ

Систему оброблення даних приводять у стан готовності відповідно до інструкції виробника. Для більшості систем необхідним є визначення не менш двох контрольних точок, включаючи стандарт DCB.

9.1 Масив даних

Застосування цього метода вимагає використання масиву даних, що містять як експериментальні данні, так і дані, отримані з літературних джерел. Для кожного піка одиничного РСВ або споріднених РСВ, що сумісно елюють, записують наступні данні у порядку збільшення експериментального відносного часу утримання (ERRT) (див. табл. А.1 додатку А):

- експериментальний відносний час утримування (ERRT);
- номери споріднених РСВ;
- відносні коефіцієнти відгуку (RRF).

Два набори даних RRF, що отримані на основі даних з [2] представлені у табл. А.1 додатку А. Використовуючи відносну частку кожного спорідненого РСВ у сумішах, що є у продажу, на основі [3], [4] и [5], був розрахований середньозважений коефіцієнт відгуку для кожного піка спорідненого РСВ.

«Всі ймовірні варіанти»

Деякі споріднені РСВ ніколи не містяться у сумішах РСВ, що є у продажу. Тому у випадках, коли сумісно одним піком елює більше одного спорідненого РСВ, RRF групи споріднених РСВ оцінюють виключенням споріднених РСВ, не знайдених у сумішах, що є у продажу. Цей набір даних використовують при дослідженні невідомих сумішей та сумішей, що є у продажу продуктів.

«Всі можливі варіанти»

Ця категорія включає всі 209 споріднених РСВ. Цей набір даних установлено для застосування з дехлорованими матеріалами.

Як видно з табл. А.1 додатку А, за відсутності сумісного елюювання (наприклад, пік №48), RRF кожного набору має однакове значення, а при сумісному елююванні (наприклад, пік № 49) спостерігають різні значення для різних наборів.

Значення RRF у табл. А.1 додатку А скориговані для приладу, що використовують для калібрування, наведеного у розділі 11.

9.2 Сумісно елюювані споріднені РСВ

Декілька споріднених РСВ можуть елюювати спільно одним піком і програма повинна групувати піки разом, якщо вони попадуть у інтервал $\pm 0,0015$ від відносного часу утримання RRT. У табл. А.2 додатку А наведені RRT споріднених РСВ та порядок елюювання.

10 ПЕРЕВІРКА ХАРАКТЕРИСТИК ПРИЛАДІВ

Перед проведенням першого випробування даним методом після ремонту та заміни компонентів обладнання (особливо детектора і колонки GC) проводять контроль програми управління. Контроль повинен включати в себе охоплювати перевіряння діапазону чутливості приладу, роздільної здатності та лінійності. Періодично контролюють правильність роботи приладу.

10.1 Перевірка чутливості

ECD повинен мати чутливість достатню для отримання відношення сигнал/шум (S/N) більше ніж 20 для 1 пг (10^{-12} г) гексахлорбензолу, введеного в колонку.

10.2 Перевірка лінійності

Відгук ECD пропорційний кількості введених РСВ тільки в обмеженому діапазоні концентрацій; за надлишкових кількостях РСВ, що проходять через детектор, відгук стає лінійним. Лінійний діапазон визначають наступним чином.

10.2.1 Вихідний розчин суміші обраних споріднених РСВ (5.6) розводять відповідними об'ємами розчинника (5.1.1), що містить 100 мг/см³ ізоляційної рідини (5.1.3), для отримання розчинів, наприклад з 1, 2, 5, 20, 50 та 100-разовим розведенням. Очищують 500 мкл кожного розчину за 11.1.3, поміщують у мірну колбу місткістю 5 см³, потім додають 10 мкл розчину С30 (5.1.4) і доводять до мітки розчинником. Кінцеві ступені розведення будуть, наприклад, 10, 20, 50, 200, 500, 1000. Кожен розчин містить 20 нг/см³ С30 та елюат з розчину ізоляційної рідини концентрацією 10 мг/см³. Відповідно до інжектора, який використовують, вводять необхідну кількість розчину (кожний раз однакова) в GC, використовуючи умови роботи хроматографа, що наведені в розділі 8.

10.2.2 Рекомендується використовувати споріднені РСВ 31, 118 та 180, які зазвичай присутні у сумішах, що продають, і внутрішній стандарт С209 (DCB).

Вимірюють площу або висоту піка R_j для споріднених РСВ 31, 118, 180 і С209 в кожному розчині і розраховують концентрацію V_j , кожного спорідненого РСВ в мг/см³.

Правильність введеного об'єму перевіряють за площею або висотою піка С30. Площа/висота піка С30 для серії введень не повинна відрізнятись від середньоарифметичного значення більш, ніж на $\pm 5\%$. Випробування повторюють, якщо результати не відповідають цій вимозі.

Обчислюють коефіцієнт чутливості S_j для кожного спорідненого РСВ і кожного розчину за формулою:

$$S_j = \frac{R_j}{V_j}, \quad (1)$$

Будують графік залежності S_j від V_j (рисунок 1).

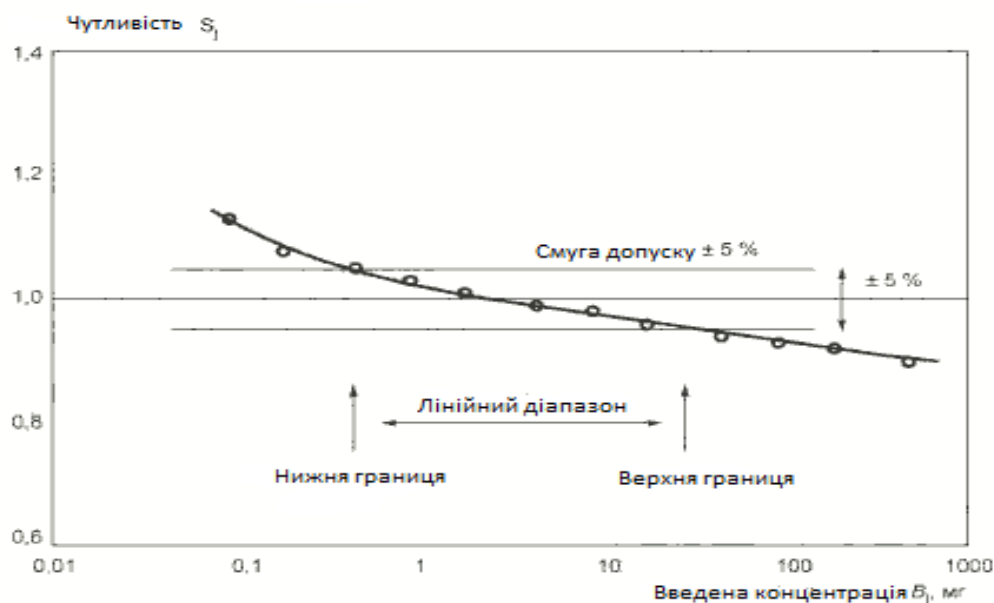


Рисунок 1 – Перевірка лінійності відгуку ECD

10.2.3 На рис.1 наведено лінійний діапазон детектора. Лінійний діапазон охоплює значення у межах 5% від постійного значення, отриманого методом найменших квадратів. Верхнє граничне значення лінійного діапазону - це точка, в якій графік перетинає смугу мінус 5%, а нижнє граничне значення - це точка, в якій графік перетинає смугу плюс 5%.

10.2.4 Залежність лінійного діапазону ECD і кількості промислової суміші

Максимальна кількість промислової суміші, яку можна ввести в прилад для забезпечення надходження у лінійний діапазон детектора, обраховують за кількістю відповідного спорідненого РСВ в суміші (див. табл. 1).

Таблиця 1 – Типові кількості основних споріднених РСВ у промислових сумішах Aroclor®

Розчин Aroclor®	Концентрація Aroclor® в розчині, нг/см^3	Номер спорідненого РСВ	Концентрація спорідненого РСВ, нг/см^3
1242	500	31	23
1254	500	118	32
1260	500	180	36

Примітка. Значення концентрації є приблизними; розчин, що містить 500 нг/см^3 Aroclor®, є розчином 1:100 розчину стандарту Aroclor® 50 мг/дм^3 .

10.3 Перевірка роздільної здатності

Обробляють 500 мкл розчину (5.5) за 11.1.3. Використовуючи оптимізовані хроматографічні параметри, вводять аліквоту, що відповідає лінійному діапазону ECD.

Обчислюють роздільну здатність R для пар споріднених РСВ С28/С31 та С141/С179 (ідентифікація наведена на рис. А.1 додатку А). Роздільну здатність R виражають як відношення відстані між максимумами піків до середньоарифметичного значення цих піків (рис. 2) за формулою:

$$R = \frac{2\Delta t}{y_a + y_b}, \quad (2)$$

де Δt - відстань між максимумами піків;

y_a - ширина першого піка;

y_b - ширина другого піка.

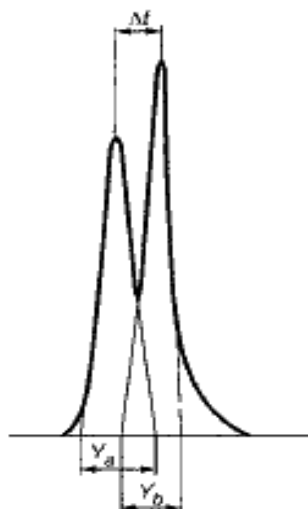


Рисунок 2 – Хроматограма пари споріднених РСВ

Роздільна здатність повинна бути не менше ніж 0,5 для споріднених РСВ 28/31 та 0,8 - для РСВ 141/197.

За задовільної роздільної здатності хроматограму можна використовувати для визначення ERRT (11.4).

11 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

Попередження

Приймають звичайні запобіжні заходи. Використовують рукавички, стійкі до впливу нафтового масла і низько киплячих вуглеводневих розчинників. На лабораторному столі можна працювати лише з незначними обсягами вогнебезпечних розчинників; з великими обсягами працюють у витяжній шафі.

Забезпечують належну обробку та утилізацію РСВ і устаткування, забрудненого РСВ, відповідно до місцевих регламентів.

11.1 Оброблення проби (очищення)

11.1.1 Проба для випробування

Зважують від 0,9 до 1,0 г зразка, що випробовують у мірну колбу місткістю 10 см³, з точністю до 0,001 г. Піпеткою (5.8.3) додають 1 см³ розчину внутрішнього стандарту IS 2 (5.4.1) або IS 0,5 (5.4.2). Доводять до мітки розчинником (5.1.1). Перемішують енергійним струшуванням. Якщо проба містить воду, на що вказує непрозорість розчину, додають безводний сульфат натрію і струшують до отримання прозорого розчину. Позначають отриманий розчин як розчин А.

Примітка. Для проб з невідомим вмістом РСВ використовують розчин внутрішнього стандарту IS 2 (5.4.1). Для проб з передбачуваним вмістом РСВ не більше 20 мг/кг для більшої точності використовують розчин IS 0,5.

11.1.2 Підготування колонки з твердою фазою

За допомогою адаптера (5.9.2) приєднують колонку з бензолсульфоною кислотою (5.9.1) до верхньої частини колонки з силікагелем (5.9.1).

Нерухому фазу очищають, елюючи через колонку в зборі тричі по 2 см³ розчинника (5.1.1). Не допускають висихання адсорбенту.

11.1.3 Процедура очищення

Вводять (500 ± 5) мкл розчину А (11.1.1) у верхню колонку з бензолсульфоною кислотою.

Додають 0,5 см³ розчинника і, використовуючи низький вакуум, рівномірно розподіляють пробу наповнювачем верхньої колонки. Перед елюванням витримують не менше 30 с.

Елювання здійснюють за швидкості потоку не більше 2 см³/хв. Колонки елюють кожен раз, поки рівень розчинника не стане трохи вище верхнього рівня адсорбенту (за винятком кінцевого елювання).

Двічі елюють колонки аліквотами розчинника (5.1.1) по 1 см³, збираючи елюат в мірну колбу місткістю 5 см³. Від'єднують верхню колонку з бензолсульфоною кислотою і адаптер і елюють колонку з силікагелем двома порціями по 0,5 см розчинника, збираючи елюат в ту ж мірну колбу. Вміст колби доводять до мітки розчинником (5.1.1) і перемішують енергійним струшуванням. Цей розчин позначають як розчин В і використовують у GC аналізі.

Для деяких проб може знадобитися додаткове очищення (див. додаток Б.5).

11.1.4 Виділення

Розводять розчин Aroclor® (5.2.1) розчинником (5.1.1) для отримання концентрації 5 мг/дм³. Цей розчин позначають як розчин С.

Очищають (за 11.1.3) аліквоту розчину С обсягом 500 мкл. Отримують елюат об'ємом 5 см³, який позначають як розчин D.

Розбавляють 500 мкл розчину С до 5 см³ розчинником (5.1.1), щоб отримати концентрацію Aroclor® 0,5 мг/дм³. Цей розчин позначають як розчин Е.

Додають по 50 мкл розчину внутрішнього стандарту IS 2 (5.4.1) до розчину D і розчину Е.

Вводять розчини D і Е у газовий хроматограф і отримують хроматограму та таблицю розподілу площ для кожного розчину. Обчислюють загальну кількість РСВ для Aroclor® в кожному розчині, використовуючи метод внутрішнього стандарту (11.7.2.2), і ступінь вилучення, у відсотках, за формулою:

$$\% \text{ вилучення} = \frac{\text{загальний вміст РСВ у розчині } D}{\text{загальний вміст у розчині Е}} 100, \quad (3)$$

Обчислене значення ступеня вилучення повинно бути не більше ніж 95%.

11.1.5 Наявні в продажу стандарти РСВ

Використовують наявні у продажу суміші РСВ (5.2.2) в оліві концентрацією 50 мг/кг. Розведенням (за масою невикористаної ізоляційної рідиною, яка не містить РСВ, отримують стандарт меншою концентрації.

Наявні в продажу стандарти РСВ також обробляють за 11.1.

11.2 Перевіряння фонових сигналів

Кожну нову партію розчинника перевіряють за 11.1 на відсутність побічних піків пропусканням через газовий хроматограф (GC) холостого розчину, що приготований з ізоляційною рідиною (5.1.3), яка не містить РСВ.

Холостий дослід проводять з кожною партією проб і не менше ніж через кожні 20 проб.

11.3 Визначення

11.3.1 Пробу та наявні в продажу стандартні розчини РСВ і розчин В (11.1.3) вводять в GC. GC запускають в оптимальних умовах за розділом 8.

11.3.2 Наявні в продажу стандарти РСВ пропускають з кожною партією проб або не менше ніж один раз на 10 проб. Вибирають стандарти, відповідні пробам. Зазвичай пропускають стандарт Aroclor® 1260 в оліві концентрацією 10 мг/кг і 50 мг/г (типовий наявний у продажу продукт), за необхідності використовують інші стандарти. Холостий розчин і контрольну пробу використовують для контролю якості випробувань.

Примітка. Можна отримати хроматограми всіх РСВ, що є у продажу, і використовувати для розпізнавання типу РСВ.

11.3.3 Інтегрують хроматограму для отримання таблиці піків за номерами, часом утримування, площею та/або висотою піка за допомогою будь-якої GC системи, що інтегрує.

11.4 Визначення ERRT

11.4.1 Пропускають випробувану суміш (5.5), підготовлену за 11.1, в тих же умовах хроматографування, що і під час аналізування проб. Ідентифікують все піки шляхом порівняння з прикладом, наведеним на рис. А.1, і обчислюють ERRT для кожного піка за формулою:

$$ERRT = \frac{t_x - t_{30}}{t_{209} - t_{30}}, \quad (4)$$

де t_x - час утримування обраного піка з моменту введення;
 t_{30} - час утримування спорідненого РСВ С30 (контрольний);
 t_{209} - час утримування спорідненого РСВ С209 (контрольний і внутрішній стандарт).

Результати заносять у таблицю аналогічно прикладу, наведеного в табл. А.1, і вводять результати в масив даних (розділ 9).

Примітка1. ERRT визначають і вводять в масив даних для кожної окремої системи GC. Систему калібрують заново, якщо в умови GC були внесені зміни (наприклад, програмування температури тощо).

Примітка 2. ERRT визначають, використовуючи в якості контрольних споріднені РСВ С30 і С209, оскільки їх піки знаходяться на кінцях хроматограми (випробуваної суміші) окремо від піків інших споріднених РСВ в наявних у продажу сумішах і дозволяють отримувати точно повторювані значення ERRT.

11.4.2 Контрольні піки для системи оброблення даних:

Контрольні піки в системі обробки даних позначають використовуючи значення ERRT споріднених РСВ, що наведені в табл. 2 (визначені за 11.4.1).

Таблиця 2 – Контрольні піки/споріднені РСВ

Номер піка	Номери піків контрольних споріднених РСВ	ERRT (приклад)
9	30	0,000
33	44	0,225
46	56/60	0,342
57	77/110	0,427
74	138/160/163	0,574
90	180	0,703
105	209	1,000

Примітка. Піки споріднених РСВ, за виключенням С30 і С209, були обрані тому, що вони є основними компонентами наявних у продажу сумішей. У пробах оливи не будуть наявні всі наведені РСВ і кількість контрольних піків буде залежати від суміші РСВ.

11.5 Обчислення скоригованих відносних коефіцієнтів відгуку CRRF

11.5.1 Значення експериментальних відносних коефіцієнтів відгуку ERRF споріднених РСВ, що отримані на різних приладах, можуть змінюватися в залежності від режиму введення та параметрів електронно-захоплюючого детектора (ECD). Вони також можуть відрізнятися від значень, отриманих з [2].

11.5.2 Хроматограму ділять на 9 сегментів (див. рис. А.1 додатку А), кожен з яких містить один споріднений РСВ, наведений в табл. 3. Ці споріднені РСВ зазвичай присутні як основні компоненти (див. табл. А.1 додатку А) в наявних у продажу сумішах.

Таблиця 3 – Калібрувальні споріднені РСВ для ERRF

Номер піка	Номер сегмента	Номер спорідненого РСВ (IUPAC)	ERRF (приклади)	RRF (таблиця А.2)
12	1	18	0,028	0,275
22	2	31	0,114	0,493
33	3	44	0,225	0,460
49	4	101	0,356	0,587
63	5	118	0,477	0,764
74	6	138	0,574	0,726
90	7	180	0,703	1,137
95	8	170	0,759	0,659
102	9	194	0,877	1,640

11.5.3 Використовуючи умови хроматографування за розділом 8, вводять відповідну аліквоту очищеного калібрувального розчину суміші споріднених РСВ (5.7).

Визначають експериментальні відносні коефіцієнти відгуку (за DCB) для споріднених РСВ, перерахованих в табл.3, за формулою:

$$ERRF_i = \frac{A_i - M_S}{A_S - M_i}, \quad (5)$$

де A_i - площа/висота піка і-го спорідненого РСВ;

M_S - концентрація внутрішнього стандарту (DCB), мкг/см³;

A_S - площа/висота піка внутрішнього стандарту (DCB);

M_i - концентрація і-го спорідненого РСВ, мкг/см³.

Примітка. Попередження. Деякі програми можуть давати значення, зворотні ERRF.

Обчислюють середньоарифметичне значення не менше трьох визначень ERRF.

11.5.4 Використовуючи отримане значення ERRF і теоретичне значення RRF, наведене в табл. 3, обчислюють поправочний коефіцієнт K для кожного спорідненого РСВ за формулою;

$$K_i = ERRF/RRF, \quad (6)$$

Наприклад, для спорідненого РСВ 180, сегмент 7, де отримане значення ERRF = 1,030; теоретичне значення за літературними даними RRF = 1,137 (табл. А.2 додатку А)

$$K_{180} = 1.030/1.137 = 0.906.$$

11.5.5 Перемножують RRF всіх піків кожного сегмента хроматограми (табл. А.1 додатка А) на поправочний коефіцієнт, обчислений для відповідного обраного спорідненого РСВ.

Приклад - сегмент 7: споріднений РСВ 180 множать кожен RRF на 0,906

Зведену таблицю скоригованих відносних коефіцієнтів відгуку CRRF для можливих і ймовірних варіантів використовують для масиву даних (9.1).

11.6 Дослідження хроматограм

Хроматограми досліджують візуально на наявність будь-яких випадкових піків або проблем і піків, що перекриваються.

Примітка. У продажу можуть зустрітися суміші тетрахлорбензилтолуола, які можна помилково зачислити до РСВ. Їх ідентифікують за відмінною формою піка на хроматограмі.

11.7 Обчислення результатів

11.7.1 Якісний аналіз

Порівнюють хроматограми проби зі стандартними хроматограмами, щоб ідентифікувати матеріали, наявні в продажу, такі як Aroclor® 1242, 1254 і 1260 (див. рис. Б.1, додаток Б).

11.7.2 Кількісний аналіз

11.7.2.1 Обчислення

Комп'ютерна програма повинна виводити перелік, що містить номер піка з відповідним номером споріднених РСВ і концентрації РСВ (мг/дм^3) для кожного піка, обчисленого за концентрацією внутрішнього стандарту РСВ.

11.7.2.2 Маса РСВ в кожному піка

Масу кожного спорідненого РСВ або спільно елюйованих РСВ (для кожного і-го піка) обчислюють методом внутрішнього стандарту, з використанням скоригованих відносних коефіцієнтів відгуку і скоригованих коефіцієнтів відгуку, виведених з колонки RRF «всі можливі варіанти» значення для дехлорованих проб (9.1).

$$m_i = \frac{m_s \cdot A_i \cdot RRF_s}{A_s \cdot GRRF_i}, \quad (7)$$

де i - пік спорідненого РСВ або спільно елюйованих споріднених РСВ;

m_i - маса i -го РСВ у пробі для випробування, мг;

m_s - маса внутрішнього стандарту в пробі для випробування

(11.1.1) (номінально 0,002 або 0,0005), мг;

A_i - площа/висота піка i -го спорідненого РСВ;

RRF_s - відносний коефіцієнт відгуку внутрішнього стандарту (= 1,000);

A_s - площа/висота піка внутрішнього стандарту (DCB);

$GRRF_i$ - скоригований відносний коефіцієнт відгуку i -го піка.

11.7.2.3 Загальну масу РСВ в розчині В отримують, підсумовуючи маси всіх піків окремих РСВ.

Загальний вміст РСВ у пробі (мг/кг) обчислюють, використовуючи початкову масу проби (11.1.1) у порції для випробування. Це значення можна ввести в програму і фактичний результат буде дорівнювати загальному вмісту РСВ у пробі, мг/кг.

$$\text{Концентрація РСВ у пробі} = \frac{\sum m_i \cdot 1000}{\text{маса проби, г}}, \quad (8)$$

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАНЬ

У протоколі випробувань вказують загальний вміст РСВ, мг/кг, з точністю до 1 мг/кг.

Указують використаний масив даних, наприклад «всі ймовірні варіанти».

13 МЕЖА ВИЯВЛЕННЯ

Межа виявлення залежить від декількох факторів, таких як обсяг введеної проби, режим введення, стан детектора і т.д. Для одного піка межа виявлення дорівнює 0,1 мг/кг. Було встановлено, що визначення кількості в перерахунку на загальний вміст РСВ є достовірним лише при вмісті РСВ не менше 2 мг/кг.

14 ПРЕЦИЗІЙНІСТЬ

14.1 Повторюваність (збіжність)

Розбіжність результатів послідовних випробувань, отриманих одним і тим же оператором з використанням однієї і тієї ж апаратури за постійних умов випробування на ідентичному випробуваному матеріалі протягом тривалого часу за умови нормального і правильного проведення випробувань, може перевищувати $(2 + 0,1x)$ (де x - середньоарифметичне результатів послідовних вимірювань) тільки в одному випадку з 20.

14.2 Відтворюваність

Розбіжність між двома окремими і незалежними результатами випробувань, отриманих різними операторами, які працюють у різних

лабораторіях на ідентичному випробуваному матеріалі протягом тривалого часу за умови нормального і правильного проведення випробувань, може перевищувати $(2 + 0,25 x)$ (де x - середнє арифметичне двох середньоарифметичних значень) тільки в одному випадку з 20.

Додаток А
(обов'язковий)

СУМІШІ, ЩО ВИПРОБОВУЮТЬ

Хроматограма суміші, що випробовують, (розчину Aroclors® 1242, Aroclors® 1254, Aroclors® 1260) наведена на рис. А.1.

Перелік споріднених РСВ, час утримування і відносні коефіцієнти відгуку наведені в табл. А.1.

Порядок елюювання РСВ наведено в табл. А.2.

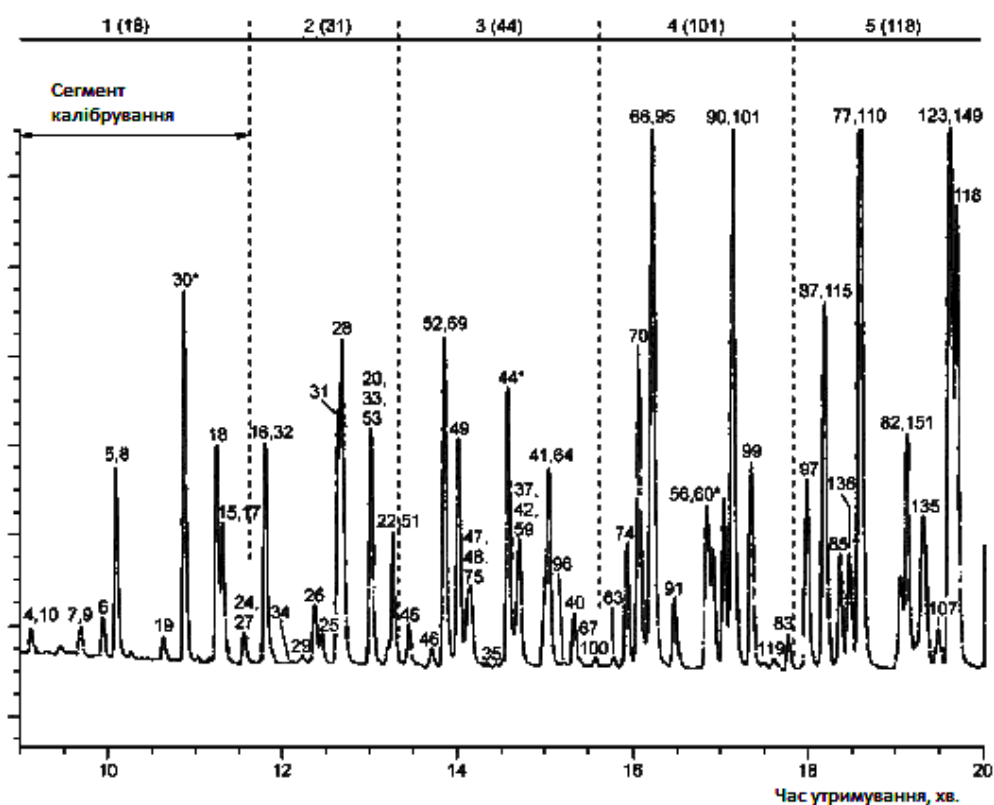


Рисунок А. 1 – Хроматограма суміші Aroclors® 1242, Aroclors® 1254, Aroclors® 1260, що випробовують (5.5 даного стандарту)

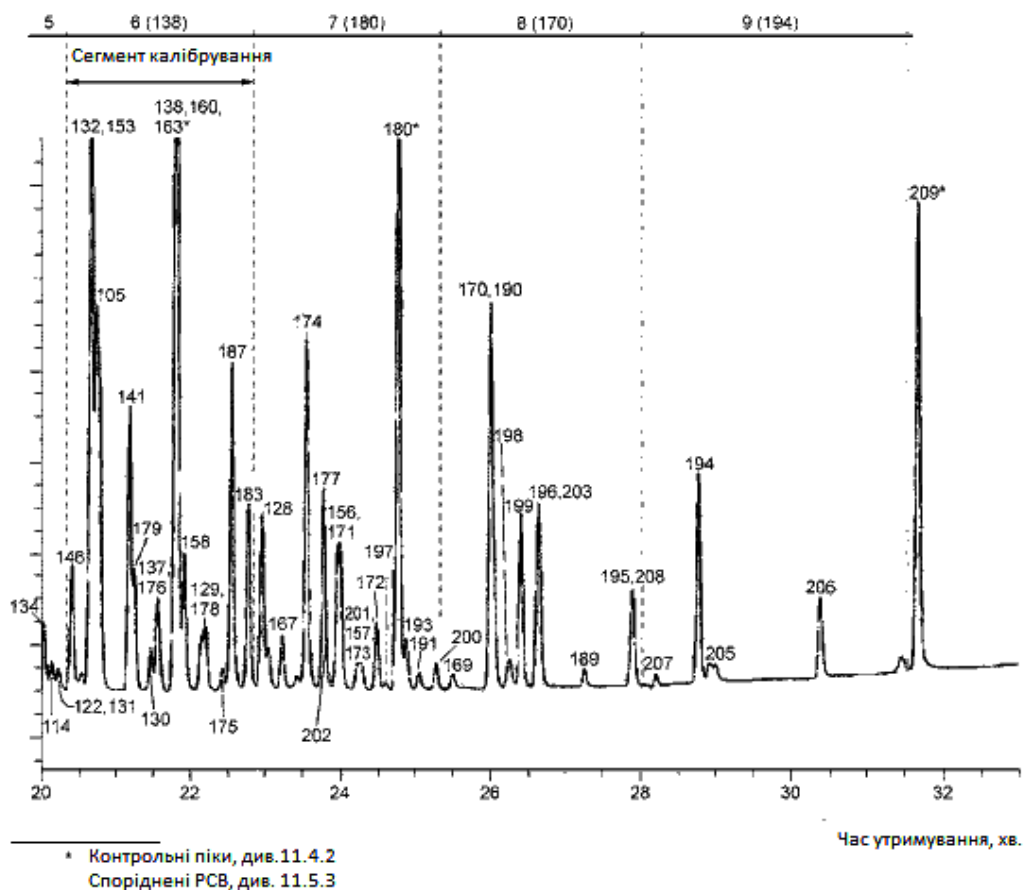


Рисунок А.1, аркуш 2

Таблиця А.1 – Перелік споріднених РСВ, часу утримування та відносні коефіцієнти відгуку

Калібрування	Сегмент	$ERRT$ (приклад)	Номер спорідненого РСВ		RRF (для DCB)	
			Всі ймовірні варіанти (номер за IUPAC)	Всі можливі варіанти (номер за IUPAC)	Всі ймовірні варіанти	Всі можливі варіанти
1	1	(-0,223)	-	1	-	0,035
2		(-0,127)	2, 3	2, 3	0,026	0,026
3		-0,124	4, 10	4, 10	0,217	0,131
4		-0,082	7, 9	7, 9	0,453	0,473
5		-0,062	6	6	0,334	0,334
6		-0,052	5, 8	5, 8	0,105	0,143
7	1	(-0,032)	-	14	-	0,268
8		-0,014	19	19	0,267	0,267
9		0,000	-	30	-	0,720

Продовження Таблиці А.1

10		(0,006)	-	11	-	0,039
11		(0,013)	-	12, 13	-	0,166
12		0,028	18	18	0,275	0,275
13		0,032	15, 17	15, 17	0,182	0,182
14	1	0,048	24, 27	24, 27	0,541	0,565
15	2	0,064	16, 32	16, 32	0,346	0,318
16		(0,072)	-	23	-	0,439
17		0,082	34	34, 54	0,535	0,427
18		0,089	29	29	0,557	0,557
19		0,099	26	26	0,529	0,529
20	2	0,102	25	25	0,439	0,439
21		(0,110)	-	50	-	0,599
22		0,114	31	31	0,493	0,493
23		0,117	28	28	0,750	0,750
24		0,136	20, 33, 53	20, 21, 33, 53	0,405	0,569
25	2	0,151	22, 51	22, 51	0,936	0,960
26	3	0,159	45	45	0,474	0,474
27		0,165	-	36	-	0,459
28		0,177	46	46	0,411	0,411
29		0,185	52,69	39,52,69,73	0,389	0,473
30		0,193	49	38,43,49	0,569	0,474
31		0,199	47,48,75	47,48,62,65,75	0,621	0,709
32	3	0,216	35	35,104	0,329	0,365
33		0,225	44	44	0,460	0,460
34		0,232	37,42,59	37,42,59	0,613	0,577
35		0,241	71,72	71,72	—	0,448
36		0,249	41,64	41,64	0,507	0,510
37		0,255	96	68,96	—	0,508
38		0,266	40	40,57,103	0,634	0,565
39	3	0,283	67,100	67,100	0,524	0,521
40	4	0,287	63	58,63	0,639	0,587
41		0,294	74	61,74,94	0,589	0,686
42		0,302	70	70,76,98	0,578	0,545
43		0,310	66,95	66,80,88,93,95,102	0,417	0,531
44		(0,322)	121	—	—	0,672
45		0,323	91	55,91	0,501	0,615
46		0,342	56,60	56,60,155	0,801	0,712
47		0,346	92	92	0,472	0,472
48		0,353	84	84	0,339	0,339
49	4	0,356	90,101	89,90,101	0,581	0,538
50	4	0,366	99	79,99,113	0,528	0,614
51		0,378	119	112,119,150	0,723	0,650
52	4	0,388	83	78,83,109	0,557	0,665
53	5	0,398	97	86,97,152	0,554	0,571

Продовження Таблиці А.1

54		0,408	87,115	81,87,111,115, 116,117,125,145	0,903	0,774
55		0,416	85	85	0,649	0,649
56		0,422	136	120,136,148	0,398	0,510
57		0,427	77,110	77,110	0,559	0,453
58		(0,448)	—	154	—	0,500
59	5	0,451	151,82	151,82	0,681	0,681
60		0,460	135	124,135,144	0,617	0,710
61		0,468	107	107,108,147	0,718	0,727
62		0,474	123,149	106,123,149	0,511	0,656
63		0,477	118	118,139,140	0,764	0,663
64		0,495	134	134,143	0,644	0,633
65		0,499	114	114	0,901	0,901
66	5	0,503	122,131	122,131,133,142	0,662	0,862
67	6	0,510	146	146,161,165,188	0,639	0,770
68		0,521	132,153	132,153,184	0,615	0,709
69		0,528	105	105,127,168	0,825	0,690
70		0,546	141	141	1,187	1,187
71		0,550	179	179	0,723	0,723
72		0,559	130	130	0,836	0,836
73		0,564	137,176	137,176	0,939	0,953
74	6	0,574	138,160,163	138,160,163,164	0,771	0,878
75		0,579	158	158,186	0,994	1,034
76		0,590	126,129,178	126,129,178	0,670	0,919
77		0,601	175	166,175	0,335	0,625
78		0,607	187	159,182,187	0,985	0,949
79	6	0,616	183	162,183	0,857	0,882
80	7	0,627	128	128	1,043	1,043
81		0,636	167	167	0,936	0,936
82		(0,641)	185	185	1,262	1,262
83		0,652	174	174,181	0,708	1,058
84		0,662	177	177	0,886	0,886
85		0,670	202	202	1,023	1,023
86		0,671	156,171	156,171	1,124	1,124
87	7	0,683	201 [*] , 157,173	201 [*] ,157,173	0,662	0,662
88		0,691	172	172,204	1,029	0,867
89		0,696	197	192,197	1,009	1,090
90		0,703	180	180	1,137	1,137
91		0,708	193	193	1,244	1,244
92		0,716	191	191	1,294	1,294
93	7	0,727	200-	200*	1,010	1,010
94	8	0,736	169	169	0,734	0,734
95		0,759	170,190	170,190	0,782	0,904
96		0,769	198	198	0,939	0,939
97	3	0,775	199*	199*	0,705	0,705

Кінець Таблиці А.1

98		0,785	196,203	196,203	1,287	1,265
99		0,812	189	189	1,325	1,325
100	8	0,838	195,208	195,208	0,593	0,593
101	9	0,852	207	207	1,164	1,164
102		0,877	194	194	1,640	1,640
103		0,885	205	205	1,234	1,234
104	9	0,945	206	206	1,469	1,469
105		1,000	209 (внутрішній стандарт)	209 (внутрішній стандарт)	1.000	1.000

* Пронумеровано згідно правил IUPAC

Нумерація за Ballschmitter&Zell [4]: 199 (IUPAC) = 201 (Ballschmitter);

200 (IUPAC) = 199 (Ballschmitter); 201 (IUPAC) = 200 (Ballschmitter)

Примітка 1. Значення ERRT у таблиці є прикладами, визначеними за хроматограмою на рис. А. 1. і їх не варто використовувати в даному методі (11.4.1).

Примітка 2. Значення в дужках є розрахунковими значеннями для піків (споріднених сполук), яких немає в досліджуваній суміші (5.5), наприклад, ERRT (пік 44 = 0,322).

Примітка 3. Дані [1], [2], [3], [4] і [5] використані для полегшення ідентифікації споріднених РСВ, представлених кожним піком в досліджуваній суміші, наведеній у даній таблиці та показані на хроматограмі на рис. А.1.

Таблиця А.2 – Порядок елювання РСВ

Номер РСВ (IUPAC)	Відносний час утримання до РСВ	Відносний коефіцієнт відгуку
1	0,147	0,035
2	0,185	0,035
3	0,188	0,017
10	0,214	0,230
4	0,214	0,033
7	0,245	0,606
9	0,245	0,341
6	0,258	0,334
8	0,265	0,181
5	0,265	0,105
14	0,283	0,268

Продовження Таблиці А.2

19	0,290	0,267
30	0,302	0,720
11	0,309	0,394
12	0,314	0,157
13	0,316	0,176
18	0,322	0,275
15	0,323	0,094
17	0,324	0,362
24	0,334	0,696
27	0,336	0,435
16	0,345	0,392
32	0,346	0,244
23	0,359	0,439
34	0,360	0,535
54	0,362	0,320
29	0,364	0,556
26	0,373	0,529
25	0,375	0,439
50	0,382	0,599
31	0,383	0,493
28	0,384	0,750
21	0,394	0,931
33	0,397	0,392
20	0,397	0,636
53	0,399	0,317

Продовження Таблиці А.2

51	0,404	0,527
22	0,406	0,960
45	0,413	0,474
36	0,417	0,259
46	0,424	0,411
39	0,428	0,305
69	0,430	0,705
73	0,434	0,510
52	0,434	0,367
43	0,437	0,442
38	0,438	0,413
49	0,439	0,569
47	0,442	0,745
75	0,442	0,567
48	0,443	0,488
65	0,445	0,738
62	0,446	1,008
35	0,451	0,329
104	0,453	0,400
44	0,460	0,460
37	0,463	0,509
59	0,463	0,527
42	0,464	0,695
72	0,475	0,484
71	0,475	0,411

Продовження Таблиці А.2

41	0,475	0,480
64	0,476	0,539
68	0,480	0,637
96	0,482	0,378
40	0,486	0,634
103	0,490	0,533
57	0,491	0,527
100	0,497	0,515
67	0,497	0,527
58	0,502	0,535
63	0,504	0,639
61	0,508	1,074
94	0,508	0,396
74	0,509	0,589
70	0,515	0,578
76	0,515	0,509
98	0,516	0,548
102	0,517	0,400
93	0,518	0,586
66	0,519	0,567
80	0,521	0,639
95	0,521	0,389
88	0,523	0,605
121	0,526	0,672
91	0,529	0,501

Продовження Таблиці А.2

55	0,530	0,728
155	0,540	0,515
56	0,541	0,728
60	0,541	0,892
92	0,547	0,472
84	0,547	0,339
89	0,551	0,493
90	0,554	0,536
101	0,554	0,587
113	0,559	0,530
99	0,560	0,538
79	0,562	0,774
119	0,569	0,723
150	0,569	0,498
112	0,570	0,776
109	0,573	0,845
78	0,574	0,979
83	0,574	0,557
152	0,578	0,460
97	0,581	0,554
86	0,582	0,700
116	0,584	1,228
125	0,585	0,488
81	0,586	0,629
145	0,586	0,596

Продовження Таблиці А.2

117	0,586	0,781
115	0,588	0,995
87	0,588	0,896
111	0,589	0,580
85	0,593	0,649
148	0,595	0,486
120	0,596	0,654
136	0,596	0,390
77	0,600	0,335
110	0,602	0,571
154	0,605	0,500
82	0,615	0,679
151	0,619	0,689
135	0,625	0,617
144	0,629	0,769
124	0,627	0,745
147	0,630	0,527
108	0,631	0,935
107	0,632	0,718
123	0,634	0,583
149	0,636	0,502
106	0,636	0,882
118	0,638	0,764
139	0,639	0,634
140	0,693	0,591

Продовження Таблиці А.2

143	0,647	0,622
134	0,648	0,644
114	0,651	0,901
142	0,652	1,069
131	0,653	0,746
122	0,655	0,636
133	0,655	1,008
165	0,659	0,946
188	0,659	0,644
146	0,663	0,639
161	0,664	0,849
184	0,668	0,882
132	0,670	0,641
153	0,670	0,604
105	0,672	0,825
168	0,673	0,735
127	0,674	0,512
141	0,686	1,187
179	0,686	0,723
130	0,694	0,836
176	0,696	0,923
137	0,698	0,976
160	0,705	1,046
163	0,705	0,876

Продовження Таблиці А.2

164	0,705	0,865
138	0,705	0,726
186	0,707	1,074
158	0,708	0,994
129	0,715	0,875
126	0,716	0,418
178	0,718	0,545
166	0,721	0,915
175	0,725	0,335
182	0,729	0,990
187	0,729	0,985
159	0,729	0,872
183	0,736	0,857
162	0,737	0,906
128	0,739	1,043
167	0,745	0,936
185	0,748	1,262
174	0,759	0,708
181	0,759	1,409
177	0,765	0,886
171	0,771	1,028
202	0,771	1,023
156	0,772	1,220
173	0,777	1,795
157	0,780	1,051

Продовження Таблиці А.2

201	0,781	0,324
204	0,783	0,705
192	0,788	1,404
172	0,789	1,029
197	0,790	0,836
180	0,797	1,137
193	0,800	1,247
191	0,805	1,294
200	0,809	1,010
169	0,822	0,734
170	0,833	0,659
190	0,833	1,150
198	0,843	0,939
199	0,846	0,705
196	0,852	1,082
203	0,852	1,430
189	0,871	1,325
208	0,888	1,032
195	0,888	0,364
207	0,898	1,164
194	0,917	1,640
205	0,922	1,234
206	0,963	1,469
209	1,000	1,000

Кінець Таблиці А.2

Примітка 1. Результати отримані на вискоєфективній колонці: нерухома фаза-зшита 5%-на фенілметилсиліконова смола: довжина 50 м, внутрішній діаметр 0,2 мм, товщина плівки 0,11 мкм.

Примітка 2. RRT и RRF були розраховані за значеннями, наведеними в [2], для співставлення їх з DCB

Додаток Б
(довідковий)

ЗАГАЛЬНА ІНФОРМАЦІЯ

Таблиця Б.1 – Систематична нумерація сполук РСВ

Номер	Структура	Номер	Структура	Номер	Структура
Монохлорбіфеніл		28	2,4,4'	57	2,3,3',5
1	2	29	2,4,5	58	2,3,3',5'
2	3	30	2,4,6	59	2,3,3',6
3	4	31	2,4',5	60	2,3,4,4'
Діхлорбіфеніл		32	2,4',6	61	2,3,4,5
4	2,2'	33	2',3,4	62	2,3,4,6
5	2,3	34	2',3,5	63	2,3,4',5
6	2,3'	35	3,3',4	64	2,3,4',6
7	2,4	36	3,3',5	65	2,3,5,6
8	2,4'	37	3,4,4'	66	2,3',4,4'
9	2,5	38	3,4,5	67	2,3',4,5
10	2,6	39	3,4',5	68	2,3',4,5'
11	3,3'	Тетрахлорбіфеніл		69	2,3',4,6
12	3,4	40	2,2',3,3'	70	2,3',4',5
13	3,4'	41	2,2',3,4	71	2,3',4',6
14	3,5	42	2,2',3,4'	72	2,3',5,5'
15	4,4'	43	2,2',3,5	73	2,3',5',6
Трихлорбіфеніл		44	2,2',3,5'	74	2,4,4',5
16	2,2',3	45	2,2',3,6	75	2,4,4',6
17	2,2',4	46	2,2',3,6'	76	2',3,4,5
18	2,2',5	47	2,2',4,4'	77	3,3',4,4'
19	2,2',6	48	2,2',4,5	78	3,3',4,5
20	2,3,3'	49	2,2',4,5'	79	3,3',4,5'
21	2,3,4	50	2,2',4,6	80	3,3',5,5'
22	2,3,4'	51	2,2',4,6'	81	3,4,4',5
23	2,3,5	52	2,2',5,5'	Пентахлорбіфеніл	
24	2,3,6	53	2,2',5,6'	82	2,2',3,3',4
25	2,3',4	54	2,2',6,6'	83	2,2',3,3',5
26	2,3',5	55	2,3,3',4	84	2,2',3,3',6
27	2,3',6	56	2,3,3',4'	85	2,2',3,4,4'

Продовження таблиці Б.1

Номер	Структура	Номер	Структура	Номер	Структура
86	2,2',3,4,5	122	2',3,3',4,5	157	2,3,3',4,4',5'
87	2,2',3,4,5'	123	2',3,4,4',5	158	2,3,3',4,4',6
88	2,2',3,4,6	124	2',3,4,5,5'	159	2,3,3',4,5,5'
89	2,2',3,4,6'	125	2',3,4,5,6'	160	2,3,3',4,5,6
90	2,2',3,4',5	126	3,3',4,4',5	161	2,3,3',4,5',6
91	2,2',3,4',6	127	3,3',4,5,5'	162	2,3,3',4',5,5'
92	2,2',3,5,5'	Гексахлорбіфеніл		163	2,3,3',4',5,6
93	2,2',3,5,6	128	2,2',3,3',4,4'	164	2,3,3',4',5',6
94	2,2',3,5,6'	129	2,2',3,3',4,5	165	2,3,3',5,5',6
95	2,2',3,5',6	130	2,2',3,3',4,5'	166	2,3,4,4',5,6
96	2,2',3,6,6'	131	2,2',3,3',4,6	167	2,3',4,4',5,5'
97	2,2',3',4,5	132	2,2',3,3',4,6'	168	2,3',4,4',5',6
98	2,2',3',4,6	133	2,2',3,3',5,5'	169	3,3',4,4',5,5'
99	2,2',4,4',5	134	2,2',3,3',5,6	Гептахлорбіфеніл	
100	2,2',4,4',6	135	2,2',3,3',5,6'	170	2,2',3,3',4,4',5
101	2,2',4,5,5'	136	2,2',3,3',6,6'	171	2,2',3,3',4,4',6
102	2,2',4,5,6'	137	2,2',3,4,4',5	172	2,2',3,3',4,5,5'
103	2,2',4,5',6	138	2,2',3,4,4',5'	173	2,2',3,3',4,5,6
104	2,2',4,6,6'	139	2,2',3,4,4',6	174	2,2',3,3',4,5,6'
105	2,3,3',4,4'	140	2,2',3,4,4',6'	175	2,2',3,3',4,5',6
106	2,3,3',4,6	141	2,2',3,4,5,5'	176	2,2',3,3',4,6,6'
107	2,3,3',4',5	142	2,2',3,4,5,6	177	2,2',3,3',4',5,6
108	2,3,3',4,5'	143	2,2',3,4,5,6'	178	2,2',3,3',5,5',6
109	2,3,3',4,6	144	2,2',3,4,5',6	179	2,2',3,3',5,6,6'
110	2,3,3',4',6	145	2,2',3,4,6,6'	180	2,2',3,4,4',5,5'
111	2,3,3',5,5'	146	2,2',3,4',5,5'	181	2,2',3,4,4',5,6
112	2,3,3',5,6	147	2,2',3,4',5,6	182	2,2',3,4,4',5,6'
113	2,3,3',5',6	148	2,2',3,4,5,6'	183	2,2',3,4,4',5',6
114	2,3,4,4',5	149	2,2',3,4',5',6	184	2,2',3,4,4',6,6'
115	2,3,4,4',6	150	2,2',3,4',6,6'	185	2,2',3,4,5,5',6
116	2,3,4,5,6	151	2,2',3,5,5',6	186	2,2',3,4,5,6,6'
117	2,3,4',5,6	152	2,2',3,5,6,6	187	2,2',3,4',5,5',6
118	2,3',4,4',5	153	2,2',4,4',5,5'	188	2,2',3,4',5,6,6'
119	2,3',4,4',6	154	2,2',4,4,5,6'	189	2,3,3',4,4',5,5'
120	2,3',4,5,5'	155	2,2',4,4',6,6'	190	2,3,3',4,4',5,6
121	2,3',4,5',6	156	2,3,3',4,4',5	191	2,3,3',4,4',5',6

Кінець таблиці Б.1

Номер	Структура	Номер	Структура	Номер	Структура
192	2,3,3',4,5,5',6	198	2,2',3,3',4,5,5',6	205	2,3,3',4,4',5,5',6'
193	2,3,3',4',5,5',6	199	2,2,3,3',4',5,5',6	Нонахлорбіфеніл	
Октахлорбіфеніл		200	2,2',3,3',4,5,6,6'	206	2,2',3,3',4,4',5,5',6
194	2,2',3,3',4,4',5,5'	201	2,2',3,3',4,5',6,6'	207	2,2',3,3',4,4',5,6,6'
195	2,2',3,3',4,4',5,6	202	2,2',3,3',5,5',6,6'	208	2,2',3,3',4,5,5',6,6'
196	2,2',3,3',4,4',5',6	203	2,2',3,4,4',5,5',6	Декахлорбіфеніл	
197	2,2',3,3',4,4',6,6'	204	2,2',3,4,4',5,6,6'	209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'
<p>П р и м і т к и</p> <p>1. Номер використовують як синонім найменування відповідної сполуки РСВ в таблицях та рисунках</p> <p>2. таблиця взята з [4] та показує нумерацію Ballscllmiter.</p> <p>3. Номери відрізняються від номерів за правилами IUPAC</p> <p>199 (Ballscllmiter) — 200 (IUPAC) 200 (Ballscllmiter) — 201 (IUPAC) 201 (Ballscllmiter) — 199 (IUPAC)</p>					

Б.1 Наявні у продажу РСВ

Виробник	Країна	Торгова назва
Monsanto	США та Велика Британія	Aroclor®
Bayer	Німеччина	Clophen®
Prodelec	Франція	Phenoclor® та Pyralene®
Kanegafuchi	Японія	Kanechlor®
Mitsubishi	Японія	Santotherm®
Caffaro	Італія	Fenchlor®/Apirolio®
Kenneclor	Японія	Kenneclor®
Sovol	Росія	
Hevi-duty Corp. Ferranti-Packard Ltd. Universal Mfg. Co.	США	Askarel®

Б.2 Виробники належних колонок GC

Колонка	Виробник
Rtx5	Restek
DB5	J&W
SPB-5	Supelco
OV-5	Ohio Valley
HP-5. Ultra-Z	Hewlett Packard
RSL-200	Alltech
CP SIL 8CB	Chromopack
BP5	SGE
007-2	Ouadrex
TRB-5	Tracer

Примітка. Інформація у Б.1 та Б.2 наведена тільки для зручності користувачів даного стандарту. Можна використовувати аналогічну продукцію за умови отримання аналогічних результатів.

Б.3 Постачальники калібрувальних розчинів споріднених РСВ

Б.3.1 Національна дослідницька рада Канадського інституту біологічних наук; Програма стандартів з біологічної аналітичної хімії (National Research Council of Canada Institute for Marine Biosciences. Marine Analytical Chemistry Standards Program. 1411 Oxford Street Halifax Nova Scotia B3H3Z. Canada).

Стандарт CLB-1

Стандарт CLB-1 охоплює чотири розчини (А, В, С та D), що містять 51 споріднений РСВ.

Постачають в ампулах місткістю 1 см³, що містить розчини 14—15 споріднених РСВ кожен, при цьому DC В (209) містять всі розчини. Концентрації РСВ сертифіковані, значення наведені в супровідній документації.

Використовують тільки розчини CLB1-A і CLB1-D, що містять такі споріднені РСВ:

CLB1-A: 18.31.40.44. 49.54.77. 86. 87. 121. 153. 156. 159. 209.

CLB1-0: 15. 101. 118. 138. 141, 151, 153. 170. 180, 187, 194. 195. 196. 199, 209.

Б.3.2 Supelco Switzerland. Chemin du Lavasson 2. CH-1196 Gland. Switzerland

Суміш споріднених РСВ компанії Supelco: 10156. ампули місткістю 1 см³, що містять розчин таких споріднених РСВ концентрацією 10 мкг/мл в гексані:

18. 31. 28. 20.44. 52. 101. 105. 118. 138. 149. 153. 170. 180. 194. 209.

Концентрації сертифіковані і значення наведені у супровідній документації.

Б.3.3 Promochem. Postfach 1246. D-46469 Wessel. Germany.

Примітка. Дана інформація наведена тільки для зручності користувачів даного стандарту. Можна використовувати аналогічну продукцію за умови отримання аналогічних результатів.

Б.4 Наявні у продажу стандарти РСВ

Стандарти наявні у різних постачальників. Сертифіковані стандарти (Aroclors®) можна придбати в Національному інституті стандартів і технології. National Institute of Standards and Technology. US Department Commerce. Standard Reference Materials. Building 202. Room 204. NIST. Gaithersburg. MD 20899.

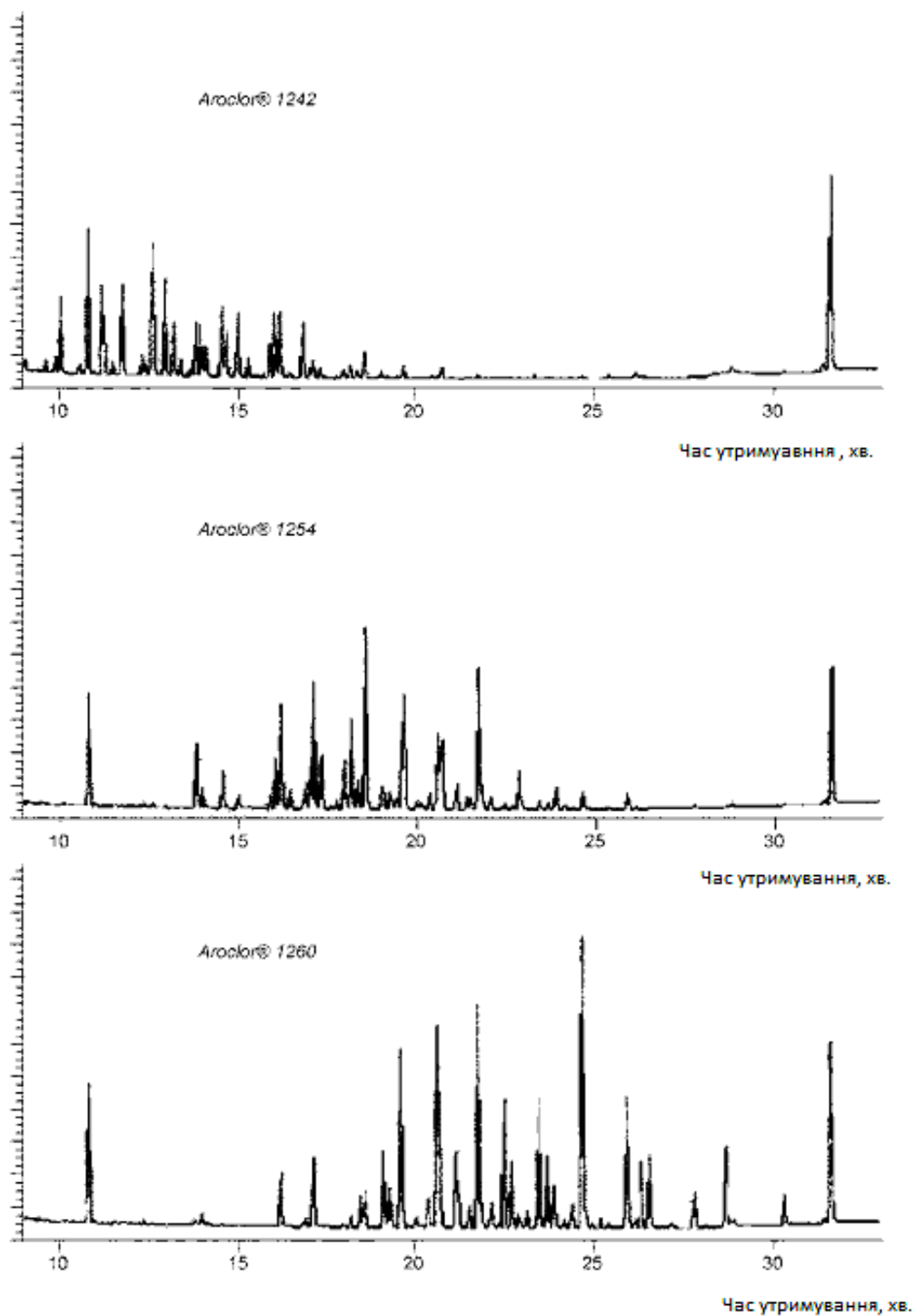


Рисунок Б.1 – Приклади хроматограм, що отримані для трьох основних Aroclor®

Б.5 Процедури очищення проб

Б.5.1 Очищення сульфатною кислотою

Переносять (2.00 ± 0.02) см³ розчину А (11.1.1) у мірну колбу місткістю 20 см³, доводять до мітки розчинником (5.1.1). Перемішують енергійним струшуванням. Цей розчин позначають як розчин Б.1. Переносять 10 см³ розчину Б.1 в скляну колбу з притертою пробкою або інший посуд, обережно додають 5 см³ концентрованої сульфатної кислоти, зачиняють посуд і вміст енергійно струшують з перервами протягом 5 хвилин. Дають шарам повністю розділитися (приблизно 15 хвил.).

За необхідності шари розділяють центрифугуванням. Для газохроматографічного аналізу відбирають порцію з верхнього шару.

Б.5.2 Колонка з бензолсульфоною кислотою/сульфатною кислотою

Таке очищення аналогічно процедурі очищення за 11.1 цього стандарту, за виключенням того, що в верхню частину колонки з бензолсульфоною кислотою додатково додають суміш силікагеля із сульфатною кислотою.

Б.5.2.1 Приготування суміші силікагеля із сульфатною кислотою.

Зважують (28 ± 1) г активованого силікагеля хроматографічної чистоти (розмір частинок від 100 до 200 мкм) та (22 ± 1) г сульфатної кислоти (концентрацією 96-98 %) у колбі Ерленмейера місткістю 200 см³. Струшують до зникнення всіх пластівців. Температура суміші при цьому значно підвищується.

Під час проведення робіт варто захищати обличчя та руки.

Зберігають суміш у закритому ексікаторі над Р₂О₅.

Б.5.2.2 Підготовка колонки з комбінованою фазою: бензолсульфонова кислота/сульфатна кислота

Безпосередньо перед процедурою підготовки проби поміщують (0.50 ± 0.05) г суміші силікагеля/сульфатна кислота в верхню частину 3 см³ ділильної колонки колонки с бензолсульфоною кислотою. Суміш силікагель/сульфатна кислота використовують протягом 1 тижня.

Виконують процедуру за 11.1 цього стандарту.

Бібліографія

- [1] Balschmiter K., Schaefer W. and Buchert H. Fresenius' Zertschnft fur Analytische Chemie. 326, 3 (1987). 263
- [2] Mullin M.D., Pochini CM., McCrindle S., Romkes M. Safe S.H. and Safe L.M. Environ. Sci. TechnnoL 16. 6 (1984),66
- [3] Albro P.W., Corbett J.T. and Schroeder J.L. Journal of Chromatography. 205 (1981). 103
- [4] Ballschmiter K. and Zell M. Fresenius'Zeitschrift fur Analytische Chemie. 302 (1980), 20
- [5] Schulz D.E., Patrick G. and Duinker J.C. Environ. Set. Technoi. 1989. 23. 852-859

Код УКНД 13.020

17.220.99

29.040.10

Ключові слова: ізоляційні рідини, забруднення поліхлорованими біфенілами (РСВ), метод газової хроматографії, капілярна колонка
