|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
| Picture in Документ1 | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  **ISO 16751— 202\_**  *(проект, RU, первая редакция)* |

**Качество почвы**

**ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ДОСТУПНОСТЬ НЕПОЛЯРНЫХ**

**ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

**Определение потенциальной биодоступной и небиодоступной фракции с использованием сильного адсорбента или комплексона**

(ISO **16751**:2020, IDT)

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

**Минск  
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации   
202\_**

**Предисловие**

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

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН МТК 525 «Качество почв, грунтов и органических удобрений», Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК  (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по  МК (ИСО 3166)  004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 16751:2020 «Качество почвы. Экологическая доступность неполярных органических соединений. Определение потенциальной биодоступной и небиодоступной фракции с использованием сильного адсорбента или комплексона» (ISO 16751:2020 «Soil quality — Environmental availability of non-polar organic compounds — Determination of the potentially bioavailable fraction and the non-bioavailable fraction using a strong adsorbent or complexing agent», IDT).

Международный документ разработан подкомитетом SC 7 «Оценка почвы и участка» Технического комитета ISO/TC 190 «Качество почв» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

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

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-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 органам по стандартизации этих государств

**Содержание**

1. [Область применения](#bookmark6)
2. [Нормативные ссылки](#bookmark7)
3. [Термины и определения .](#bookmark8)
4. Сущность метода
5. [Реактивы .](#bookmark24)
6. [Аппаратура .](#bookmark78)
7. [Проведение испытания .](#bookmark99)

7.1 [Подготовка пробы .](#bookmark101)

7.2 [Определение содержания воды](#bookmark118)

* 1. Метод А: Циклодекстрин
     1. Подготовка пробы
     2. Разделение фаз
     3. Извлечение из приемной фазы
  2. Метод B: Tenax®
     1. Подготовка пробы
     2. Разделение фаз
     3. Извлечение из приемной фазы
  3. Измерение
     1. Потенциальная биодоступная фракция
     2. Небиодоступная фракция

7.6 Контрольное испытание

1. [Обработка результатов .](#bookmark170)
   1. Потенциальная биодоступная фракция
   2. Небиодоступная фракция
2. Представление результатов [.](#bookmark171)
3. Проверка
4. Протокол испытаний

Приложение A (справочное) Подготовка и регенерация Tenax®

Приложение B (справочное) Иллюстрации

Приложение C (справочное) Проверка точности

Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

[Библиография](#bookmark173)

**Введение**

Растворимость большинства неполярных органических загрязняющих веществ ограничена. Они могут сорбироваться в почвенной основе, десорбироваться и становиться доступными для биоорганизмов, что может приводить к токсическому воздействию на них, накоплению в них токсических веществ или к их деградации.   
Не все сорбированные (адсорбированные и абсорбированные) загрязняющие вещества будут десорбироваться и становиться доступными для биоорганизмов.

Используемые при химическом анализе для измерения общей концентрации экстракты загрязняющих веществ позволяют выделять из почвы большее число загрязняющих веществ, чем доступно. Также возможны ситуации, когда загрязняющие вещества могут быть настолько сильно связаны с почвой, что их невозможно выделять методом химической экстракции. Сильная сорбция также может быть обусловлена проникновением загрязняющего вещества (или продуктов его разложения или реакции) в органическую структуру почвы. Распределение загрязняющих веществ по сорбционным участкам с различной степенью сорбции не является постоянным во времени, и с увеличением времени контакта загрязняющие вещества могут перемещаться в направлении к более сильным участкам сорбции.

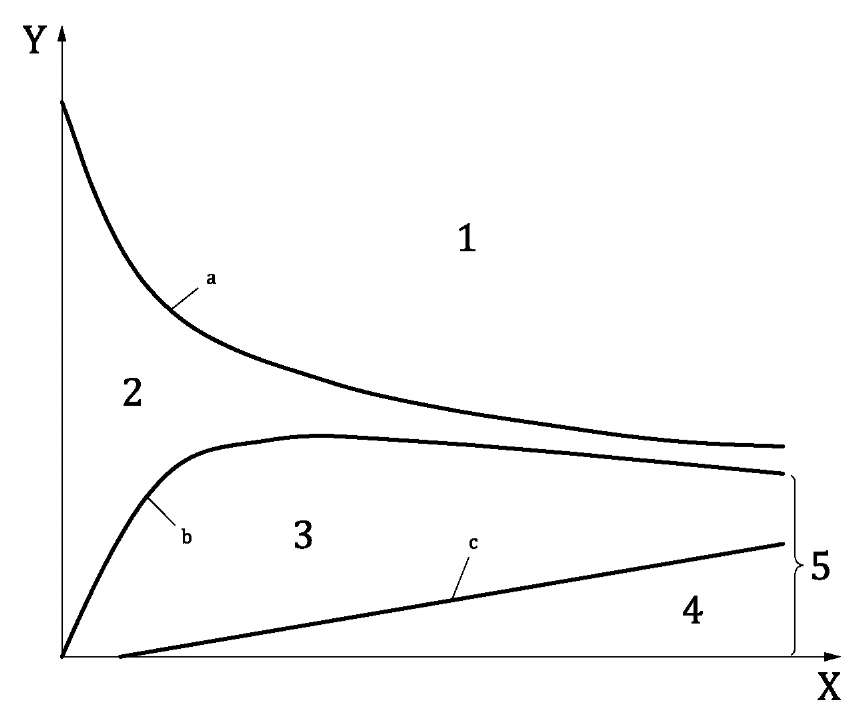
На рисунке 1 схематически показано различие между:

- экстрагируемыми остатками, которые также являются биодоступными загрязнениями (т. е. являются потенциально биодоступной фракцией загрязнения);

- остатками, которые можно экстрагировать с использованием более сильных методов экстракции, но которые от этого не становятся биодоступными загрязнениями;

- остатками, которые вообще не экстрагируются и не являются биодоступными загрязнениями.

Если способная к биохимическому разложению субстанция попадает в почву, то ее часть со временем будет разлагаться (см. кривую *а* на рисунке 1). Область между кривыми *а* и *с* на этом рисунке относится к субстанциям, которые можно экстрагировать с помощью всевозможных химических процедур. Для оценки риска эту область следует связывать с «общей концентрацией» загрязняющих веществ, значения которой указаны во многих нормативных актах. Однако лишь часть этой концентрации является биодоступной. Площадь между кривыми *a* и *b* связана с биодоступной фракцией загрязнения, а площадь между кривыми *b* и *c* – с небиодоступной фракцией загрязнения. Метод, описанный в данном стандарте, позволяет измерять концентрации потенциально биодоступной/небиодоступной фракций загрязняющего вещества в почве.



***Y***

***X***

***1***

***2***

***3***

***4***

***5***

*X*– ось времени;

*Y*– ось концентрации загрязняющего вещества;

*1* – область, относящаяся к субстанциям, способным к биохимическому разложению;

*2* – область, относящаяся к загрязняющему веществу, находящемуся в биодоступной форме;

*3* – область, относящаяся к экстрагируемому загрязняющему веществу, находящемуся в небиодоступной форме;

*4* – область, относящаяся к неэкстрагируемому загрязняющему веществу и химически стойким остаткам;

*5* – область, относящаяся к небиодоступной фракции загрязняющего вещества

Примечание – Описание кривых *a*, *b* и *c* см. выше.

Рисунок 1 – Временные изменения экстрагируемых/биодоступных, экстрагируемых/небиодоступных и неэкстрагируемых/небиодоступных фракций неполярного органического загрязняющего вещества (адаптировано из [1])

В научных исследованиях биодоступности загрязняющих веществ используется большое число определений и концепций, что отражает существующие в научном мире разногласия. Однако необходимо использовать более четкий и простой подход. В нормативном регулировании органические загрязняющие вещества подразделяют на биодоступные и небиодоступные. Для обоснования решений обе фракции должны быть измеримыми. В настоящем стандарте используется подход, предложенный в работе Ортега-Калво с соавторами (Ortega-Calvo et al., 2015) и иллюстрируемый рисунком 2. При этом подходе все определенные выше фракции загрязнителей считаются измеримыми (подробнее об этом см. раздел 4).

**Мембрана клетки**

**Вода**

**Почва/отложения**

**Биоорганизм**

**Эффекты биохимического разложения**

**Бионакопление**

**(Биологические тесты)**

**Общая концентрация загрязняющих веществ**

**(Не измеряемая)**

**Общая концентрация экстрагируемых загрязняющих веществ**

**(Органический растворитель)**

**Концентрация биодоступных загрязняющих веществ**

**(Десорбционная**

**экстракция:**

**Tenax/HPCD)**

**Концентрация растворенных загрязняющих веществ [Пассивный отбор проб (*C*free);**

**Экстракция (aq)]**

**Быстро десорбирующийся**

**Неэкстрагируемые загрязняющие вещества**

**Очень медленно/**

**медленно десорбирующийся**

**Растворимые свободные и связанные с растворенным органическим веществом (DOM)**

Рисунок 2 – Измерение биодоступности органических химических веществ: упрощенная схема, используемая для нормативного регулирования [9]

Цветные поля слева от надписи «Мембрана клетки» характеризуют распределение молекул загрязнителей в почвах и отложениях по четырем классам (неэкстрагируемые загрязнители, очень медленно/медленно десорбирующие загрязнители, быстро десорбирующие загрязнители» и растворимые в воде загрязнители). На схеме рисунка 2 биодоступное химическое вещество характеризуется концентрациями быстрой десорбции и растворения. Химические методы, позволяющие измерять концентрации существующих в каждой конкретной фракции загрязняющих веществ, указаны в серых полях. Зеленое поле справа от надписи «Мембрана клетки» характеризует процессы, происходящие в подвергающихся воздействию загрязняющих веществ биоорганизмах. Эти процессы также могут служить основой для стандартных методов измерения их биодоступности.

Как показано на рисунке 2, концентрацию биодоступной фракции загрязняющих веществ можно измерять с использованием метода, описанного в данном стандарте.

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **Качество почвы**  **ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ДОСТУПНОСТЬ НЕПОЛЯРНЫХ  ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**  **Определение потенциальной биодоступной и небиодоступной фракции с использованием сильного адсорбента или комплексона**  Soil quality. Environmental availability of non-polar organic compounds.  Determination of the potentially bioavailable fraction and the non-bioavailable fraction using a strong adsorbent or complexing agent |

**Дата введения —**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод экстракции, предназначенный для определения концентрации биодоступной (потенциальной и реально существующей в окружающей среде) фракции загрязняющего вещества, а также концентрации небиодоступной фракции загрязнителей почвы с использованием «приемной фазы» органического загрязняющего вещества, обладающей сильными сорбирующими или комплексообразующими свойствами, например с помощью адсорбента Tenax®[[1]](#footnote-1)) или циклодекстрина, соответственно.

Примечание – Биодоступная фракция загрязнителей определена в ISO 17402 как фракция, усваиваемая биоорганизмами в окружающей среде.

Метод применим для неполярных органических загрязнителей с растворимостью в воде <100 мг/дм3, а также к почве и почвоподобному грунту, включая извлеченные отложения.

Примечание – Метод теоретически применим и к неполярным органическим загрязнителям с растворимостью в воде 1000 мг/дм3. Метод часто используют применительно к соединениям с гораздо более низкой растворимостью (*K*ow> 3) и реже к соединениям с более высокой растворимостью. Применимость метода по этой причине определяется для соединений с растворимостью в воде <100 мг/дм3.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта; для недатированных – последнее издание (включая все изменения).

ISO 11074, *Soil quality — Vocabulary* (Качество почвы. Словарь)

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method* (Качество почвы. Определение содержания сухих веществ и воды по массе. Гравиметрический метод)

ISO 14507, *Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic contaminants* (Качество почвы. Подготовка образцов к определению содержания органических загрязняющих веществ)

ISO 18512, *Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples* (Качество почвы. Руководство по долгосрочному и краткосрочному хранению образцов почв)

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены термины по ISO 11074, ISO 17402, а также следующий термин с соответствующим определением.

ИСО и МЭК поддерживают терминологические базы данных для использования в целях стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ИСО: доступна по адресу https://www.iso.org/obp;

- Электропедия МЭК: доступна по адресу https://www.electropedia.org/.

3.1 **потенциальная биодоступная фракция (загрязняющего вещества)** (potential bioavailable fraction): Количество загрязняющего вещества, существующего в фоновом содержании почвы, которое может высвобождаться из твердой фазы в водную фазу в хорошо перемешанной водно-почвенной смеси в присутствии адсорбента в течение 20 ч.

Примечание – В ISO 17924 используется термин «биодоступность», который характеризует фракцию вещества в почве (или в почвоподобном материале), выделяемом желудочно-кишечным трактом человека и, таким образом, становящимся доступным для абсорбции. В данном стандарте не делается различий между терминами «биодоступность» и «биологическая усваиваемость», и преимущественно применяют термин «биодоступность». Концепция биодоступности описана во введении к настоящему стандарту.

4 Сущность метода

Метод позволяет давать оценку потенциально биодоступности/ небиодоступности фракций органических загрязняющих веществ, т. е. количества загрязняющего вещества в фоновом содержании почвы, которое способно обмениваться с водной фазой; в частности, того вещества, которое адсорбируется/образует комплекс с адсорбентом Tenax®/циклодекстрином, соответственно.

Экстрагируемая и небиодоступная фракция загрязняющего вещества, остающегося в образце после действия адсорбента Tenax®/комплексообразующего агента (циклодекстрина), может быть впоследствии измерена методом экстракции (предназначенного для измерения общей концентрации загрязняющих веществ) и, таким образом, оценена концентрация биодоступной фракции загрязняющего вещества.

Таким образом, в числовом выражении общая концентрация загрязняющего вещества в образце будет представлять собой сумму концентрации биодоступной фракции загрязняющего вещества (определяемой с помощью сильного адсорбента или комплексообразующего агента) и концентрации небиодоступной фракции загрязняющего вещества (определяемой с помощью самого эффективного метода экстракции, выполненной затем над остатками после извлечения матрицы, с помощью сильного сорбента или комплексообразующего агента)

|  |  |
| --- | --- |
| *c*tot,cont *= c*bio *+ c*non-bio , | (1) |

где *c*tot,cont – общая концентрация загрязняющего вещества;

*c*bio– концентрация биодоступной фракции загрязняющего вещества;

*c*non-bio – концентрация небиодоступной фракции загрязняющего вещества.

Почву, почвоподобный материал или образец отложений с размером частиц <2 мм экстрагируют с помощью воды, содержащей «приемную фазу» для органических загрязняющих веществ. Эта фаза представляет собой комплексообразующий агент (циклодекстрин) или адсорбент [Tenax**®**]. Растворимость неполярных соединений ограничена, и в данном методе приемная фаза будет действовать как «идеальный абсорбент». Измеренная масса, десорбируемая из почвы или почвоподобного материала в течение 20 ч, будет характеризовать фракцию загрязняющего вещества, которая может оказывать влияние на биотические системы и становиться подвижной.

На следующем этапе адсорбированные загрязняющие вещества извлекают из приемной фазы и измеряют с помощью соответствующих аналитических методов. Концентрацию загрязняющих веществ, остающихся в почвенном остатке в небиодоступной фракции, можно измерять с помощью последующей сильной/полной экстракции, предназначенной для измерения общей концентрации загрязняющих веществ. Формулу (1) затем можно, при необходимости, использовать для определения общей концентрации загрязняющего вещества в образце.

Примечания

1 ISO 13859 и ISO 13876 содержат примеры измерения общей концентрации полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) и полихлорбифенила (ПХБ), соответственно в почве и почвоподобных материалах.

2 Формула (1) устанавливает взаимосвязь между «общей концентрацией загрязняющего вещества», «концентрацией его биодоступной фракции» и «концентрацией его небиодоступной фракции». Если известны любые две из этих концентраций, то третью концентрацию можно рассчитать по формуле (1). Например, путем измерения «общей концентрации загрязняющего вещества» и «концентрации его небиодоступной фракции» можно рассчитать «концентрацию его биодоступной фракции». Все это применимо лишь для однородных материалов. Если неизвестно, является ли материал однородным, а интересует лишь концентрация биодоступной фракции, то ее необходимо измерить.

**5 Реактивы**

Используемые реактивы должны обладать (если не указано иное) степенью чистоты не ниже аналитической. Чистота холостой пробы реактивов (включая воду) должна быть несопоставимой с минимальной концентрацией органических загрязняющих веществ, подлежащих определению.

**5.1 Деминерализованная вода или деионизированная вода или вода эквивалентной чистоты** (5 < pH < 7,5) с проводимостью <0,5 мСм/м в соответствии с классом 3, указанным в ISO 3696.

Если ожидается, что будет происходить биохимическое разложение исследуемых соединений, то следует довести концентрацию раствора азида натрия (см. 5.2) в воде до 0,2 г/дм3. Это позволит свести к минимуму биологический распад исследуемых соединений. При отсутствии ожидаемого биологического разложения добавлять азид натрия не требуется. Последнее относится к некоторым стойким соединениям, например к полихлорбифенилу (ПХБ).

Примечание – Для некоторых образцов почвы может оказаться затруднительным получение требуемого разделения между почвой, водной фазой и адсорбентом Tenax**®**. Для улучшения этого разделения вместо воды следует использовать раствор CaCl2 с концентрацией 0,001 или 0,01моль/дм3 (см. 5.9).

**5.2 Азид натрия (NaN3), [№ по каталогу 26628-22-8]**

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Следует обратить внимание на опасность, связанную с крайней токсичностью используемого азида натрия.**

**5.3 Циклодекстрин (гидроксипропил-β-циклодекстрин) чистотой > 97% пищевого, медицинского или фармацевтического класса**

Примечание– Циклодекстрин аналитической чистоты весьма дорог. Для настоящего метода пригодным для использования признан класс пищевой чистоты.

**5.4 Экстрактный раствор циклодекстрина,** получаемый путем растворения 100 ммоль (= 146 г) циклодекстрина (см. 5.3) в 1 дм3 воды (см. 5.1)

Примечание – Если ожидается, что будет происходить биохимическое разложение исследуемых соединений, то следует довести концентрацию раствора азида натрия (см. 5.2) в воде до 0,2 г/дм3. Это позволит свести к минимуму биологический распад исследуемых соединений. При отсутствии ожидаемого биологического разложения добавлять азид натрия не требуется. Последнее относится к некоторым стойким соединениям, например к полихлорбифенилу (ПХБ).

**5.5 2,6-дифениленоксидный полимер (Tenax® TA)** с крупностью от 60   
до 80 пор. Порядок подготовки и регенерации полимера Tenax® приведен в приложении A.

**5.6 Петролейный эфир,** [№ по каталогу 8032-32-4], с интервалом кипения от 40 до 60 °С.

**5.7 Этанол (C2H6O),** [№ по каталогу 64-17-5].

**5.8 Ацетон(C3H6O),** [№ по каталогу 67-64-1].

**5.9 Хлорид кальция (CaCl2),** [№ по каталогу 1035-04-8].

**5.10 Сульфат натрия (Na2SO4),** [№ по каталогу 231-820-9].

**6 Аппаратура**

Для проведения измерений используют нижеперечисленную аппаратуру и лабораторное оборудование. Все материалы, которые могут контактировать с образцами или реагентами, не должны адсорбировать исследуемое загрязняющее вещество или загрязнять образец. Для большинства загрязняющих веществ подходящими материалами для лабораторного оборудования являются стекло и политетрафторэтилен (ПТФЭ).

6.1 **Установка для просеивания,** с номинальным размером ячейки сита 2 мм.

**6.2 Весы,** с точностью взвешивания 0,01 г.

**6.3 Конические центрифужные пробирки,** с завинчивающимися колпачками.

**6.4 Делительная воронка,** подходящего размера.

Примечание – Отверстие в кране делительной воронки, используемой для экстракции адсорбента Tenax**®**, должно быть достаточно большим для того, чтобы частицы почвы могли выходить из этой воронки. В противном случае разделение адсорбента Tenax**®** и образца станет невозможным.

6.5 **Встряхиватель**, не допускающий разрушения частиц образца (например, встряхиватель со скоростью вращения (20 ± 2) мин-1 и с перемешиванием вращением с донышка на крышку или с другим способом плавного перемешивания), или встряхиватель с горизонтальным перемешиванием и скоростью вращения от 150 до 180 мин-1.

6.6 **Центрифуга** для центрифужных пробирок (см. 6.3).

6.7 **Дробильная установка**, щековая дробилка или обрезное устройство.

6.8 **Подходящая стеклянная и пластиковая лабораторная посуда.**

6.9 **Концентратор образцов (испаритель) Кудерна–Даниша.**

6.10 **Сосуд для сбора жидкости.**

6.11 **Складчатый фильтр.**

**7 Проведение испытания**

**7.1 Подготовка пробы**

Образец необходимо предварительно обработать в лаборатории в соответствии с ISO 14507, но со следующими ограничениями:

- не допускается шлифование образца, поскольку его интенсивная предварительная механическая обработка может приводить к появлению в окружающей среде загрязняющих веществ;

- как правило, испытуемая часть образца должна иметь размер частиц не более 2 мм, но ни в коем случае массу образца не следует измельчать до этого размера;

- следует удалять из образца камни, раковины и любые другие инородные включения, нерепрезентативные для данного образца;

- следует просеивать образец через сито (см. 6.1). При необходимости вручную продавливайте его через сито.

В качестве предварительной обработки образца, проводимой согласно ISO 14507, также можно использовать и сублимационную сушку в соответствии с ISO  16720.

Ряд почв (например, торф и некоторые осадочные отложения) просеивать достаточно трудно. В этих случаях следует вручную удалять из почвы камни, раковины и любые другие инородные включения, нерепрезентативные для данного образца (например, останки растительности), и обрабатывать образец без его просеивания.

Если образец не может быть просеян из-за большого содержания воды, то уменьшайте содержание воды до тех пор, пока лабораторный образец не начнет просеиваться. В случае высушивания образца температура сушки не должна превышать 25 °C.

Если ожидается, что будет происходить быстрое разложение какой-либо фракции, то не следует снижать содержание воды в образце методом воздушной сушки. В этом случае первоначально отобранный образец необходимо вручную пропустить через сетчатый фильтр с ячейками 2 мм либо просушить его методом сублимационной сушки.

Если образцы необходимо сохранять, то для предотвращения процессов, влияющих на биодоступность загрязняющих веществ (например, процессов биохимического разложения или изменения состава органических веществ в образцах), их сохраняют в соответствии с ISO 18512.

**7.2 Определение содержания воды**

Определение содержания воды в анализируемом образце почвы проводят после его подготовки (см. 7.1) в соответствии с ISO 11465.

**7.3 Метод А: Циклодекстрин**

**7.3.1 Подготовка пробы**

На весах (см. 6.2) взвешивают анализируемый образец почвы с массой, эквивалентной (4 ± 1) г сухого вещества, и помещают его в подходящую центрифужную пробирку (см. 6.3) (например, вместимостью 50 см3). Добавляют 40 см3 экстрактного раствора циклодекстрина (см. 5.4). Пробирку помещают во встряхиватель с горизонтальным перемешиванием (или во встряхиватель с перемешиванием вращением с донышка на крышку) (см. 6.5) в темном помещении на 20 ч при температуре (20 ± 2) °С. Для обеспечения надлежащего разделения образца по фазам следует использовать соответствующую стеклянную и пластиковую лабораторную посуду (см. 6.8).

Используют плавное перемешивание образца с частотой, обеспечивающей качественное перемешивание ингредиентов и ограниченное разрушение частиц почвы (см. 6.5).

**7.3.2 Разделение фаз**

Для разделения образца по фазам и получения прозрачной надосадочной жидкости пробирки центрифугируют в течение 15 мин по крайней мере при 2000g. Для дальнейшего анализа с помощью пипетки отберите часть этой жидкости (например, 10 см3).

Остаточный экстрактный осадок будет содержать небиодоступную фракцию загрязняющего вещества, и его можно использовать для дальнейшего анализа (см. 7.5.2).

Примечание – Для некоторых образцов может потребоваться центрифугирование с более высоким значением *g* и более длительным временем центрифугирования. Аналогичную эффективность разделения образца по фазам можно получить и при других условиях центрифугирования (например, при уменьшенном времени центрифугирования, но при его повышенной скорости, или, наоборот, при повышенном времени центрифугирования, но при его пониженной скорости). В ISO 12782-1 (приложение А) указан ряд условий, обеспечивающих воспроизводимость процесса центрифугирования при отклонении от процедуры, рекомендованной настоящим стандартом.

**7.3.3 Извлечение из приемной фазы**

Аликвоту 10 см3 комплексообразующей водной фазы циклодекстрина (см. 7.3.2) экстрагируют с помощью 5 см3 петролейного эфира (см. 5.6). Встряхивают в течение не менее 1 мин. Повторяют экстракцию еще дважды и собирают все три аликвоты петролейного эфира в один и тот же лабораторный сосуд.

**7.4** **Метод B: Tenax®**

**7.4.1 Подготовка пробы**

На весах (см. 6.2) взвешивают анализируемый образец почвы с массой, эквивалентной (4 ± 1) г сухого вещества, помещают его в подходящую делительную воронку (см. 6.4) или в центрифужную пробирку (см. 6.3) (обе вместимостью 100см3). Добавляют 70 см3 воды (см. 5.1). Добавляют (1,5 ± 0,1) г адсорбента Tenax**®** (см. 5.5). Помещают делительную воронку во встряхиватель с горизонтальным перемешиванием (см. 6.5) в темном помещении на 20 ч при температуре (20 ± 2) °С.

1,5 г адсорбента Tenax**®** будет недостаточно для измерения биодоступности минерального масла. В этом случае вместо 1,5 г необходимо брать 4 г адсорбента Tenax**®** [10].

Примечание – Некоторые виды почв могут засорять делительную воронку (см. 6.4). В таких случаях желательно использовать центрифужную пробирку (см. 6.3).

Используют режим плавного перемешивания со скоростью вращения, обеспечивающей хорошее перемешивание всех ингредиентов и ограниченное разрушение частиц почвы, например, со скоростью от 150 до 180 мин-1.

**7.4.2 Разделение фаз**

7.4.2.1 Порядок разделения образца почвы по фазам с помощью делительной воронки

Если согласно 7.4.1 для экстракции образца используют делительную воронку (см. 6.4), то следует осторожно слить из нее водную фазу, включая почву или почвоподобный материал. Полимеры адсорбента Tenax® в виде гранул являются гидрофобными и поэтому будут плавать на поверхности воды, а во время разделения по фазам будут прикрепляться к стенкам воронки. Удаляют всю видимую почву или почвенные материалы, промывая адсорбент Tenax® водой (см. 5.1), и сливают воду (пример см. в приложении B). Водную фазу, включая почву или почвоподобный материал, собирают в подходящую центрифужную пробирку. Пробирки центрифугируют в течение 15 мин по крайней мере при 2000g для получения осадка в пробирке с остаточной почвой, который будет содержать небиодоступную фракцию загрязняющего вещества. Полученный осадок можно использовать для дальнейшего анализа этой фракции (см. 7.5.2).

Примечания

1 Для некоторых образцов почвы может потребоваться центрифугирование с более высоким значением *g* и более длительным временем центрифугирования. Аналогичную эффективность разделения образца по фазам можно получить и при других условиях центрифугирования (например, при уменьшенном времени центрифугирования, но при его повышенной скорости, или, наоборот, при повышенном времени центрифугирования, но при его пониженной скорости). В ISO 12782-1 (приложение А) указан ряд условий, обеспечивающих воспроизводимость процесса центрифугирования при отклонении от процедуры, рекомендованной настоящим стандартом.

2 Некоторые почвы, особенно органический грунт, могут содержать частицы, которые также могут плавать на поверхности воды. Поэтому в процессе разделения таких почв по фазам могут происходить потери адсорбента Tenax®. Для компенсации указанных потерь рекомендуется после экстракции высушить оставшийся адсорбент Tenax® (см. 7.4.3) и взвесить его.

3 Для получения баланса массы можно использовать остаточную массу. Для этого следует центрифугировать воду и почву или почвенный материал в течение 15 мин по меньшей мере при 2000g для разделения образца по фазам (т. е. до получения прозрачной надосадочной жидкости).

7.4.2.2 Порядок разделения образца почвы по фазам с помощью центрифужной пробирки

Если согласно 7.4.1 для экстракции образца почвы используется центрифужная пробирка, то ее центрифугируют в течение 15 мин по меньшей мере при 2000*g* для разделения образца по фазам (т. е. до получения прозрачной надосадочной жидкости). Адсорбент Tenax® извлекают с помощью пипетки Пастера (пример см. в приложенииB) и переносят в сосуд для сбора жидкости (см. 6.10).

Остаточный экстрактный осадок будет содержать небиодоступную фракцию загрязняющего вещества, и его можно использовать для дальнейшего анализа (см. 7.5.2).

Примечания

1 Для некоторых образцов может потребоваться центрифугирование с более высоким значением *g* и более длительным временем центрифугирования. Аналогичную эффективность разделения образца по фазам можно получить и при других условиях центрифугирования (например, при уменьшенном времени центрифугирования, но при его повышенной скорости, или, наоборот, при повышенном времени центрифугирования, но при его пониженной скорости). В ISO 12782-1 (приложении А) указан ряд условий, обеспечивающих воспроизводимость процесса центрифугирования при отклонении от процедуры, рекомендованной настоящим стандартом.

2 Некоторые почвы, особенно органический грунт, могут содержать частицы, которые также могут плавать на поверхности воды. Поэтому в процессе разделения таких почв по фазам могут происходить потери адсорбента Tenax®. Для компенсации указанных потерь рекомендуется после экстракции высушить оставшийся адсорбент Tenax® (см. 7.4.3) и взвесить его.

3 Для получения баланса массы можно использовать остаточную массу. Для этого следует центрифугировать воду и почву или почвенный материал в течение 15 мин по меньшей мере при 2000g для разделения образца по фазам (т. е. до получения прозрачной надосадочной жидкости).

**7.4.3 Извлечение из приемной фазы**

Адсорбент Tenax**®** экстрагируют в делительную воронку, используемую согласно 7.4.2.1, или в сосуд для сбора жидкости, используемый согласно 7.4.2.2, с помощью (40 ± 1) см3 ацетона (см. 5.8), встряхивают в течение не менее 10 мин. В делительную воронку или сосуд для сбора жидкости добавляют 20 см3 петролейного эфира (см. 5.6), и снова встряхивают в течение не менее 10 мин. Сливают верхнюю органическую фазу в делительную воронку (см. 6.4) объемом 1000см3 (см. пример на рисунке B.3). Дважды повторяют процедуру экстракции адсорбента Tenax**®** с добавлением 10 см3 петролейного эфира (см. 5.6), а затем переливают все объемы петролейного эфира в делительную воронку емкостью 500 см3 (см. 6.4).

Удаляют ацетон из органической фазы, дважды подвергая встряхиванию делительную воронку в течение примерно 30 с вместе с 200 см3 воды, и удаляют водную фазу.

Примечание 1 – Для последующего анализа (например, для анализа по определению содержания полихлорбифенила (ПХБ) или хлорорганического пестицида (ХОП) может потребоваться удаление элементарной серы. Это выполняется, например путем добавления в водную фазу 5 г сульфита натрия и встряхивания полученной смеси в течение 5 мин. Вместо добавления сульфита натрия можно использовать и другие методы удаления элементарной серы.

С помощью пипетки из верхнего слоя петролейного эфира извлекают объем *Vex*, необходимый для его дальнейшего анализа по фазам.

Примечание 2 – Экстракт петролейного эфира содержит остаточную воду. Для проведения дальнейшего анализа (см. 7.5.1) может потребоваться этап сушки с помощью Na2SO4 (см. 5.10).

При необходимости повышения концентрации фазы петролейного эфира следует использовать концентратор образцов Кудерна–Даниша (см. 6.9). Промывают делительную воронку 10 см3 петролейного эфира (см. 5.6) и переливают этот объем петролейного эфира в концентратор.

**7.5 Измерение**

**7.5.1 Потенциальная биодоступная фракция**

Содержание органических загрязняющих веществ в полученном экстракте петролейного эфира (см. 7.3.3 или 7.4.3) измеряют с помощью того или иного метода анализа. При необходимости заменяют растворитель и концентрируют экстракт. Результаты анализа следует выражать в единицах массы/объема петролейного эфира в экстракте, полученном согласно 7.3.3 или 7.4.3.

Примечание – В зависимости от используемого метода измерений может возникнуть необходимость в переводе экстракта на другой растворитель.

**7.5.2 Небиодоступная фракция**

Для определения содержания небиодоступной фракции загрязняющего вещества в дальнейшем применяют наиболее строгую/полную методику экстракции (предназначенную для измерения общей концентрации загрязняющего вещества). Используют подходящий метод (если доступен стандартный метод анализа почвы или почвоподобного материала) для экстракции органического загрязняющего вещества из остаточной почвы (см. 7.3.2 или 7.4.2), с ее последующим анализом для количественного определения содержания этого загрязняющего вещества.

**7.6 Контрольное испытание**

В каждой серии экстракций следует выполнять контрольное определение холостого образца по аналогичной методике измерений.

Вклад холостой пробы не должен превышать 50% от предела количественного определения содержания загрязняющего вещества. При необходимости принимают поправку на вклад этой пробы.

**8** **Обработка результатов**

**8.1 Потенциальная биодоступная фракция**

Рассчитывают потенциальную биодоступную фракцию Qpa, мкг/кг сухой массы (далее – с. м.). Ее получают путем деления измеренной абсолютной массы загрязняющего вещества в идеальном абсорбенте на сухую массу проэкстрагированной почвы по формуле

, (2)

где *Q*pa – потенциально биодоступная фракция загрязняющего вещества, мкг/кг с. м.;

*c*ex – концентрация потенциально биодоступной фракции загрязняющего вещества в полученном экстракте петролейного эфира (см. 7.3.3 или 7.4.3), мкг/дм3;

Примечание – Эту концентрацию измеряют в рамках последующей процедуры анализа. Приведенная выше формула не учитывает изменения объема и растворителя, а также использование, например внутренних стандартов в последующей процедуре. Указанная формула не учитывает возможное испарение петролейного эфира. Это может привести к увеличению концентрации.

*V*ex – объем экстракта петролейного эфира, см3, т. е. 15 см3 петролейного эфира в методе A – с использованием комплексообразующего агента (циклодекстрина), и 40 см3 – в методе В – с использованием адсорбента Tenax**®**;

Ms – масса экстрагированной почвы, г;

f – поправочный коэффициент, который учитывает долю идеального абсорбента, используемую для последующего анализа: *f* = 4 – для циклодекстрина (Метод A; при этом используется только 10 см3 из 40 см3 экстрактного раствора циклодекстрина), и *f* = 1 – для адсорбента Tenax**®** (Метод B; при этом используется весь экстрактный раствор Tenax**®**);

Примечание – При использовании пропорций реагентов, отличных от указанных в данном стандарте, поправочный коэффициент *f* следует соответственным образом изменять.

Wd.m. – содержание сухого вещества во внелабораторном влажном образце, определенное по ISO 11465, %.

Только в тех случаях, когда определенная масса адсорбента Tenax**®** была утеряна в процессе разделения по фазам (см. примечание 2 в 7.4.2), корректируют концентрацию потенциально биодоступной фракции загрязнителя по формуле

, (3)

где *Q*pa-c – скорректированная концентрация потенциально биодоступной фракции загрязняющего вещества, мкг/кг с. м.;

*Q*pa – концентрация потенциально биодоступной фракции загрязняющего вещества, мкг/кг с. м.;

mt – оставшаяся масса адсорбента Tenax**®**, г;

1,5 – первоначально использованная масса адсорбента Tenax**®**, г.

**8.2 Небиодоступная фракция**

Рассчитывают концентрацию небиодоступной фракции загрязнителя в соответствии с используемым методом (с заданными объемами используемых растворителей и с определенными манипуляциями с экстрактами перед анализом).

**9 Представление результатов**

Концентрацию потенциально биодоступной фракции загрязняющего вещества указывают в протоколе в соответствующих единицах – мкг/кг с. м. или в мг/кг с. м.

Число десятичных знаков в значениях концентрации в общем случае будет зависеть от точности используемого метода. Как правило, усваиваемую массу (или концентрацию) загрязнителя указывают в отчете с двумя значащими цифрами (например, 5,5 или 0,074).

В тех случаях, когда были определены концентрации биодоступной и небиодоступной фракций загрязняющего вещества, их можно просуммировать по формуле (1) для получения общей концентрации загрязняющих веществ в матрице.

**10 Проверка**

В приложении C представлены результаты расчета повторяемости.

**11 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт,

b) полные идентификационные данные, относящиеся к анализируемому образцу;

c) указание применяемого метода (А или В);

d) результаты расчета концентраций фракций в соответствии с разделом 9, включая заключение о концентрации сухого вещества;

e) любые другие сведения, не указанные в настоящем стандарте или не являющиеся обязательными для их указания, а также любые факторы, которые могли влиять на результаты испытаний.

Приложение A

**(справочное)**

**Подготовка и регенерация Tenax®**

**A.1 Порядок подготовки нового адсорбента Tenax® перед его применением**

При использовании нового адсорбента Tenax® (см. 5.5) в первую очередь необходимо удалить из него мелкие частицы. Следует промыть (со встряхиванием) адсорбент Tenax® водой в объемном соотношении Tenax®/вода не менее 20. Повторяют эту процедуру до тех пор, пока не исчезнут мелкие частицы адсорбента. Высушивают его при температуре 125 °C. Последовательно промывают адсорбент Tenax® этанолом (см. 5.7) и петролейным эфиром (см. 5.6). Последовательно просушивают Tenax® на воздухе и при температуре 125 °C до полного высыхания.

Очищенный подобным образом новый адсорбент Tenax® следует с помощью подходящего метода проверить на предмет наличия в нем исследуемых соединений.

**A.2 Порядок регенерации адсорбента Tenax®**

Адсорбент Tenax® можно регенерировать и использовать многократно. Качество гранул Tenax® проверяют перед его промывкой. Гранулы, заполненные матрицей, уже не плавают в воде. Эти гранулы нельзя использовать повторно, и они подлежат утилизации. Остальные гранулы пригодны для их многократного использования (регенерации) после их промывки и просушки.

Для регенерации использованного адсорбента Tenax® его следует последовательно трижды промыть этанолом (см. 5.7), затем – трижды ацетоном (см. 5.8) и наконец – трижды петролейным эфиром (см. 5.6). При этих промывках необходимо использовать по 10 см3 указанных реагентов на каждый 1 г адсорбента Tenax®. Последовательно просушивают Tenax® на воздухе и при температуре 125 °C до полного высыхания.

Для очистки адсорбента Tenax® также подходит метод экстракции под давлением. При этом этанол (см. 5.7), ацетон (см. 5.8), петролейный эфир (см. 5.6) и смесь «ацетон/петролейный эфир» в объемном соотношении 1:1 необходимо последовательно пропустить через экстракционные ячейки, заполненные этим адсорбентом.

Приложение B

**(справочное)**

**Иллюстрации**

**B.1 Метод B с использованием адсорбента Tenax® и делительной воронки**

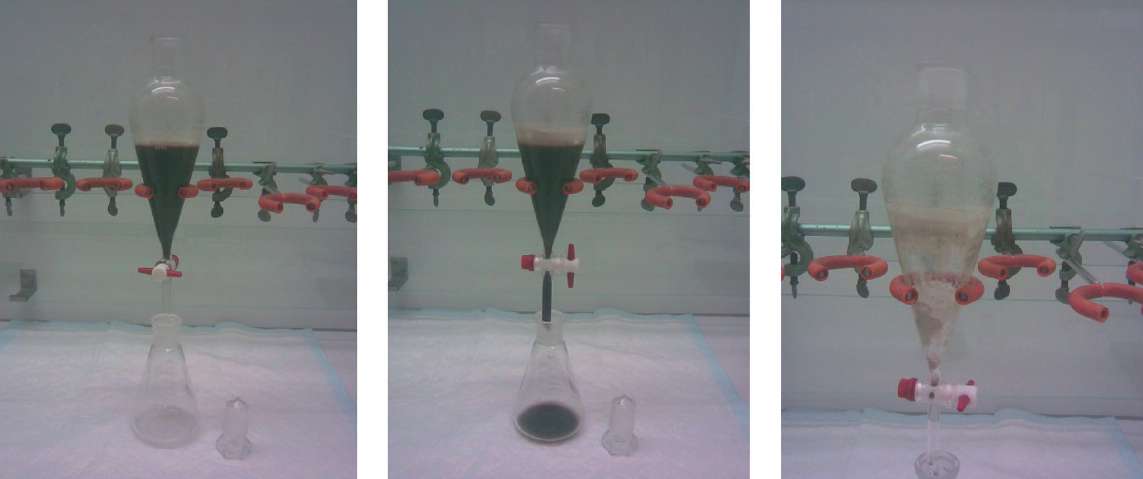


Рисунок B.1 – Порядок сбора адсорбента Tenax**®** после разделения по фазам (см. 7.4.3)

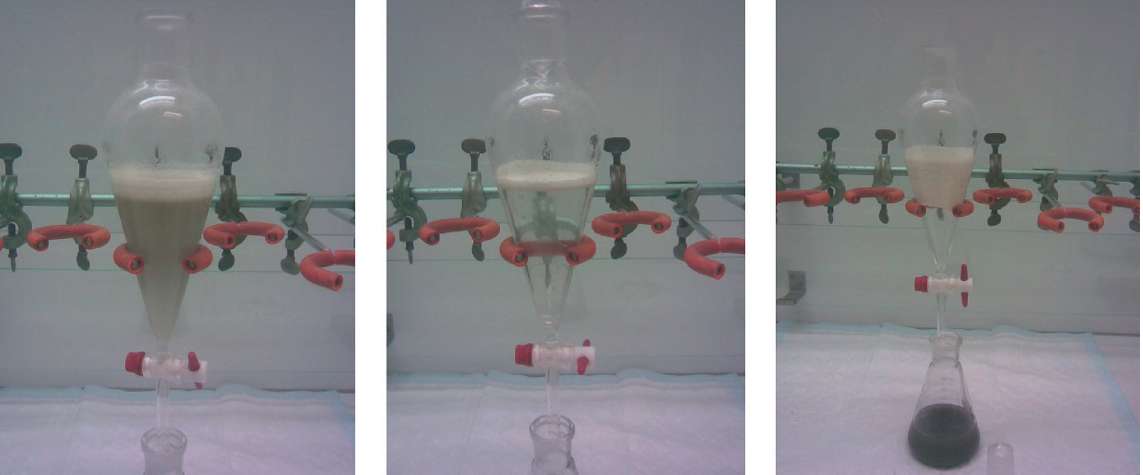


Рисунок B.2 – Порядок удаления всей видимой почвы и почвоподобных материалов путем промывки адсорбента Tenax**®** водой и ее слива (см. 7.4.3)



Рисунок B.3 – Порядок экстракции адсорбента Tenax**®** и сбора фазы петролейного эфира (см. 7.4.4[[2]](#footnote-2)))

**B.2 Метод B с использованием адсорбента Tenax® и центрифужной пробирки**



Рисунок B.4 – Гранулы адсорбента Tenax**®**, плавающие над слоем воды



Рисунок B.5 – Сбор гранул адсорбента Tenax**®** с помощью пипетки Пастера и аспирационной трубки

Приложение С

**(справочное)**

**Проверка точности**

**C.1 Введение**

Во время разработки ISO 16751:2020 и в 2017 году было проведено внутрилабораторные и межлабораторные испытания доступности неполярных органических соединений в окружающей среде. Экстракты измерялись с использованием метода, применяемого в отдельных лабораториях. Результаты приведены в настоящем приложении. Более подробный отчет [11] доступен на сайте www.wepal.nl.

**C.2 Внутрилабораторные испытания**

В лаборатории Riikswaterstaat в Лелистаде, Нидерланды, были проанализированы два образца:

1. лиофилизированный образец, который используется в качестве контрольного образца в Нидерландах. Представляет собой хорошо гомогенизированный образец. Было использовано всего 3 г образца вместо 4 г, как предписано в ISO 16751.

2. влажный осадок из провинции Лимбург. Было использовано 10 г образца.

В течение 8 недель образцы были проанализированы 8 раз в двух экземплярах. По результатам были рассчитаны повторяемость (VCr, %) и воспроизводимость (VCR, %), см. таблицы C.1 и C.2. Были зарегистрированы только значения выше предела обнаружения. Общее содержание, измеренное в образце, представлено в последнем столбце таблицы C.1.

Таблицы C.1 и C.2 показывают, что повторяемость и воспроизводимость для метода с использованием Tenax® в образце 1 сопоставимы со значениями для общего анализа органических загрязняющих веществ в этом образце (кроме DDT/DDE/DDD). Они лучше значений, полученных в менее гомогенизированных образцах. Значения для образца влажного осадка в таблице C.2 являются примером такого менее гомогенизированного образца. В таком образце разница в ежедневных подвыборках может быть даже больше, чем разница в средних значениях разных дней анализа. Значения повторяемости и воспроизводимости, представленные в таблице C.1, можно считать наилучшими достижимыми. Значения в таблице C.2 следует считать «нормальными» значениями.

Значения также показывают, что в гомогенизированном образце 3 г образца достаточно для надлежащего анализа. Не допускается вывод о необходимости гомогенизации образцов перед анализом. Это может повлиять на доступность.

Значения для DDT/DDE и DDD относительно высоки. Это вызвано нестабильностью хроматографической системы в отношении указанных соединений. Калибровка двухколоночного ГХ/ЭЗД была сложной. Поэтому значения менее пригодны для валидации. Они представлены, чтобы показать, что для измерений биодоступности важно использовать правильно функционирующий прибор.

Таблица C.1 – Внутрилабораторные испытания образца 1 (лиофилизированный образец)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Sr,  мкг/кг с. м. | *CV*,r,  % | *S*R,  мкг/кг с. м. | *CV*,R,  % | *x,*  мкг/кг с. м. | Доступность,  % | Общее количество,  мкг/кг с. м. |
| Фенантрен | 4,27 | 5,8 | 10,6 | 12,4 | 86,0 | 8,5 | 1110 |
| Флюорантен | 13,6 | 6,2 | 29,0 | 13,4 | 223 | 12,3 | 2000 |
| Пирен | 8,63 | 5,6 | 28,4 | 17,4 | 153 |  | n.m. |
| Бенз(а)антрацен | 5,28 | 7,0 | 3,77 | 5,2 | 75,2 | 7,5 | 1100 |
| Хризен | 8,09 | 6,9 | 5,45 | 4,6 | 117 | 10,9 | 1190 |
| Бензо(b)флуорантен | 7,60 | 6,4 | 6,24 | 5,3 | 119 |  | n.m. |
| Бензо(k)флуорантен | 3,40 | 6,9 | 3,76 | 7,7 | 49,5 | 7,7 | 708 |
| Бенз(а)пирен | 2,81 | 8,2 | 10,1 | 24,1 | 33,84 | 3,5 | 1070 |
| Дибенз(ah)антрацен | 0,52 | 7,5 | 0,50 | 7,1 | 7,00 |  | n.m. |
| Бензо(ghi)перилен | 4,75 | 10,0 | 5,16 | 10,8 | 47,2 | 5,3 | 984 |
| Индено(1,2,3cd)пирен | 3,49 | 8,0 | 4,11 | 9,2 | 44,5 | 4,5 | 1090 |
| ГХБ | 1,32 | 8,8 | 2,67 | 17,6 | 14,2 | 9,4 | 166 |
| ПХБ 28 | 0,13 | 9,8 | 0,28 | 22,6 | 1,19 | 5,5 | 24,1 |
| ПХБ 52 | 0,53 | 8,9 | 1,01 | 17,3 | 5,64 | 18,0 | 34,5 |
| ПХБ 101 | 1,14 | 9,9 | 1,80 | 14,0 | 11,9 | 24,8 | 52,7 |
| ПХБ 118 | 0,53 | 9,8 | 0,54 | 9,9 | 5,46 | 18,2 | 33,0 |
| ПХБ 153 | 1,24 | 8,3 | 1,82 | 11,6 | 15,3 | 20,9 | 80,2 |
| ПХБ 138 | 1,40 | 8,2 | 2,34 | 13,2 | 17,4 | 24,3 | 78,9 |
| ПХБ 180 | 1,28 | 12,4 | 1,90 | 18,7 | 8,69 | 19,4 | 49,2 |
| p,p-DDD | 0,56 | 8,8 | 2,83 | 36,6 | 7,25 | 47,7 | 16,7 |
| p,p-DDE | 0,62 | 12,9 | 0,47 | 10,2 | 4,78 | 44,6 | 11,8 |
| o,p-DDD | 0,43 | 13,0 | 3,99 | 57,7 | 4,75 | 85,1 | 6,14 |
| Примечание – *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *x* –среднее значение. | | | | | | | |

Таблица C.2 – Внутрилабораторные испытания образца 2 (влажный осадок)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Sr, мкг/кг с. м. | *CV*,r, % | *S*R, мкг/кг с. м. | *CV,*R, % | *x,* мкг/кг с. м. |
| Пирен | 9,56 | 16,0 | 5,73 | 11,1 | 57,0 |
| Бензо(а)антрацен | 5,67 | 25,8 | 1,77 | 12,6 | 16,6 |
| Бензо(k)флуорантен | 3,95 | 24,1 | 1,32 | 11,7 | 12,5 |
| Бенз(а)пирен | 8,28 | 23,6 | 6,17 | 26,2 | 23,1 |
| Бензо(ghi)перилен | 3,17 | 22,1 | 1,32 | 14,0 | 10,5 |
| ПХБ 28 | 0,73 | 12,1 | 0,86 | 14,1 | 6,23 |
| ПХБ 52 | 0,92 | 9,1 | 1,26 | 12,4 | 10,2 |
| ПХБ 101 | 1,28 | 9,0 | 1,71 | 12,2 | 14,5 |
| ПХБ 118 | 0,60 | 8,8 | 0,74 | 10,8 | 6,86 |
| ПХБ 153 | 1,41 | 8,4 | 1,79 | 10,8 | 17,0 |
| ПХБ 138 | 1,30 | 8,9 | 1,62 | 11,4 | 14,8 |
| ПХБ 180 | 0,89 | 8,9 | 1,17 | 12,0 | 10,0 |
| p,p-DDT | 7,61 | 74,1 | 12,0 | 61,8 | 15,8 |
| p,p-DDE | 0,93 | 50,7 | 0,27 | 6,9 | 3,64 |
| Примечание – *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *x* –среднее значение. | | | | | |

**C.3 Межлабораторные испытания**

C.3.1 Описание испытаний

Статистическая оценка проводилась в соответствии со стандартами серии ISO 5725. Были использованы четыре образца, которые являются частью программы квалификации WEPAL, и распределены по 9 участвующим лабораториям. Каждый образец почвы должен быть извлечен три раза в соответствии с ISO 16751 и измерен в соответствии с аналитическими процедурами, доступными в лаборатории. Были использованы четыре образца почвы с различными свойствами почвы (таблица C.3) и содержанием органических загрязняющих веществ. Все используемые материалы были гомогенизированы и измельчены. Они были просеяны через сито 0,5 мм и распределены по горшкам, способным вместить 100 г почвы. Перед отправкой была проверена однородность распределения почвы в горшках с использованием предыдущих результатов испытаний и специального анализа общих концентраций в случайно выбранных 10 горшках. Участники представили свои результаты в электронном виде через www.wepal.nl.

Таблица C.3 — Консенсусные значения общих параметров почвы в анализируемых почвах

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Параметр почвы | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Глина, % | 21,2 | 8,82 | 31,0 | 12,9 |
| Органическое вещество (%) | 3,49 | 3,23 | 6,56 | 3,13 |
| Суммарное содержание ПАУ (мг/кг) | 13,2 | 80,5 | 15,2 | 40 |
| Минеральное масло (мг/кг) | 682 | 317 | 844 | 505 |
| Суммарное содержание ПХБ (мг/кг) | 0,286 | 0,172 | 0,74 | 0,015 |

В ISO 16751 для извлечения биодоступной фракции установлены два метода экстракции, с применением циклодекстрина и Tenax®. В проведении испытаний участвовали девять лабораторий, три из них применяли циклодекстрин, а остальные шесть использовали Tenax®. Эти цифры слишком малы, чтобы установить, есть ли разница между методами, особенно если разброс результатов высок, как наблюдалось в данном исследовании (рисунок C.1).

Бенз(а)пирен

Циклодекстрин Tenax®

Антрацен

Циклодекстрин Tenax®

Доступные ПАУ (мг/кг с. м.)

Доступные ПАУ (мг/кг с. м.)

Образец

Образец



Номер лаборатории

Номер лаборатории

Рисунок C.1 – Биодоступность антрацена и бенз(а)пирена.   
Результаты экстракции участвующими лабораториями четырех образцов   
с применением циклодекстрина и Tenax®

На рисунке C.1 показаны результаты измерения биодоступности для двух ПАУ, которые были проанализированы всеми лабораториями. Сравнимые результаты были получены для других проанализированных параметров. Первые три результата на рисунке C.1 были проанализированы с использованием циклодекстрина, а остальные шесть – с использованием Tenax®. Как уже упоминалось, вариация была относительно высокой, и результаты обоих методов экстракции являются частью одной и той же совокупности. Для общей статистической оценки не проводилось различий между двумя методами экстракции.

**C.3.2 Результаты по ПАУ**

Значения для всех ПАУ сообщили не все участники. Были оценены результаты по ПАУ с наибольшим числом участников и с различными кольцевыми системами. Результаты статистической оценки для ПАУ антрацен, бензо(а)антрацен, бензо(k)флуорантен, бенз(а)пирен представлены в таблицах C.4–C.6.

Таблица C.4 – Доступность ПАУ (результаты в мг/кг)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | Ant A | 9 | 27 | 0,0 | 40,4 | 27,0 | 7,47 | 66,7 | 18,5 |
| 2 | Ant A | 9 | 26 | 0,0 | 221 | 172 | 53,2 | 77,9 | 24,1 |
| 3 | Ant A | 9 | 26 | 0,0 | 102 | 93,8 | 51,5 | 91,5 | 50,2 |
| 4 | Ant A | 9 | 26 | 0,0 | 36,5 | 32,2 | 8,56 | 88,3 | 23,5 |
| 1 | BaA A | 9 | 27 | 0,0 | 142 | 56,5 | 28,5 | 39,7 | 20,0 |
| 2 | BaA A | 9 | 26 | 0,0 | 1302 | 480 | 224 | 36,8 | 17,2 |
| 3 | BaA A | 9 | 26 | 0,0 | 126 | 59,5 | 42,1 | 47,2 | 33,5 |
| 4 | BaA A | 9 | 27 | 0,0 | 191 | 86,2 | 36,0 | 45,2 | 18,8 |
| 1 | BkF A | 9 | 27 | 0,0 | 47,6 | 27,2 | 10,0 | 57,2 | 21,0 |
| 2 | BkF A | 9 | 27 | 11,1 | 368 | 109 | 47,1 | 29,5 | 12,8 |
| 3 | BkF A | 9 | 26 | 22,2 | 43,9 | 20,7 | 5,39 | 47,3 | 12,3 |
| 4 | BkF A | 9 | 27 | 0,0 | 78,5 | 33,3 | 15,2 | 24,4 | 19,3 |
| 1 | BaP A | 9 | 27 | 0,0 | 40,0 | 29,1 | 9,12 | 72,7 | 22,8 |
| 2 | BaP A | 9 | 27 | 11,1 | 174 | 56,0 | 18,2 | 32,2 | 10,5 |
| 3 | BaP A | 9 | 26 | 11,1 | 24,0 | 12,9 | 5,25 | 53,7 | 21,8 |
| 4 | BaP A | 9 | 27 | 0,0 | 43,3 | 22,8 | 9,55 | 52,6 | 22,1 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Таблица C.5 – Остаток ПАУ (результаты в мг/кг)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | Ant Res. | 7 | 21 | 14,3 | 336 | 121 | 32,8 | 36,0 | 9,8 |
| 2 | Ant Res. | 6 | 18 | 0,0 | 844 | 416 | 121 | 49,3 | 14,3 |
| 3 | Ant Res. | 7 | 20 | 14,3 | 1 018 | 469 | 127 | 46,1 | 12,5 |
| 4 | Ant Res. | 7 | 21 | 0,0 | 416 | 221 | 77,4 | 53,1 | 18,6 |
| 1 | BaA Res. | 7 | 21 | 0,0 | 751 | 352 | 67,5 | 46,9 | 9,0 |
| 2 | BaA Res. | 7 | 20 | 0,0 | 4 576 | 2 587 | 469 | 56,5 | 10,3 |
| 3 | BaA Res. | 7 | 20 | 0,0 | 748 | 444 | 160 | 59,4 | 21,4 |
| 4 | BaA Res. | 7 | 20 | 14,3 | 2 737 | 943 | 244 | 34,5 | 8,9 |
| 1 | BkF Res. | 7 | 21 | 14,3 | 405 | 107 | 19,5 | 26,5 | 4,9 |
| 2 | BkF Res. | 7 | 21 | 0,0 | 2 740 | 1 031 | 226 | 37,6 | 8,2 |
| 3 | BkF Res. | 7 | 20 | 0,0 | 464 | 198 | 76,5 | 42,6 | 16,5 |
| 4 | BkF Res. | 7 | 20 | 0,0 | 1 321 | 619 | 174 | 46,9 | 13,2 |
| 1 | BaP Res. | 7 | 21 | 0,0 | 582 | 278 | 87,2 | 47,8 | 15,0 |
| 2 | BaP Res. | 7 | 21 | 0,0 | 3 998 | 1 232 | 361 | 30,8 | 9,0 |
| 3 | BaP Res. | 7 | 20 | 0,0 | 603 | 210 | 101 | 34,9 | 16,7 |
| 4 | BaP Res. | 7 | 20 | 28,6 | 2 613 | 1 612 | 117 | 61,7 | 4,5 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Таблица C.6 – Доступность ПАУ (в % от общего количества)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | ANT %A | 7 | 21 | 14,3 | 8,24 | 4,99 | 1,79 | 60,6 | 21,7 |
| 2 | ANT %A | 6 | 18 | 0,0 | 17,9 | 9,24 | 6,78 | 51,5 | 37,8 |
| 3 | ANT %A | 7 | 20 | 0,0 | 9,16 | 10,3 | 7,26 | 113 | 79,2 |
| 4 | ANT %A | 7 | 20 | 28,6 | 4,81 | 3,66 | 1,47 | 76,2 | 30,7 |
| 1 | BaA %A | 7 | 21 | 0,0 | 16,8 | 9,17 | 3,75 | 54,7 | 22,4 |
| 2 | BaA %A | 7 | 20 | 0,0 | 32,5 | 31,2 | 3,94 | 95,9 | 12,1 |
| 3 | BaA %A | 7 | 20 | 14,3 | 13,9 | 8,88 | 2,46 | 63,9 | 17,7 |
| 4 | BaA %A | 7 | 20 | 0,0 | 6,59 | 4,36 | 1,88 | 66,2 | 28,6 |
| 1 | BkF %A | 7 | 21 | 0,0 | 9,66 | 5,66 | 2,27 | 58,6 | 23,5 |
| 2 | BkF %A | 7 | 21 | 14,3 | 11,59 | 4,22 | 2,17 | 36,5 | 18,7 |
| 3 | BkF %A | 7 | 20 | 14,3 | 7,57 | 4,16 | 1,77 | 55,0 | 23,4 |
| 4 | BkF %A | 7 | 20 | 0,0 | 6,06 | 3,71 | 1,57 | 61,2 | 26,3 |
| 1 | BaP %A. | 7 | 21 | 0,0 | 7,49 | 5,13 | 1,31 | 68,5 | 17,5 |
| 2 | BaP %A. | 7 | 21 | 14,3 | 4,35 | 1,96 | 0,84 | 44,9 | 19,4 |
| 3 | BaP %A. | 7 | 20 | 28,6 | 2,69 | 1,67 | 0,44 | 62,1 | 16,5 |
| 4 | BaP %A. | 7 | 20 | 14,3 | 1,49 | 1,26 | 0,32 | 84,2 | 21,3 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Значения повторяемости доступности выше, чем значения, полученные в опытной лаборатории (см. внутрилабораторные испытания). Повторяемость ПАУ в остатке лучше. Лаборатории имеют больший опыт в анализе почвы и меньший в анализе с применением Tenax® или циклодекстрина. Расчет биодоступности в процентах от общей концентрации не повлиял на воспроизводимость. Воспроизводимость доступной концентрации является наиболее важным фактором.

Поскольку использовались образцы WEPAL, можно получить представление о достоверности результатов. В таблице C.7 общее (доступное + остаток) сравнивается с консенсусным значением (среднее значение NDA), полученным после нескольких анализов образцов в квалификационных тестах WEPAL. Результаты сопоставимы, но, глядя на индивидуальные результаты, некоторые лаборатории могут улучшить их. На это также указывает *VC*R. Это значение составляет около 25 % в большинстве тестов WEPAL. Более высокие значения обнаружены для анализов остатка в этом исследовании. В этом исследовании процент доступных измерений относительно низок.

Таблица C.7 – Сравнение консенсусного значения WEPAL PT (среднее значение NDA) и общей концентрации отдельных ПАУ, измеренной во время валидации

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | NDA mean,  мг/кг | NDA s.d.,  мг/кг | NDA CV, % | x-av. Tot,  мкг/кг | s.d.,  мкг/кг | ***C***V,  % | Извле-чение, % |
| 1 | Ant. Tot. | 447 | 124 | 28 | 376 | 124 | 33 | 84.1 |
| 2 | Ant. Tot. | 1 238 | 349 | 28 | 1 064 | 450 | 42 | 86.0 |
| 3 | Ant. Tot. | 1 374 | 325 | 24 | 1 020 | 478 | 43 | 81.5 |
| 4 | Ant. Tot. | 670 | 152 | 23 | 452 | 223 | 49 | 67.5 |
| 1 | BaA Tot. | 992 | 182 | 18 | 894 | 357 | 40 | 90.1 |
| 2 | BaA Tot. | 6 750 | 1 053 | 16 | 5 878 | 2 631 | 45 | 87.1 |
| 3 | BaA Tot. | 1 010 | 219 | 22 | 874 | 448 | 51 | 86.5 |
| 4 | BaA Tot. | 3 590 | 466 | 13 | 2 928 | 947 | 32 | 81.6 |
| 1 | BkF Tot. | 546 | 79.4 | 15 | 453 | 111 | 25 | 82.9 |
| 2 | BkF Tot. | 3 440 | 717 | 21 | 3 108 | 1 036 | 33 | 90.3 |
| 3 | BkF Tot. | 585 | 119 | 20 | 508 | 199 | 39 | 86.9 |
| 4 | BkF Tot. | 1 940 | 263 | 14 | 1 400 | 620 | 44 | 72.1 |
| 1 | BaP Tot. | 826 | 115 | 14 | 622 | 278 | 45 | 75.3 |
| 2 | BaP Tot. | 4 630 | 790 | 17 | 4 172 | 1 232 | 30 | 90.1 |
| 3 | BaP Tot. | 672 | 110 | 16 | 627 | 210 | 34 | 93.3 |
| 4 | BaP Tot. | 3 457 | 367 | 11 | 2 657 | 1 612 | 61 | 76.8 |

**C.3.3 Результаты по ПХБ**

Были выбраны результаты ПХБ с наибольшим количеством участников: ПХБ 52, 101, 138 и 180 представлены в таблицах C.8–C.10.

Таблица C.8 – Доступность ПХБ (в мг/кг)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | PCB52A | 7 | 21 | 0,0 | 20,4 | 9,50 | 4,92 | 46,6 | 24,1 |
| 2 | PCB52A | 8 | 22 | 0,0 | 25,2 | 21,1 | 5,54 | 84,0 | 22,0 |
| 3 | PCB52A | 8 | 22 | 25,0 | 42,3 | 24,2 | 6,23 | 57,2 | 14,7 |
| 4 | PCB52A | 7 | 16 | 14,3 | 0,93 | 1,20 | 1,03 | 129 | 111 |
| 1 | PCB101A | 7 | 21 | 0,0 | 15,3 | 6,38 | 3,17 | 41,8 | 20,7 |
| 2 | PCB101A | 7 | 20 | 0,0 | 5,17 | 2,31 | 2,21 | 44,6 | 42,7 |
| 3 | PCB101A | 7 | 18 | 14,3 | 25,6 | 12,85 | 3,40 | 50,2 | 13,3 |
| 4 | PCB101A | 6 | 17 | 16,7 | 0,35 | 0,30 | 0,20 | 83,2 | 55,6 |

*Окончание таблицы C.8*

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | PCB138A | 7 | 21 | 0,0 | 7,19 | 3,21 | 1,54 | 44,7 | 21,4 |
| 2 | PCB138A | 7 | 21 | 0,0 | 2,63 | 1,58 | 0,85 | 60,3 | 32,4 |
| 3 | PCB138A | 7 | 20 | 0,0 | 10,3 | 6,51 | 3,35 | 63,0 | 32,5 |
| 4 | PCB138A | 6 | 17 | 0,0 | 1,45 | 1,66 | 1,02 | 114 | 70,6 |
| 1 | PCB180A | 7 | 21 | 0,0 | 1,84 | 1,06 | 0,46 | 57,4 | 25,3 |
| 2 | PCB180A | 7 | 21 | 14,3 | 1,09 | 0,74 | 0,28 | 68,4 | 25,6 |
| 3 | PCB180A | 7 | 19 | 0,0 | 2,28 | 1,61 | 1,52 | 70,6 | 66,8 |
| 4 | PCB180A | 6 | 18 | 0,0 | 0,99 | 1,26 | 1,02 | 127 | 103 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Таблица C.9 – Остаток ПХБ (в мг/кг)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | PCB52R | 6 | 18 | 0.0 | 26,8 | 8,16 | 3,88 | 30,5 | 14,5 |
| 2 | PCB52R | 6 | 18 | 0.0 | 48,8 | 31,4 | 6,84 | 64,3 | 14,0 |
| 3 | PCB52R | 5 | 15 | 0.0 | 86,5 | 38,3 | 7,63 | 44,3 | 8,83 |
| 4 | PCB52R | 5 | 15 | 20.0 | 2,97 | 3,01 | 2,54 | 101 | 85,5 |
| 1 | PCB101R | 5 | 15 | 0.0 | 31,9 | 11,7 | 3,83 | 36,5 | 12,0 |
| 2 | PCB101R | 5 | 15 | 0.0 | 19,7 | 7,11 | 2,40 | 36,1 | 12,2 |
| 3 | PCB101R | 5 | 15 | 0.0 | 89,7 | 41,0 | 5,44 | 45,7 | 6,07 |
| 4 | PCB101R | 4 | 12 | 0.0 | 1,74 | 1,19 | 1,06 | 68,2 | 60,7 |
| 1 | PCB138R | 6 | 18 | 16.7 | 21,6 | 9,23 | 1,08 | 42,7 | 4,99 |
| 2 | PCB138R | 5 | 14 | 0.0 | 12,2 | 2,89 | 1,19 | 23,7 | 9,76 |
| 3 | PCB138R | 6 | 18 | 16.7 | 52,1 | 4,12 | 4,71 | 7,91 | 9,05 |
| 4 | PCB138R | 4 | 12 | 0.0 | 2,68 | 1,27 | 0,97 | 47,2 | 36,2 |
| 1 | PCB180R | 5 | 15 | 0.0 | 17,4 | 7,31 | 3,05 | 42,1 | 17,6 |
| 2 | PCB180R | 5 | 14 | 0.0 | 10,2 | 4,95 | 3,00 | 48,4 | 29,3 |
| 3 | PCB180R | 6 | 18 | 0.0 | 39,8 | 13,4 | 4,50 | 33,6 | 11,3 |
| 4 | PCB180R | 4 | 12 | 25.0 | 4,91 | 1,57 | 1,23 | 32,0 | 25,0 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Таблица C.10 – Доступность ПХБ (в % от общего количества)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | *L* | *N* | %  выбросов | *x,*  мкг/кг с. м. | *S*R,  мкг/кг с. м. | *S*r,  мкг/кг с. м. | *C*V,R,  % | *C*V,r,  % |
| 1 | PCB52 %A | 5 | 15 | 0,0 | 38,9 | 12,0 | 6,42 | 30,7 | 16,5 |
| 2 | PCB52 %A | 6 | 18 | 0,0 | 30,5 | 9,33 | 7,96 | 30,6 | 26,1 |
| 3 | PCB52 %A | 6 | 17 | 16,7 | 44,2 | 35,1 | 2,83 | 79,4 | 6,4 |
| 4 | PCB52 %A | 5 | 15 | 0,0 | 17,1 | 9,90 | 3,85 | 58,0 | 22,5 |
| 1 | PCB101 %A | 5 | 15 | 0,0 | 34,3 | 9,48 | 6,41 | 27,6 | 18,7 |
| 2 | PCB101 %A | 5 | 15 | 20,0 | 21,6 | 6,00 | 4,07 | 27,8 | 18,8 |
| 3 | PCB101 %A | 5 | 14 | 0,0 | 24,1 | 11,1 | 3,47 | 44,1 | 13,8 |
| 4 | PCB101 %A | 4 | 11 | 0,0 | 13,8 | 11,3 | 10,02 | 81,7 | 72,7 |
| 1 | PCB138 %A | 5 | 15 | 0,0 | 22,3 | 7,33 | 3,56 | 32,8 | 16,0 |
| 2 | PCB138 %A | 5 | 14 | 0,0 | 13,6 | 7,70 | 5,05 | 56,4 | 37,0 |
| 3 | PCB138 %A | 5 | 14 | 0,0 | 14,0 | 6,32 | 3,48 | 45,1 | 24,9 |
| 4 | PCB138 %A | 4 | 12 | 25,0 | 17,4 | 14,6 | 16,6 | 84,2 | 95,7 |
| 1 | PCB180 %A | 5 | 15 | 20,0 | 7,22 | 4,02 | 2,22 | 55,7 | 30,8 |
| 2 | PCB180 %A | 5 | 14 | 20,0 | 5,94 | 4,03 | 1,88 | 67,9 | 31,7 |
| 3 | PCB180 %A | 5 | 14 | 20,0 | 4,71 | 2,53 | 0,85 | 53,6 | 18,0 |
| 4 | PCB180 %A | 4 | 12 | 20,0 | 7,64 | 5,75 | 2,97 | 75,3 | 38,8 |
| Примечание – *L* – количество лабораторий после устранения выбросов; *N* - количество результатов; *x* – среднее значение; *SR* – стандартное отклонение воспроизводимости; *Sr* – стандартное отклонение повторяемости; *CV*,R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости; *CV*,r – относительное стандартное отклонение повторяемости. | | | | | | | | | |

Результаты ПХБ сопоставимы с результатами ПАУ. Образец 4 является исключением, но концентрации в этом образце очень низкие. Расчет биодоступной фракции в процентах оказывает положительное влияние на воспроизводимость.

В таблице C.11 результаты отдельных ПХБ сравниваются с консенсусными значениями WEPAL PT. Большинство результатов выше 100. Извлечение ПХБ52 в образце 4 чрезвычайно высоко, и этот результат не является надежным. Коэффициенты вариации в исследовании валидации выше, чем полученные в тестах квалификации WEPAL, что показывает, что и для этих параметров лаборатория может улучшиться.

Таблица C.11 – Сравнение консенсусного значения WEPAL PT (среднее значение NDA) и общей концентрации отдельных ПХБ, измеренной во время валидации

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Обра-зец | Элемент | NDA mean,  мг/кг | NDA s.d.,  мг/кг | NDA CV, % | x-av. Tot,  мкг/кг | s.d.,  мкг/кг | ***C***V,  % | Извле-чение, % |
| 1 | PCB52 | 45,1 | 10,7 | 24 | 47,1 | 12,5 | 27 | 105 |
| 2 | PCB52 | 48,3 | 12,5 | 26 | 73,9 | 37,8 | 51 | 153 |
| 3 | PCB52 | 123 | 27,6 | 22 | 129 | 45,3 | 35 | 105 |
| 4 | PCB52 | 1,02 | 0,95 | 94 | 3,91 | 3,24 | 83 | 383 |
| 1 | PCB101 | 52,9 | 7,87 | 15 | 47,2 | 13,3 | 28 | 89 |
| 2 | PCB101 | 23,0 | 5,72 | 25 | 24,8 | 7,47 | 30 | 108 |
| 3 | PCB101 | 122 | 23,8 | 20 | 115 | 42,9 | 27 | 95 |
| 4 | PCB101 | 1,56 | 0,44 | 28 | 2,10 | 1,22 | 58 | 134 |
| 1 | PCB138 | 29,1 | 8,32 | 29 | 28,8 | 9,77 | 34 | 99 |
| 2 | PCB138 | 13,9 | 3,79 | 27 | 14,8 | 3,30 | 22 | 107 |
| 3 | PCB138 | 62,6 | 18,4 | 29 | 62,4 | 7,70 | 12 | 100 |
| 4 | PCB138 | 3,65 | 0,95 | 26 | 4,13 | 2,09 | 51 | 113 |
| 1 | PCB180 | 16,2 | 2,13 | 13 | 19,2 | 7,38 | 39 | 119 |
| 2 | PCB180 | 9,75 | 2,20 | 23 | 11,3 | 5,01 | 44 | 116 |
| 3 | PCB180 | 39,9 | 7,55 | 19 | 42,0 | 13,5 | 32 | 105 |
| 4 | PCB180 | 3,69 | 0,71 | 19 | 5,90 | 2,01 | 34 | 160 |

**Приложение ДА**

**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам**

Таблица ДА.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень  соответствия | Обозначение и наименование  соответствующего национального стандарта |
| ISO 11074 | – | \* |
| ISO 11465 | IDT | ГОСТ ISO 11465–2025 «Качество почвы. Определение массовой доли сухого вещества и массового отношения влаги гравиметрическим методом» |
| ISO 14507 | IDT | ГОСТ ISO 14507–2015 «Качество почвы. Предварительная подготовка проб для определения органических загрязняющих веществ» |
| ISO 18512 | – | \* |
| \* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.  Примечание– В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:  - IDT – идентичные стандарты. | | |

**Библиография**

[1] ISO 12782-1:2012, *Soil quality — Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials — Part 1: Extraction of amorphous iron oxides and hydroxides with ascorbic acid* (Качество почвы. Параметры для геохимического моделирования выщелачивания и видообразование составляющих в почве и материалах. Часть 1. Экстракция аморфных оксидов гидроксидов железа аскорбиновой кислотой)

[2] ISO 13859, *Soil quality — Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)* (Качество почвы. Определение содержания полициклических ароматических углеводородов с использованием газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии)

[3] ISO 13876, *Soil quality — Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)* (Качество почвы. Определение полихлорированных бифенилов методом газовой хроматографии с масс-селективным обнаружением и газовой хроматографии с электрозахватным детектором)

[4] ISO 16720, Soil quality — *Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis* (Качество почвы. Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки для последующего анализа)

[5] ISO 17402, *Soil quality — Requirements and guidance for the selection and application of methods for the assessment of bioavailability of contaminants in soil and soil materials* (Качество почвы. Требования и руководство по выбору и применению методов оценки биодоступности загрязняющих веществ в почве и почвенной массе)

[6] ISO/TS 17924, *Soil quality — Assessment of human exposure from ingestion of soil and soil material — Guidance on the application and selection of physiologically based extraction methods for the estimation of the human bioaccessibility/bioavailability of metals in soil* (Качество почвы. Оценка воздействия на человека почвы и почвенного материала в результате заглатывания. Руководство по применению и выбору физиологически обоснованных методов экстракции для оценки биодоступности/бионакопления металлов из почвы в тканях человека)

[7] ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods* (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

[8] Semple KT, Morriss AWJ, Paton GI. 2003. Bioavailability of hydrophobic organic contaminants in soils: fundamental concepts and techniques for analysis// European Journal of Soil Science 54, 809-818

[9] Ortega-Calvo J.J., Harmsen J., Parsons J.R., Semple K.T., Aitken M.D., Ajao C., Eadsforth C., Galay-Burgos M., Naidu R., Oliver R., Peijnenburg W.J.G.M., Römbke J., Streck G., Versonnen B. 2015. From Bioavailability Science to Regulation of Organic Chemicals// Environ. Sci. Technol. 2015, 49, 10255−10264

[10] Bernhardt C., Derz K., Kördel W., Terytze K. 2013. Applicability of non-exhaustive extraction procedures with Tenax and HPCD// J. Hazard. Mat. 261, 711-717

[11] van Vark W., Klopstra E., Harmsen J., 2018. Validation of ISO 16751 Soil Quality -Environmental availability of non-polar organic compounds — Determination of the potentially bioavailable fraction and the non-bioavailable fraction using a strong adsorbent or complexing agent. Wageningen, Wageningen Environmental Research. Wageningen UR (University & Research Centre), Report 2919. Available from: http://edepot.wur.nl/465000 [Viewed 2019-04-10]

|  |
| --- |
| УДК 006.86:006.354 ОКС 13.080.30  Ключевые слова: экологическая доступность, неполярные органические соединения, биодоступность, циклодекстрин, адсорбент Tenax**®** |

1. ) Tenax® является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация предоставлена для удобства пользователей данного стандарта и не является одобрением ISO этого продукта. [↑](#footnote-ref-1)
2. ) *Ошибка оригинала стандарта ISO 16751:2020 в ссылке на пункт. Следует читать 7.4.3.* [↑](#footnote-ref-2)