

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора БелГИМ по науке



Т.А. Козлович
«01» _____

УТВЕРЖДАЮ

Директор Республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр гигиены»



С.И. Сычик
«11» апреля 2016 г.

МЕТОДИКА

ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ПОЛИБРОМДИФЕНИЛОВЫХ ЭФИРОВ В РЫБЕ И РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ

МВИ.МН 5542-2016

Республиканское унитарное предприятие «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)
Свидетельство № <u>948 / 2016</u>
об аттестации МВИ от <u>01.04.2016</u> г.

СОГЛАСОВАНО

н.о.
Заместитель директора по научной работе Республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр гигиены»



Л.М. Шевчук
«14» марта 2016 г.

Минск 2016



АННОТАЦИЯ

Свидетельство об аттестации № 948/2016 от 01 апреля 2016 г.

МВИ.МН 5542-2016

« МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПОЛИБРОМДИФЕНИЛОВЫХ ЭФИРОВ В РЫБЕ И РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ»

Принцип метода: Методика предназначена для выполнения измерений концентраций полибромдифениловых эфиров (ПБДЭ): 2,2,4,4–тетрабромдифенилового эфира (БДЭ-47); 2,2,4,4,5–пентабромдифенилового эфира (БДЭ-99) и декабромдифенилового эфира (БДЭ-209) и распространяется на: - рыбу (свежую, свежемороженную, копченую, соленую или прошедшую кулинарную обработку);

- рыбную продукцию (консервы, пресервы рыбные или с добавлением рыбы, в том числе для детского питания, рыбий жир).

Метод основан на экстракции ПБДЭ смесью гексан-ацетон (3:1), очистке экстракта концентрированной серной кислотой и методом твердофазной экстракции (ТФЭ) и дальнейшем определении ПБДЭ с помощью газожидкостной хроматографии.

Диапазон определяемых концентраций БДЭ-47 и БДЭ-99 - от 0,0002 до 0,0500 мг/кг включ. Диапазон определяемых концентраций БДЭ-209 – от 0,002 до 0,300 мг/кг включ.

ОСНОВНЫЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности измерений

Наименование	Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости, % s_{rj}	Показатель промежуточной прецизионности, % $s_{I(тo)}$	Предел повторяемости % r	Предел промежуточной прецизионности, % $r_{I(тo)}$
БДЭ-47	от 0,0002 до 0,0500 включ.	10,7	12,1	30,0	33,9
БДЭ-99	от 0,0002 до 0,0500 включ.	9,9	10,7	27,7	30,0
БДЭ-209	от 0,002 до 0,300 включ.	10,6	12,3	29,7	34,4



Таблица 2 - Относительные значения максимальной расширенной неопределенности измерений

Наименование	Диапазон измерений, мг/кг	Максимальная расширенная неопределенность измерения, % <i>U</i>
БДЭ-47	от 0,0002 до 0,05 включ.	31,3
БДЭ-99	от 0,0002 до 0,05 включ.	30,3
БДЭ-209	от 0,002 до 0,3 включ.	28,6

При выполнении измерений рекомендуется применение следующего оборудования: Газовый хроматограф с электрозахватным детектором; колонка хроматографическая Колонка хроматографическая кварцевая капиллярная VB-5 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,25 мкм; колонка хроматографическая кварцевая капиллярная DB-1 длиной 15 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,1 мкм; весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г; Картриджи для твердофазной экстракции «SiOH-H₂SO₄/SA», 3 см³, 60 мг; Реактивы: ацетонитрил для ВЭЖХ 99,9 %, гексан для ВЭЖХ 99,9%, БДЭ-47 (2,2,4,4–тетрабромдифениловый эфир), 50 мкг/ см³ в изооктане; БДЭ-99 (2,2,4,4,5–пентабромдифениловый эфир), 50 мкг/ см³ в изооктане; БДЭ-85 (2,2, 3,4,4–пентабромдифениловый эфир), 50 мкг/ см³ в изооктане; БДЭ-209 (2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-декабромдифениловый эфир) 50 мкг/ см³ в изооктане-толуол (9:1).

Более подробная информация может быть получена у сотрудников лаборатории хроматографических исследований республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр гигиены» по телефону (+375 17) 379 13 80