ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52909— 2008

МИШЕНИ ДЛЯ СТЕНДОВОЙ СТРЕЛЬБЫ И СПОРТИНГА

Общие технические условия

Издание официальное

БЗ 1—2008/504

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» при участии ОАО «Новолипецкий металлургический комбинат»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 384 «Гражданское и служебное оружие и патроны к нему»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 марта 2008 г. № 54-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2008

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Классификация 2
5 Технические требования 2
6 Правила приемки 6
7 Методы контроля 7
8 Транспортирование и хранение 8
9 Требования безопасности и охраны окружающей среды 8
Приложение А (обязательное) Метод испытания мишеней «Стандартная» и «Флэш» на прочность . 9
Приложение Б (обязательное) Метод испытания мишеней на разрушаемость 10
Приложение В (обязательное) Методика выполнения измерений массовой доли 16 приоритетных полиядерных ароматических углеводородов 12
Приложение Г (справочное) Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм . 21
Приложение Д (рекомендуемое) Пример обработки и представления результатов определения массовой доли 16 индивидуальных приоритетных ПАУ и суммы ПАУ 26
Библиография 27

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МИШЕНИ ДЛЯ СТЕНДОВОЙ СТРЕЛЬБЫ И СПОРТИНГА

Общие технические условия

Targets for stand shooting and sporting. General specifications

Дата введения — 2008—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мишени, предназначенные для стендовой стрельбы и ее разновидности — спортинга, объединяющего все спортивно-охотничьи дисциплины — стрельбу по летящим по воздуху и движущимся по земле мишеням, имитирующим полет птиц и бег зверей (далее — мишени).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.568—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ 12.3.009—76 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 17.0.0.01—76 Система стандартов в области охраны природы и улучшения использования природных ресурсов. Основные положения

ГОСТ 162—90 Штангенглубиномеры. Технические условия

ГОСТ 164—89 Штангенрейсмассеры. Технические условия

ГОСТ 166—89 Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 7376—89 Картон гофрированный. Общие технические условия

ГОСТ 9142—90 Ящики из гофрированного картона. Общие технические условия

ГОСТ 9147—90 Посуда фарфоровая. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10905—86 Плиты поверочные и разметочные. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 18321—73 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 26996—86 Полипропилен и сополимеры пропилена. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **мишень:** Диск ступенчатой конфигурации, изготавливаемый из смеси связующего наполнителя и добавок на штамповочной машине, выбрасываемый метательной машинкой и разрушающийся при попадании в него заряда или части заряда дроби.

3.2 **облой:** Дефект изделия в виде сплошного или прерывистого выступа на ребре (кромке), образовавшийся в процессе штамповки (заусенец).

3.3 **трещина:** Дефект изделия в виде нарушения его целостности.

3.4 **усадочная раковина:** Дефект изделия в виде углубления неправильной формы на поверхности изделия.

3.5 **скол:** Дефект изделия в виде углубления с четкими краями.

3.6 **недолив:** Дефект изделия, вызванный неполным заполнением пресс-формы материалом мишени.

4 Классификация

4.1 Мишени по способу движения подразделяют на следующие типы:
- мишени, летящие по воздуху и имитирующие полет птиц, — тип I;
- мишени, катящиеся по земле и имитирующие бег дичи, — тип II.

4.2 К мишеням типа I относятся следующие типы мишеней, отличающиеся размерами и массой:
- «Стандартная»;
- «Бату»;
- «Мини»;
- «Миди»;
- «Флэш».

4.2.1 Мишень типа «Флэш» представляет собой разновидность мишени типа «Стандартная» с помещенной в купольной или донной части мишени дозой порошкообразного пигмента, который создает яркое облачко в воздухе при попадании в мишень.

4.3 К мишеням типа II относятся следующие типы мишеней, отличающиеся размерами и массой:
- «Заяц Л»;
- «Заяц А»;
- «Заяц И».

4.4 Мишени могут быть неокрашенными, окрашенными с одной или двух сторон.

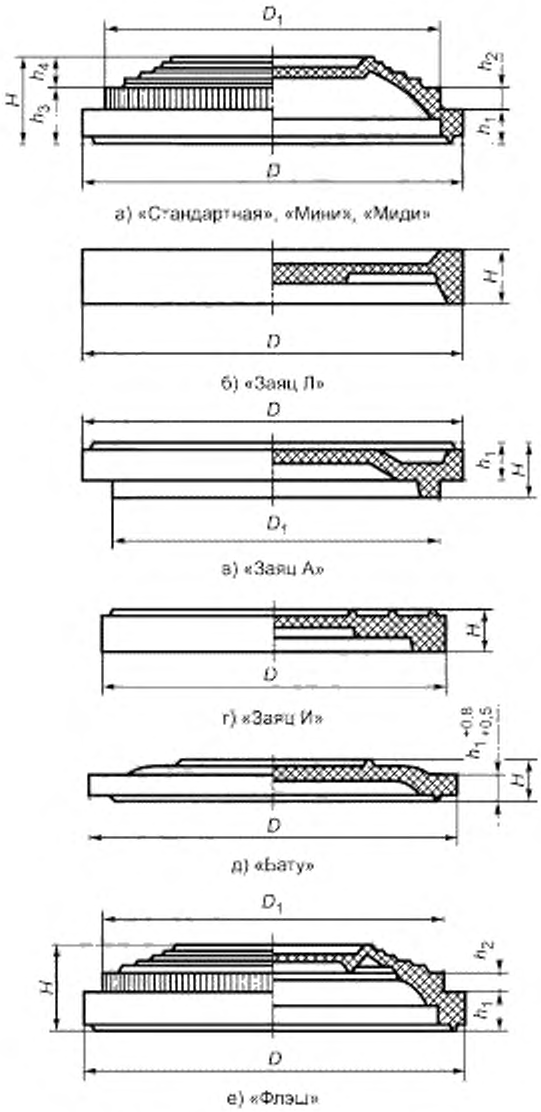
Примечание — Допускается изготовление мишеней новых видов по согласованию со Стрелковым Союзом России.

5 Технические требования

5.1 Мишени изготавливают методом штампования из смеси связующего, наполнителя и добавок в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке, и, при необходимости, окрашивают.

5.2 Основные показатели и/или характеристики (свойства)

5.2.1 Типы, основные размеры и масса мишеней приведены на рисунке 1 и в таблице 1.



а) «Стандартная», «Мини», «Миди»

б) «Заяц Л»

в) «Заяц А»

г) «Заяц И»

д) «Бату»

е) «Флэш»

Рисунок 1 — Типы мишеней

Таблица 1 — Основные размеры и масса мишеней

Параметры	Основные размеры для мишеней							
	«Стандартная»	«Мини»	«Миди»	«Заяц Л»	«Заяц А»	«Заяц И»	«Бату»	«Флэш»
Номер позиции на рисунке 1	а)	а)	а)	б)	в)	г)	д)	е)
Диаметр основания D, мм	110 ± 1	60,0 ± 0,5	90 ± 1	110 ± 1	110 ± 1	98,8 ± 1,0	107 ± 1	110 ± 1
Диаметр кольца D_1, мм	96,5 ± 1,5	52 ± 1	79 ± 1	—	94 ± 1	—	—	96,5 ± 1,5

Окончание таблицы 1

Параметры	Основные размеры для мишеней							
	«Стандартная»	«Мини»	«Миди»	«Заяц Л»	«Заяц А»	«Заяц И»	«Бату»	«Флэш»
Высота общая H, мм	25,5 ± 0,5	18,8 ± 0,5	23,5 ± 0,5	16,0 ± 0,5	16,0 ± 0,5	12,0 ± 0,5	10,5 ± 0,5	25,5 ± 0,5
Высота основания h_1, мм	11 ± 1	10 ± 1	11 ± 1	—	11,0 ± 0,5	—	6,5 ± 0,5	11 ± 1
Высота кольца h_2, мм	7 ± 1	5 ± 1	6,5 ± 1,0	—	—	—	—	7 ± 1
Высота основания и кольца h_3*, мм	18 ± 1	—	—	—	—	—	—	—
Высота купола h_4*, мм	8 ± 1	—	—	—	—	—	—	—
Масса, г	105 ± 5	30 ± 2	70 ± 4	120 ± 5	115 ± 5	110 ± 5	90 ± 5	109 ± 5
* Размеры определяются технологической оснасткой. Остальные размеры — по усмотрению изготовителя.								

5.2.2 Для сохранения траектории полета мишени типов «Стандартная», «Мини», «Миди» и «Флэш» разница между минимальной и максимальной высотой основания не должна превышать 0,3 мм.

5.2.3 На поверхности мишеней не должно быть дефектов: сколов размером более 3 × 5 мм, трещин, недоливов, усадочных раковин глубиной более 1 мм и облоя высотой более 0,5 мм. Виды и число дефектов, допускаемых на поверхности мишеней, приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Виды и число дефектов

Наименование дефектов	Число дефектов
Скол размером 3 × 5 мм, не более	3
Трещины	Не допускаются
Недоливы	Не допускаются
Усадочные раковины по ободу глубиной 1 мм, не более	3
Облой высотой более 0,5 мм	Не допускается
Деформация	Не допускается
Дефекты окраски (шелушение, неравномерность покрытия, сползание краски и наличие непокрытых мест)	Не допускаются

5.2.4 Наличие деформаций мишеней, выраженных в нарушении плоскостности, не допускается.

5.2.5 Уклон по высоте основания в двух диаметрально противоположных точках мишени типа «Бату» должен быть 0,5—0,8 мм.

5.2.6 Мишени типов «Стандартная» и «Флэш» должны выдерживать статическую нагрузку на кольцо с насечкой мишени в радиальном направлении, равную 350^{+3} Н ($35,0^{+0,3}$ кгс). По согласованию с потребителем статическая нагрузка может быть изменена в пределах 320—360 Н (32—36 кгс).

5.2.7 Мишени должны легко разбиваться с помощью прибора маятникового типа при ударе о мишень свободно движущегося металлического шарика массой (70 ± 1) г, подвешенного на шнуре длиной 1000 мм из положения, соответствующего его отклонению на угол 35° ± 2° от вертикали.

5.3 Маркировка

5.3.1 На поверхность каждой мишени должна быть нанесена маркировка. Вид маркировки согласовывают с потребителем.

5.3.2 На каждую потребительскую тару должна быть нанесена маркировка, в которой указывают:

- наименование изделия;
- число, шт.;
- тип окраски;

- обозначение настоящего стандарта;
- манипуляционные знаки «Хрупкое. Осторожно»; «Верх»; «Крюками не брать».

5.3.3 Каждый транспортный пакет, поставляемый отдельной грузовой единицей, должен быть снабжен ярлыком, в котором указывают:

- дату изготовления;
- тип изделия;
- число, шт.;
- тип окраски;
- обозначение настоящего стандарта.

5.3.4 Каждая отгружаемая партия изделий должна сопровождаться документом, удостоверяющим их качество, в котором указывают:

- номер и дату выдачи документа;
- наименование и адрес предприятия-изготовителя;
- тип продукции;
- номер партии;
- число, шт.;
- тип окраски;
- обозначение настоящего стандарта.

По требованию потребителя изготовитель отдельно предоставляет копию документа, подтверждающего экологическую безопасность мишени.

5.3.5 Транспортная маркировка грузов — по ГОСТ 14192.

5.4 Упаковка

5.4.1 Мишени упаковывают согласно технологическому регламенту, разработанному и утвержденному в установленном порядке.

5.4.2 Мишени укладывают стопами в ящики по ГОСТ 9142 из гофрированного картона по ГОСТ 7376 с картонными перегородками. Укладка мишеней в гофрокартонные ящики и ящиков на поддоны должна быть плотной, исключающей взаимное перемещение стоп мишеней в ящике и ящиков в транспортном пакете.

5.4.3 Формирование транспортных пакетов — по ГОСТ 26663, при этом ящики допускается укладывать не более чем в пять ярусов.

5.4.4 Допускается упаковывание транспортного пакета стретч-пленкой с утяжкой пакета на паллетоупаковщике. При этом поперечные обвязки полипропиленовой лентой по ГОСТ 26996 допускается не выполнять.

5.5 Требования, обеспечивающие экологическую безопасность мишеней

Массовая доля вредных веществ в мишенях не должна превышать предельно допустимых значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Предельно допустимые значения массовой доли вредных веществ (ПАУ)

Наименование вредных веществ	Суммарное предельно допустимое значение массовой доли, млн$^{-1}$ (ppm)
Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), в том числе: Нафталин Аценафтилен Аценафтен Флуорен Антрацен Фенантрен Флуорантен Пирен Бенз(а)антрацен Хризен Бенз(b)флуорантен Бенз(k)флуорантен Бензо(а)пирен Бенз(g, h, i)перилен Индено(1, 2, 3-cd)пирен Дибенз(а, h)антрацен	30
Бенз(а)пирен	5

6 Правила приемки

6.1 Мишени принимают партиями. Партией считают мишени одного типа, изготовленные в одном технологическом режиме, на одной штамповочной машине. Объем партии мишеней не должен превышать 150000 шт.

6.2 Для проверки соответствия мишеней требованиям настоящего стандарта предприятие-изготовитель проводит приемо-сдаточные и периодические испытания.

6.3 Приемо-сдаточные испытания

6.3.1 Образцы для приемо-сдаточных испытаний отбирают из каждой партии методом случайного отбора в соответствии с ГОСТ 18321.

6.3.2 План контроля и объем выборки мишеней приведены в таблице 4.

Таблица 4 — План контроля мишеней

Объем партии, шт.	Общий объем выборки, шт.
До 20000	15
Св. 20000 до 80000 вкл.	63
Св. 80000 до 150000 вкл.	150
Примечание — Выборка должна состоять из образцов мишеней, отобранных с каждой пресс-формы штамповочной машины.	

6.3.3 Приемку мишеней проводят путем проведения приемо-сдаточных испытаний по следующим показателям:

- геометрические размеры (диаметр основания, высота основания, высота мишеней);
- масса мишеней;
- внешний вид (наличие дефектов штамповки и окраски);
- уклон (для мишеней типа «Бату»);
- прочность мишеней типов «Стандартная», «Флэш»;
- разрушаемость мишеней.

План контроля в зависимости от объема партии приведен в таблице 5.

Таблица 5 — План контроля

Контролируемый параметр	Объем партии, шт.					
	До 20000		Св. 20000 до 80000 включ.		Св. 80000 до 150000 включ.	
	Число контролируемых мишеней	Приемочное число	Число контролируемых мишеней	Приемочное число	Число контролируемых мишеней	Приемочное число
Внешний вид	15	3	63	6	150	15
Геометрические размеры	5	0	21	0	50	0
Масса	5	1	21	4	50	10
Прочность	10	2	42	8	100	20
Разрушаемость	5	1	21	4	50	10

6.4 Если число дефектных мишеней в выборке по одному признаку менее приемочного числа, то партию мишеней принимают. Если число дефектных мишеней в выборке по одному признаку превышает приемочное число, проводят вторую выборку в двойном объеме.

Партию мишеней принимают, если число дефектных мишеней во второй выборке по одному признаку менее или равно удвоенному приемочному числу, и бракуют, если число дефектных мишеней по одному признаку превышает удвоенное приемочное число.

6.5 Периодические испытания

6.5.1 Предприятие-изготовитель проводит периодические испытания мишеней на экологическую безопасность (содержание ПАУ).

Испытаниям подвергают любой тип мишеней (не менее трех), изготовленных из одного вида сырья, но не реже чем один раз в год.

Результаты испытаний распространяют на все типы мишеней, изготовленных из одного вида сырья.

6.6 Потребитель имеет право проводить выборочный контроль соответствия мишеней требованиям настоящего стандарта.

7 Методы контроля

7.1 Контроль мишеней на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят внешним осмотром, измерением параметров и испытаниями на специальных приборах. Испытания проводят последовательно в соответствии с 7.2—7.6.

7.2 Измерение геометрических размеров изделий

7.2.1 Средства измерений

Металлическая линейка по ГОСТ 427.

Штангенциркуль по ГОСТ 166 типа ШЦ-1.

Штангенглубиномер по ГОСТ 162 типа ШГ.

Штангенрейсмасс по ГОСТ 164 типа ШР.

Допускается применение других средств измерений, по точности не уступающих требованиям указанных выше стандартов.

7.2.2 Подготовка к испытанию

Перед проведением испытаний мишени выдерживают в неупакованном виде при комнатной температуре в течение не менее 2—3 ч.

7.2.3 Проведение испытаний

Минимальную и максимальную высоту основания мишени измеряют в четырех диаметрально противоположных равноудаленных друг от друга точках. Мишень помещают для измерений на поверочную плиту, измерения проводят штангенрейсмассом.

Проводят два измерения диаметра во взаимно-перпендикулярных направлениях. Измерения проводят штангенциркулем.

Высоту мишени измеряют в двух диаметрально противоположных точках.

За результат измерения принимают абсолютное значение результатов измерения геометрического размера, выраженное в миллиметрах, оканчивающееся цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого отклонения.

7.3 Массу мишени проверяют взвешиванием на электронных весах по ГОСТ 24104 с погрешностью не более ± 0,5 г.

7.4 Проверка внешнего вида мишеней

7.4.1 Внешний вид мишеней проверяют визуальным осмотром, с помощью которого определяют:

- отсутствие дефектов штамповки;
- отсутствие дефектов окраски;
- число мишеней в ящике и отсутствие слипаемости мишеней между собой.

7.4.2 Размеры сколов, облоя определяют их измерением штангенциркулем типа ШЦ-1 по ГОСТ 166 или металлической измерительной линейкой по ГОСТ 427.

Скол (отбитость) ребра выражают в миллиметрах и измеряют ширину отбитости в наиболее широкой части.

Размеры облоя определяют измерением штангенциркулем типа ШЦ-1 по ГОСТ 166.

За результат измерения принимают абсолютное значение результатов измерения геометрического размера, выраженное в миллиметрах, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого отклонения.

7.4.3 Глубину усадочной раковины измеряют один раз в наиболее глубоком месте раковины, определяемом визуально, штангенглубиномером типа ШГ по ГОСТ 162.

Штангенглубиномер типа ШГ устанавливают рамкой на обод мишени, прижимая рамку к верхней поверхности обода, опускают измерительную штангу в усадочную раковину и проводят отсчет по шкале измерительной поверхности штанги.

За результат измерения принимают абсолютное значение результатов измерения геометрического размера, выраженное в миллиметрах, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого отклонения.

7.4.4 Плоскостность определяют визуально по плотному прилеганию опорной поверхности мишени к поверочной плите по ГОСТ 10905.

7.4.5 Контроль слипаемости мишеней проводят разъединением изделий, уложенных в стопу. Мишени должны свободно разъединяться между собой.

Слипаемость мишеней проверяют поднятием сформированной стопки мишеней за обод второй снизу мишени. При этом нижняя мишень должна свободно отделяться от стопки. После этого подъем стопки мишеней производится за следующую по высоте мишень.

7.5 Метод определения прочности — в соответствии с приложением А.

7.6 Метод испытания мишеней на разрушаемость — в соответствии с приложением Б.

7.7 Методы контроля экологической чистоты мишеней

Методика проведения измерений массовой доли полиядерных ароматических углеводородов (ПАУ) приведена в приложении В. Отбор образцов для проведения испытаний — в соответствии с приложением В.

8 Транспортирование и хранение

8.1 В зависимости от размера отгружаемой партии, требований заказчика и вида транспорта мишени допускается транспортировать гофрокартонными ящиками или транспортными пакетами (на поддонах), укладываемыми в универсальные контейнеры или непосредственно в кузов транспортного средства.

8.2 Упакованные мишени перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки на транспорте конкретного вида. При транспортировании и складировании не допускаются давление и удары ящиков и пакетов с мишенями. При температуре окружающей среды более 40 °С транспортирование в металлических контейнерах не допускается.

8.3 Мишени должны храниться на складе в упакованном виде при температуре не выше 40 °С на расстоянии не ближе 1 м от отопительных приборов.

Ящики с мишенями следует укладывать не более чем в пять ярусов по высоте.

Готовые транспортные пакеты до отгрузки потребителям допускается хранить с установкой их в два яруса. При этом на верхнюю плоскость нижнего транспортного пакета должна укладываться прокладка из фанеры толщиной не менее 10 мм, полностью закрывающая эту плоскость.

8.4 При хранении, транспортировании и применении мишеней следует избегать продолжительного воздействия на них прямых солнечных лучей.

8.5 Мишени типа «Флэш» должны храниться в сухом отапливаемом помещении, при относительной влажности воздуха не более 60 %.

9 Требования безопасности и охраны окружающей среды

9.1 Мишени должны быть пожаро- и взрывобезопасными.

9.2 При соблюдении правил транспортирования, хранения и применения мишеней не должны выделяться вредные и токсичные вещества, пыление должно отсутствовать.

9.2.1 Должны соблюдаться следующие требования, обеспечивающие экологическую безопасность мишеней: массовая доля вредных веществ в мишенях не должна превышать предельно допустимых значений, приведенных в таблице 3.

9.3 При погрузочно-разгрузочных работах следует соблюдать общие требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

9.4 При применении мишеней должны соблюдаться требования охраны окружающей среды по ГОСТ 17.0.0.01.

9.4.1 Бой мишеней со стрельбищ должен утилизироваться как твердые бытовые отходы.

Приложение А
(обязательное)

Метод испытания мишеней «Стандартная» и «Флэш» на прочность

А.1 Условия проведения испытаний

При проведении измерений соблюдают следующее условие: температура воздуха в рабочем помещении не должна превышать 40 °С.

А.2 Метод испытаний

Испытания мишеней типа «Стандартная» и «Флэш» проводят на специальном приборе приложением статической нагрузки *Р* на кольцо с насечкой мишени в радиальном направлении, равной 350 Н (35 кгс).

По требованию потребителя контрольная нагрузка может быть изменена и находиться в пределах 320—360 Н (32—36 кгс).

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Прибор для статических испытаний мишеней, обеспечивающий установление радиальной нагрузки 320 Н (32 кгс) с погрешностью не более 2 %, аттестованный по ГОСТ Р 8.568.

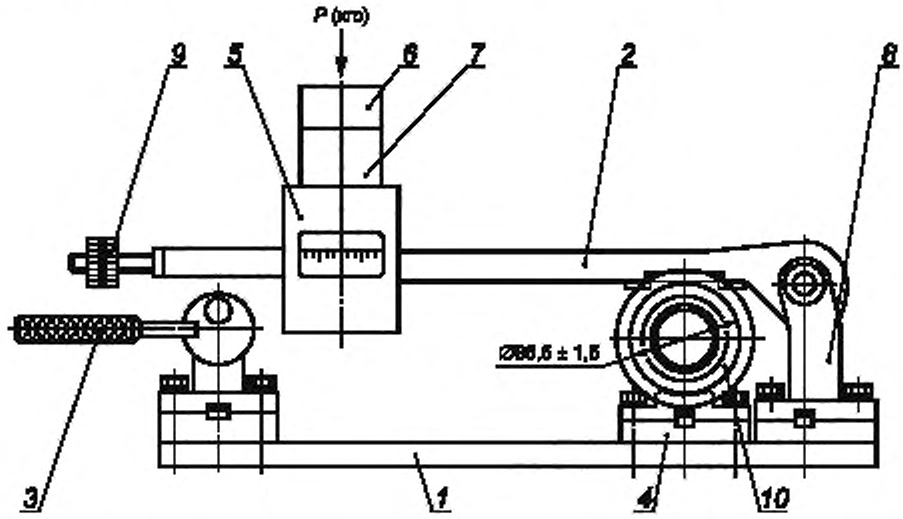
Набор дополнительных грузов, обеспечивающих изменение нагрузки на 10, 20 и 30 Н (1, 2, 3 кгс).

А.4 Подготовка к проведению испытаний

Проводят подготовку прибора согласно руководству по эксплуатации.

А.5 Порядок проведения испытаний

Испытания проводят следующим образом (см. рисунок А.1): при поднятом рычаге *2* с грузом помещают испытуемый образец *10* кольцом с насечкой на опору *4* и плавно опускают рычаг с грузом на мишень, повернув рукоятку с эксцентриком *3* в левое горизонтальное положение.



1 — основание прибора; *2* — рычаг; *3* — эксцентрик с ручкой, *4* — опора, *5* — контргруз; *6*, *7* — дополнительный контргруз; *8* — кронштейн; *9* — гайки-контргрузов; *10* — мишень

Рисунок А.1 — Прибор для статических испытаний мишеней

В случае необходимости испытания мишеней приложением большей нагрузки (350, 360 Н) на контргруз прибора *5* устанавливают дополнительные грузы *6* или *7*.

Число образцов для проведения испытаний — согласно выборке по таблицам 4, 5.

А.6 Обработка результатов испытаний

Мишень, выдержавшая прилагаемую нагрузку, считается прошедшей испытания. Если мишень треснула или разрушилась, считают, что мишень не выдержала испытания.

Приложение Б
(обязательное)

Метод испытания мишеней на разрушаемость

Б.1 Условия проведения испытаний

При проведении измерений соблюдают следующее условие:
температура воздуха в рабочем помещении не должна превышать 40 °С.

Б.2 Метод испытаний

Нанесение удара по мишени металлическим шариком массой (70 ± 1) г, подвешенным на капроновой нити длиной 1000 мм.

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Прибор для проверки разрушаемости мишеней, аттестованный по ГОСТ Р 8.568.

Б.4 Подготовка к проведению испытаний

Проводят подготовку прибора согласно руководству по эксплуатации.
Перед испытанием образцы мишеней проверяют на отсутствие трещин и сколов.

Б.5 Порядок проведения испытаний мишеней типа «Стандартная» и «Флэш»

Испытания проводят следующим образом (см. рисунок Б.1): устанавливают маятник в держатель 2. Отклоняют нить с шариком *3* по шкале *4* на угол 35° ± 2°.

Испытуемый образец помещают на подвеске *5* так, чтобы маятник наносил удар по центру образца (по ободу мишени). Погрешность установки центра наружной кромки образца по отношению к центру маятника не должна превышать 0,5 мм.

Осторожно (без рывка) отпускают маятник.

Число образцов для испытаний приводят в соответствие с выборкой по таблицам 4, 5.

Б.6 Порядок проведения испытаний мишеней «Заяц А», «Заяц Л» и «Заяц И»

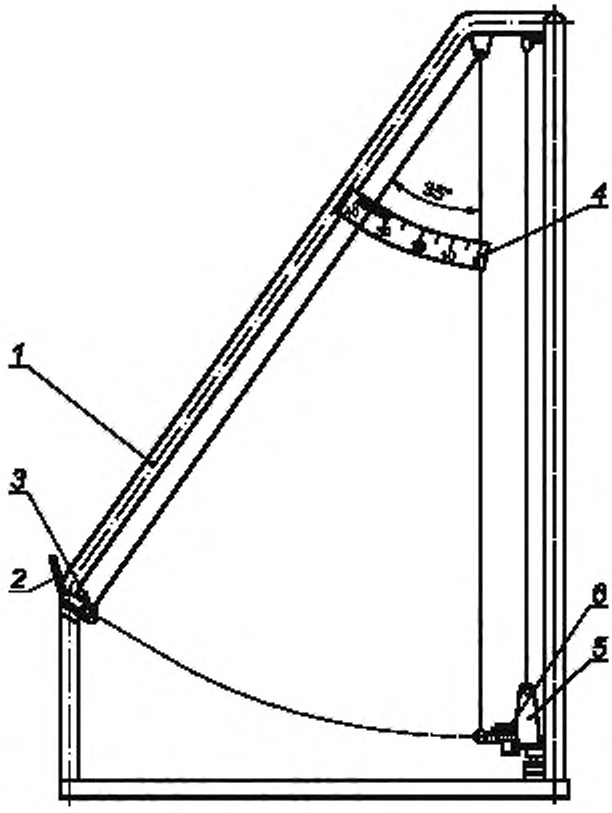
Испытания проводят следующим образом (см. рисунок Б.2): на подвеску *1* прибора устанавливают державку *2* так, чтобы плоскость устанавливаемой мишени была перпендикулярна к траектории движения шарика.

Державка на подвеске фиксируется стопорным винтом *3*. При этом сторона державки с большим посадочным гнездом для мишени предназначена для испытания мишеней типа «Заяц А» и «Заяц Л», а противоположная сторона — для мишеней типа «Заяц И».

После установки державки нужной стороной к шарику в посадочное гнездо державки вертикально устанавливают испытуемый образец и проводят испытания аналогично пункту Б.5. Маятник должен наносить удар на расстоянии 15—20 мм вверх от нижнего края мишени.

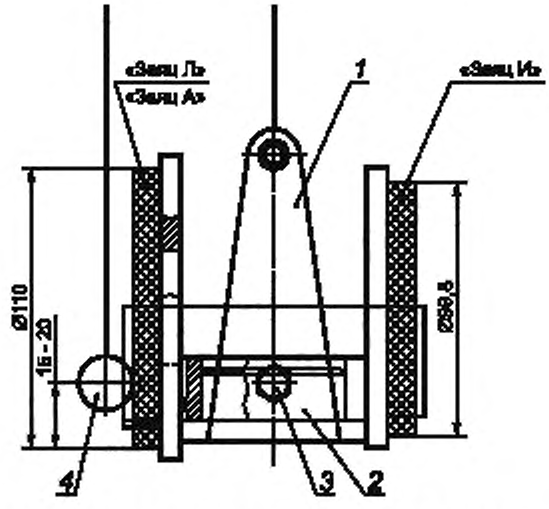
Б.7 Обработка результатов испытаний

Если испытуемый образец мишени разрушился полностью, появилась трещина или скол, превышающие параметры, приведенные в таблице 2, то считают, что мишень выдержала испытания. Если испытуемый образец мишени не разрушился или откололась малая часть (появился скол с параметрами, не превышающими указанные в таблице 2), то считают, что мишень испытаний не выдержала.



1 — стойка; *2* — держатель; *3* — шарик; *4* — шкала; *5* — подвеска; *6* — мишень

Рисунок Б.1 — Прибор для проверки мишеней на разрушаемость



1 — подвеска; *2* — державка; *3* — стопорный винт , *4* — шарик

Рисунок Б.2 — Схема установки мишеней

Приложение В
(обязательное)

Методика выполнения измерений массовой доли 16 приоритетных полиядерных ароматических углеводородов

Методика выполнения измерений массовой доли 16 приоритетных полиядерных ароматических углеводородов и их суммарного содержания в мишенях в диапазоне от 0,10 до 35 млн$^{-1}$ (относительная расширенная неопределенность ± 15 % при коэффициенте охвата 2).

В.1 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:
- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800) мм рт. ст.;
- влажность воздуха не более 80 % (при температуре 25 °С);
- напряжение в сети (220 ± 10) В;
- частота тока в сети (50 ± 1) Гц.

В.2 Метод измерений

Метод измерений основан на количественном определении по масс-спектрам разделенных хроматографически индивидуальных ПАУ, предварительно экстрагированных из мишеней.

Основными этапами при проведении измерений являются:
- экстракция определяемых ПАУ из мишеней;
- очистка экстрактов от мешающих соединений методом колоночной хроматографии;
- анализ очищенных экстрактов методом хромато-масс-спектрометрии, включающим в себя:

1) идентификацию определяемых соединений по относительной интенсивности основных пиков в масс-спектрах в режиме селективного ионного детектирования и хроматографических времен удерживания. При значительном содержании ПАУ в пробе возможна идентификация по полному ионному току;

2) количественное определение индивидуальных ПАУ по площадям основных хроматографических пиков по выбранным ионам определяемых соединений и внутренних стандартов (ВС) в режиме селективного детектирования. Предварительно проводят градуировку прибора по нескольким растворам с известной массовой концентрацией ПАУ и постоянной концентрацией внутреннего стандарта для определения коэффициентов чувствительности (средние относительные отклики).

В.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

В.3.1 Средства измерений

В.3.1.1 Хромато-масс-спектрометр производства фирмы Agilent, состоящий из:
- масс-селективного детектора (масс-спектрометра) модели Agilent 5973N;
- газового хроматографа модели 6890N, снабженного капиллярной колонкой HP-5MC длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, с толщиной слоя фазы 0,25 мкм;
- системы обработки данных на базе персонального компьютера.

Допускается применение другого оборудования, производимого другими фирмами, иных элементов применяемой измерительной системы (хроматографических капиллярных колонок, программ обработки данных и др.). При этом может потребоваться адаптация настоящей методики к применяемому оборудованию.

В.3.1.2 Шприц вместимостью 10 мм^3 фирмы Hamilton, модель Microliter 701, с пределами допустимой погрешности ± 0,1 мм^3 или аналогичный.

В.3.1.3 Шприц вместимостью 100 мм^3 фирмы Hamilton, модель Microliter 1710, с пределами допустимой погрешности ± 0,5 мм^3 или аналогичный.

В.3.1.4 Шприц вместимостью 250 мм^3 фирмы Hamilton, модель Microliter 725, с пределами допустимой погрешности ± 1,0 мм^3 или аналогичный.

В.3.1.5 Шприц вместимостью 1000 мм^3 фирмы Hamilton, модель Microliter 7250, с пределами допустимой погрешности ± 10 мм^3 или аналогичный.

В.3.1.6 Весы лабораторные типа ВЛА-200М, второго класса точности по ГОСТ 24104 или аналогичные.

В.3.1.7 Гири по ГОСТ 7328.

В.3.1.8 Термометр лабораторный с ценой деления 1 °С, диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С по ГОСТ 28498.

В.3.1.9 Внутренний стандарт — сертифицированный раствор 16 изотопномеченых ПАУ производства фирмы Promochem, код по каталогу ES-4087, с номинальным значением массовой концентрации ПАУ 5 мкг/см^3 или аналогичный.

Допускается использование в качестве внутренних стандартов других соединений, которые имеют аналогичное с ПАУ хроматографическое поведение и заведомо отсутствуют в анализируемом образце (например изотопномеченые ПАУ).

В.3.1.10 Сертифицированный раствор 16 приоритетных ПАУ производства фирмы Promochem, код по каталогу DE-PROM16, с номинальным значением массовой концентрации ПАУ 100 мкг/см^3 или аналогичный.

Допускается использование сертифицированных растворов индивидуальных ПАУ, включая ГСО, например раствор бенз(а)пирена в гексане, ГСО 7515 производства фирмы «Экрос» или аналогичных.

В.3.2 Реактивы и материалы

В.3.2.1 Гексан квалификации ос. ч. фирмы «Криохром» по [1] или аналогичный.

В.3.2.2 Метилен хлористый квалификации ос. ч. по [2].

В.3.2.3 Изооктан эталонный по ГОСТ 12422.

В.3.2.4 Натрий сернокислый безводный квалификации ос. ч. по [3].

В.3.2.5 Ангидрид фосфорный квалификации х. ч. по [4].

В.3.2.6 Натрий металлический квалификации ч. д. а. по [5].

В.3.2.7 Кальций хлорид обезвоженный квалификации х. ч. по [6].

В.3.2.8 Нонан для хроматографии квалификации х. ч. по [7].

В.3.2.9 Силанизированная стеклянная вата фирмы Supelco, номер по каталогу 2-0410 или 2-0411, или аналогичная.

В.3.2.10 Гелий газообразный марки А, Б по [8].

В.3.2.11 Азот газообразный ос. ч. по ГОСТ 9293 или повышенной чистоты по [2].

В.3.2.12 Оксид алюминия для хроматографии с размером частиц (0,05—0,15) мм, pH (7,0 ± 0,5) фирмы Fluka, номер по каталогу 06300, или аналогичный.

В.3.2.13 Силикагель 60 с размером частиц (0,063—0,200) мм фирмы Merck, номер по каталогу 1.07734.2500, или аналогичный.

В.3.2.14 Ацетон квалификации х.ч. по [15].

В.3.2.15 Метанол по ГОСТ 6995.

В.3.2.16 Перфтортрибутиламин для хромато-масс-спектрометрии фирмы PCR, номер по каталогу 18201-4.

В.3.3 Вспомогательные устройства

В.3.3.1 Стеклянные флаконы (виалы) для градуировочных и анализируемых растворов вместимостью 1,8 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками фирмы Supelco, номер по каталогу 2-6951, или аналогичные.

В.3.3.2 Стеклянные флаконы для хранения и экстракции проб вместимостью 15 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками фирмы Supelco, номер по каталогу 27161, или аналогичные, например пенициллиновые.

В.3.3.3 Колба круглодонная К-1-1000-45/40 ТС по ГОСТ 25336.

В.3.3.4 Колбы конические Кн-1-50-14/23 ТС, Кн-1-100-29/32 ТС, Кн-1-250-29/32 ТС, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

В.3.3.5 Колонки стеклянные хроматографические размером 25 × 1 см.

В.3.3.6 Стаканчик для взвешивания СВ 19/9 по ГОСТ 25336.

В.3.3.7 Холодильник с прямой трубкой ХПТ-1-400-14/23 по ГОСТ 25336.

В.3.3.8 Холодильник шариковый ХШ-1-300-29/32 по ГОСТ 25336.

В.3.3.9 Дефлегматор елочный 250-14/23-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

В.3.3.10 Насадка Вюрца Н1-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

В.3.3.11 Алонж типа АИ-14/23-50 ТС по ГОСТ 25336.

В.3.3.12 Чашка фарфоровая выпарительная ЧВП-2-250 по ГОСТ 25336.

В.3.3.13 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

В.3.3.14 Баня водяная по [9].

В.3.3.15 Шкаф сушильный типа СНОЛ по [10] или аналогичный.

В.3.3.16 Установка ультразвуковая «Серьга» по [13] или аналогичная.

В.3.3.17 Ступка фарфоровая с пестиком № 6 по ГОСТ 9147.

В.3.3.18 Печь муфельная типа СНОЛ 8,2/1100 по [14] или аналогичная.

В.3.3.19 Набор сит лабораторных по [11].

В.3.3.20 Мельница зерновая лабораторная ЛЗМ по [12].

В.3.3.21 Ротационный испаритель по [16].

В.4 Подготовка к выполнению испытаний

В.4.1 Подготовка посуды, растворителей, реактивов, растворов и сорбентов

В.4.1.1 Стеклянная посуда

Стеклянную посуду перед использованием тщательно моют горячей водой с любым моющим средством, ополаскивают последовательно метанолом, ацетоном и хлористым метиленом и сушат.

В.4.1.2 Очистка растворителей

Проводят при отрицательных результатах контроля чистоты растворителя по В.4.1.3.

В.4.1.2.1 Гексан. Сушат безводным сульфатом натрия, помещая последний в бутыли с гексаном, в течение 24 ч. В круглодонную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ сухого гексана, добавляют 10 г металлического натрия, кипятят с обратным холодильником в течение 8 ч и перегоняют с елочным дефлегматором со скоростью 1 $см^3$/мин, удаляя первые 50 $см^3$ дистиллята, сохраняя кубовый остаток 50 $см^3$.

Кипячение над натрием необязательно, если очистка без этой процедуры соответствует критерию, приведенному в В.4.1.3.

В.4.1.2.2 Хлористый метилен. Очистку проводят так же, как указано в В.4.1.2.1, за исключением того, что кипячение над натрием не применяют, а проводят перегонку над фосфорным ангидридом.

В.4.1.3 Контроль чистоты растворителей

Чистоту растворителей определяют в условиях анализа по В.4.4. Контролируют появление пиков примесей со временами удерживания, близкими к времени удерживания определяемого вещества (разность времен удерживания не более 0,1 мин). Если отношение сигнал/шум этих пиков превышает соотношение 5:1, растворители подвергают очистке по В.4.1.2.

В.4.1.4 Подготовка сульфата натрия

Порцию безводного сернокислого натрия массой 100 г помещают в коническую колбу, заливают очищенным гексаном (на 1 см выше слоя сульфата) и подвергают ультразвуковой обработке в течение 10 мин. Гексан заменяют и процедуру обработки дважды повторяют. Гексан удаляют фильтрацией, сульфат натрия высушивают на воздухе и прокаливают при 400 °С в течение 4 ч. Хранят в склянке с притертой пробкой или бюксе в эксикаторе над безводным хлористым кальцием не более 1 мес.

В.4.1.5 Подготовка сорбентов

В.4.1.5.1 Подготовка силикагеля

Силикагель выдерживают в сушильном шкафу при 130 °С в течение 15 ч. Подготовленный силикагель, не охлаждая, быстро переносят в склянку с притертой пробкой. Хранят при комнатной температуре в эксикаторе над безводным хлористым кальцием не более 1 мес.

При отрицательных результатах контроля чистоты по В.4.1.3 силикагель подвергают предварительной очистке. Порцию 50 г силикагеля помещают в коническую колбу, заливают гексаном (на 1 см выше слоя силикагеля) и подвергают ультразвуковой обработке в течение 10 мин. Гексан заменяют и процедуру обработки дважды повторяют. Гексан удаляют фильтрацией, остатки растворителя удаляют в токе азота, после чего силикагель выдерживают в сушильном шкафу при 130 °С в течение 15 ч. Хранят в склянке с притертой пробкой в эксикаторе над безводным хлористым кальцием не более 1 мес.

В.4.1.5.2 Подготовка оксида алюминия

Оксид алюминия выдерживают в сушильном шкафу при 180 °С в течение 3 ч непосредственно перед использованием.

В.4.1.6 Приготовление растворителей для очистки экстракта проб методом колоночной хроматографии

В.4.1.6.1 Смесь гексан/хлористый метилен с объемным отношением 9:1 готовят непосредственно перед использованием. В колбу вместимостью 100 $см^3$ наливают 90 $см^3$ гексана и добавляют 10 $см^3$ хлористого метилена.

В.4.1.6.2 Смесь гексан/хлористый метилен с объемным отношением 1:1 готовят непосредственно перед использованием. В колбу вместимостью 100 $см^3$ наливают 50 $см^3$ гексана и добавляют 50 $см^3$ хлористого метилена.

В.4.2 Приготовление растворов для измерений

В.4.2.1 Приготовление вспомогательных растворов

В.4.2.1.1 Раствор *а* внутреннего стандарта с массовой концентрацией внутреннего стандарта 1 мкг/$см^3$

Шприцем вместимостью 250 $мм^3$ отбирают 200 $мм^3$ сертифицированного раствора внутреннего стандарта с массовой концентрацией 5 мкг/$см^3$ (см. В.3.1.9), в виале вместимостью 1,8 $см^3$ смешивают с 800 $мм^3$ изооктана, который вносят шприцем вместимостью 1 $см^3$. Срок хранения раствора — 6 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

В.4.2.1.2 Раствор *б* внутреннего стандарта с массовой концентрацией внутреннего стандарта 0,1 мкг/$см^3$

Шприцем вместимостью 250 $мм^3$ отбирают 100 $мм^3$ раствора *а* и в виале вместимостью 1,8 $см^3$ смешивают с 900 $мм^3$ изооктана, который вносят шприцем вместимостью 1 $см^3$. Срок хранения раствора — 6 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

В.4.2.2 Приготовление градуировочных растворов

В.4.2.2.1 Раствор I с массовой концентрацией ПАУ 10 мкг/$см^3$

Шприцем вместимостью 100 $мм^3$ отбирают 100 $мм^3$ сертифицированного раствора ПАУ с массовой концентрацией 100 мкг/$см^3$ и в виале вместимостью 1,8 $см^3$ смешивают с 900 $мм^3$ изооктана, который вносят шприцем вместимостью 1 $см^3$. Срок хранения раствора — 6 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

В.4.2.2.2 Раствор II с массовой концентрацией ПАУ 1 мкг/$см^3$

Шприцем вместимостью 100 $мм^3$ отбирают 100 $мм^3$ раствора I и в виале вместимостью 1,8 $см^3$ смешивают с 900 $мм^3$ изооктана, который вносят шприцем вместимостью 1 $см^3$. Срок хранения раствора — 6 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

В.4.2.2.3 Раствор III с массовой концентрацией ПАУ 0,1 мкг/см^3

Шприцем вместимостью 100 мм^3 отбирают 100 мм^3 раствора II и в виале вместимостью 1,8 см^3 смешивают с 900 мм^3 изооктана, который вносят шприцем вместимостью 1 см^3. Срок хранения раствора — 6 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

В.4.2.2.4 Градуировочные растворы готовят смешением исходных растворов ПАУ I, II или III, растворителя (изооктана) и растворов внутренних стандартов в пропорциях, указанных в таблице В.1, непосредственно в виалах вместимостью 1,8 см^3. Растворы отбирают шприцами вместимостью 100 мм^3 или 1 см^3. Срок хранения растворов — 2 мес при температуре от минус 10 °С до плюс 5 °С.

Таблица В.1 — Приготовление градуировочных растворов

Номер раствора	Массовая концентрация ПАУ в градуировочном растворе, мкг/см^3	Объем раствора а внутреннего стандарта, мм^3	Объем растворителя, мм^3	Объем раствора, мм^3		
				I	II	III
1	0,01	100	800	—	—	100
2	0,10	100	800	—	100	—
3	1,00	100	800	100	—	—
4	5,0	100	400	500	—	—

В.4.3 Подготовка хромато-масс-спектрометра к проведению измерений

В.4.3.1 Прибор включают и настраивают в соответствии с руководством по эксплуатации. Рекомендуется непрерывная работа прибора в ходе градуировки и последующих аналитических определений.

В.4.3.2 В начале каждого рабочего дня проверяют настройку хромато-масс-спектрометра по относительной интенсивности основных пиков в масс-спектре перфтортрибутиламина, используемого для настройки прибора и калибровки его по массам. Интенсивности пиков должны находиться в диапазоне значений, указанном в таблице В.2. Если они имеют другие значения, прибор настраивают повторно автоматически (или вручную).

Таблица В.2 — Рекомендуемые значения относительных интенсивностей пиков в масс-спектре перфтортрибутиламина

Масса иона, а.е.м.	Относительная интенсивность, %
69	100
219	80—100
502	1,5—5
614	0,5—1,5

В.4.3.3 После настройки хромато-масс-спектрометра выполняют его градуировку (см. В.4.4) либо контролируют стабильность коэффициентов чувствительности, установленных при последней градуировке (см. В.4.4.5).

В.4.3.4 Контроль настройки хромато-масс-спектрометра

В.4.3.4.1 Настройку хромато-масс-спектрометра проверяют в начале каждого рабочего дня по масс-спектру перфтортрибутиламина (см. В.4.3.2).

В.4.3.4.2 При сомнительных результатах, резком уменьшении сигналов проверяют чувствительность хромато-масс-спектрометра по градуировочному раствору с наименьшей массовой концентрацией в условиях измерений, приведенных в В.4.4.2, В.4.4.3. Отношение сигнал/шум для определяемого соединения должно быть не менее 10:1. Восстановление чувствительности измерительной системы проводят при повторной настройке прибора или другими способами, описанными в руководстве по эксплуатации.

В.4.4 Градуировка

В.4.4.1 При градуировке используют не менее четырех растворов с различной массовой концентрацией индивидуальных ПАУ (см. В.4.2.2), охватывающей рабочий диапазон измерений. При измерениях низких массовых концентраций ПАУ рекомендуется использовать разбавленные градуировочные растворы. При больших содержаниях определяемых веществ используют градуировочные растворы с большей концентрацией. Каждый из растворов вводят в хромато-масс-спектрометр не менее двух раз.

В.4.4.2 Хроматографические условия измерений зависят в значительной степени от типа колонки и приведены в таблице В.3.

Таблица В.3 — Хроматографические условия измерений

Характеристика	Прибор Agilent 5973N, колонка HP-5MS, 25 м × 0,25 мм × 0,25 мк
Газ-носитель	Гелий
Объем вводимой пробы, мкл	1
Испаритель, режим работы	Без деления потока
Время срабатывания клапана, мин	1
Температура испарителя, °С	280
Время выдержки при начальной температуре термостата 70 °С, мин	5
Скорость нагрева, °С/мин	10
Время выдержки при температуре 285 °С, мин	20
Время анализа, мин	47

В.4.4.3 Масс-спектрометрические условия измерений приведены в таблице В.4.

Таблица В.4 — Масс-спектрометрические условия измерений

Характеристика	Прибор Fisons MD 800
Температура интерфейса газового хроматограф-масс-спектрометра, °С	250
Температура источника ионов, °С	200
Энергия электронов, эВ	70
Режим детектирования	Селективное ионное детектирование
Время сканирования ионов одной массы, с	0,08
Интервал между сканированием ионов различных масс, с	0,02

Таблица В.5 — Хромато-масс-спектрометрические характеристики определяемых веществ

Полиядерные ароматические углеводороды (ПАУ)		Масса главного иона, а.е.м.		Масса других основных ионов, а.е.м.		Интервал времени регистрации, мин
Определяемые ПАУ	Внутренний стандарт (ВС)	ПАУ	ВС	ПАУ	ВС	
Нафталин	C^{13}-нафталин	128	134	129,127	135,132	10,9—11,1
Аценафтилен	C^{13}-аценафтилен	152	158	151,153	156,159	14,9—15,1
Аценафтен	C^{13}-аценафтен	154	160	153,152	159,158	15,3—15,5
Флуорен	C^{13}-флуорен	166	172	165,167	171,173	16,5—16,7
Фенантрен	C^{13}-фенантрен	178	184	179,176	185,182	18,8—19,0
Антрацен	C^{13}-антрацен	178	184	179,176	185,182	18,9—19,1
Флуорантен	C^{13}-флуорантен	202	208	101,203	107,209	21,7—21,9
Пирен	C^{13}-пирен	202	205	101,203	104,206	22,1—22,3
Бенз(а)антрацен	C^{13}-бенз(а)антрацен	228	234	229,226	235,232	25,1—25,3
Хризен	C^{13}-хризен	228	234	229,226	235,232	25,2—25,4
Бенз(b)флуорантен	C^{13}-бенз(b)флуорантен	252	258	253,126	259,132	27,6—27,8
Бенз(k)флуорантен	C^{13}-бенз(k)флуорантен	252	258	253,126	259,132	27,7—27,9
Бенз(а)пирен	C^{13}-бенз(а)пирен	252	256	253,126	257,130	28,5—28,7
Индено(1,2,3-c,d) пирен	C^{13}-индено(1,2,3-c,d) пирен	276	282	138,227	144,233	32,4—32,6
Дибенз(a,h)антрацен	C^{13}-дибенз(a,h)антрацен	278	284	139,279	146,285	32,6—32,8
Бенз(g,h,i)перилен	C^{13}-бенз(g,h,i)перилен	276	288	138,277	150,289	33,5—33,7

В.4.4.4 Регистрируют хроматограммы, соответствующие главному и двум другим характеристичным ионам (пример хроматограммы приведен в приложении Г, рисунок Г.5). В условиях автоматической регистрации и обработки данных определяют:

- хроматограммы, отвечающие главным ионам;
- времена выхода ПАУ и соответствующих внутренних стандартов;
- площадь пика определенного индивидуального ПАУ и соответствующего внутреннего стандарта;
- коэффициент чувствительности F_{ij} по формуле

$$F_{ij} = \frac{S_{ПАУij} c_{ст}}{S_{стkj} c_{ПАУij}}, \quad (В.1)$$

где $S_{ПАУij}$ — площадь пика определенного индивидуального ПАУ;
$S_{стkj}$ — площадь пика внутреннего стандарта ПАУ;
j — номер хроматограммы;
i — номер градуировочного раствора;
k — номер градуировочного раствора с внутренним стандартом,
$c_{ст}$ — массовая концентрация внутреннего стандарта ПАУ, мкг/см^3;
$c_{ПАУij}$ — массовая концентрация индивидуальных ПАУ, мкг/см^3;

- средние значения $F_{ПАУ}$ коэффициентов чувствительности (относительных откликов) F_{ij}, для каждого ПАУ вычисляют по формуле

$$F_{ПАУ} = \frac{\sum F_{ij}}{n}, \quad (В.2)$$

где n — общее число определений при градуировке (количество градуировочных растворов, умноженное на число параллельных определений для каждого из них);

- относительное среднеквадратическое отклонение СКО коэффициентов $F_{ПАУ}$, автоматически определяемое с помощью программного обеспечения прибора. СКО не должно превышать 5 %, в противном случае проводят и учитывают в расчетах дополнительные измерения градуировочных растворов или проверяют условия измерений и проводят новую градуировку.

В.4.4.5 Контроль стабильности коэффициентов чувствительности

В установленных условиях (см. В.4.4.2, В.4.4.3) выполняют два параллельных определения для одного из градуировочных растворов. Коэффициент чувствительности, установленный в результате этого определения, не должен отличаться от значения, определенного для этого же раствора, используемого при градуировке хромато-масс-спектрометра, более чем на 10 %. В противном случае проводят новую градуировку.

Рекомендуется контролировать дополнительно абсолютные значения площадей соответствующих пиков при анализе градуировочного раствора. Изменение значений площадей более чем в два раза по сравнению с исходными значениями (при градуировке) может свидетельствовать о существенном нарушении условий работы хромато-масс-спектрометра, загрязнении хроматографической и масс-спектрометрической частей измерительной системы. Устранение нарушений, очистку аналитических частей хромато-масс-спектрометра проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

В.5 Порядок выполнения измерений

В.5.1 Предварительная подготовка пробы

Отобранные для анализа мишени измельчают сначала в ступке, затем с помощью зерновой мельницы и просеивают через сито с размером отверстий 0,5 мм. Полученные отситованные образцы объединяют и тщательно перемешивают, получая при этом объединенную пробу. Для дальнейшей подготовки из объединенной пробы отбирают две навески массой 1 г с погрешностью ± 0,2 мг.

В.5.2 Ультразвуковая экстракция

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску массой 1 г и добавляют 100 мм^3 раствора *а* внутренних стандартов. В колбу приливают 30 см^3 гексана и помещают ее в ультразвуковую баню и три раза по 5 мин подвергают ультразвуковой обработке. Полученный экстракт декантируют в мерную колбу вместимостью 100 см^3, остаток вторично обрабатывают в соответствии с указанной процедурой, экстракты объединяют в мерной колбе, доводят до метки гексаном и тщательно перемешивают. Для последующей очистки отбирают 10 см^3 объединенного экстракта и упаривают в токе азота во флаконе вместимостью 15 см^3 до объема 2 см^3.

В.5.3 Очистка экстракта методом колоночной хроматографии

В.5.3.1 В стеклянную колонку размером 25 × 1 см помещают 1 г силикагеля и 1 см (по высоте) безводного сульфата натрия. Колонку предварительно промывают 10 см^3 гексана. Экстракт вносят в колонку. После того как проба полностью впитается в верхний слой безводного сульфата натрия, колонку промывают 10 см^3 гексана. Гексановый элюат удаляют. Колонку элюируют 50 см^3 смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением 9:1 с объемной скоростью 1 см^3/мин.

Элюат собирают в колбе для выпаривания, добавляют 0,1 см^3 нонана и упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 30 °С до объема 2 см^3.

В.5.3.2 В стеклянную колонку размером 25 × 1 см помещают 1 г оксида алюминия и 1 см (по высоте) безводного сульфата натрия. Экстракт наносят на сорбент колонки. После того как проба полностью впитается в верхний слой безводного сульфата натрия, колонку промывают 10 см^3 гексана. Гексановый элюат удаляют. Колонку элюируют 50 см^3 смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением 1:1 с объемной скоростью 1 см^3/мин.

Элюат собирают в колбе для выпаривания, добавляют 0,5 см^3 нонана и упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 30 °С до объема 2 см^3. Затем количественно переносят в виалу вместимостью 1,8 см^3, где его упаривают в токе азота до объема 100 мм^3. Для анализа отбирают 1 мкл полученного раствора.

В.5.4 Разбавление экстракта

В.5.4.1 Операцию проводят только в тех случаях, когда интенсивность аналитических сигналов определяемого вещества превышает аналитические сигналы, полученные для наиболее концентрированного из градуировочных растворов, при этом первый анализ рассматривается как предварительный.

В.5.4.2 Экстракты разбавляют раствором *б* внутреннего стандарта (см. В.4.2.1.2). Объем добавленного раствора должен быть таким, чтобы наибольшая площадь пика (из пиков ПАУ, присутствующих на хроматограмме) составляла приблизительно половину площади пика этого же ПАУ в наиболее концентрированном градуировочном растворе. Раствор добавляют шприцем соответствующей вместимости. Затем проводят окончательный анализ данной пробы.

В.5.5 Анализ экстрактов

В.5.5.1 Идентификацию определяемых ПАУ проводят в режиме селективного ионного детектирования по трем основным характеристичным ионам и времени удерживания (см. таблицу В.5).

В.5.5.2 Количественный анализ экстрактов проводят в том же режиме работы измерительной системы, в котором проводится ее градуировка (см. В.4.4). Проводят два измерения (параллельных определения) для каждой пробы.

В.5.6 Идентификация

Надежной идентификации при измерениях соответствуют следующие критерии:

- время удерживания определяемого соединения не должно отличаться более чем на 0,1 мин от его времени удерживания, установленного для градуировочных растворов;
- соотношение сигнал/шум для каждого из характеристичных ионов должно составлять не менее 3:1;
- относительная интенсивность пиков двух вспомогательных ионов в масс-спектрах определяемых ПАУ не должна отличаться более чем на 20 % интенсивности этих же пиков в спектрах градуировочных растворов.

Если идентификацию проводят по полному спектру, то в нем должны присутствовать все пики, имеющие в справочном масс-спектре относительную интенсивность 10 % и более, максимальное расхождение в значениях относительной интенсивности не должно превышать 20 %.

Пик определяемого соединения не должен перекрываться с другими пиками на хроматограмме на уровне, превышающем 35 % их средней высоты. Использование хроматографических режимов, приведенных в В.4.4.2, обеспечивает такое разделение. При появлении в отбираемых пробах других мешающих соединений или применении другой колонки необходимо добиваться разделения пиков в соответствии с указанным 35 %-ным критерием.

В.5.7 Количественное определение

В.5.7.1 Измерения проводят для двух (нижний индекс *i*; *i* = 1 или 2) экстрактов, каждый из которых анализируют дважды.

В.5.7.2 Массовую долю $W_{ПАУ}$, млн$^{-1}$, для каждого индивидуального ПАУ в каждом из параллельных измерений, относящихся к данному экстракту пробы, вычисляют по формуле

$$W_{ПАУij} = \frac{S_{ПАУij} C_{ст} V_{ст}}{S_{стij} F_{ПАУ} m}, \qquad (В.3)$$

где $S_{ПАУij}$ — площадь пика соответственно определяемого ПАУ в *j*-м измерении экстракта;
$S_{стij}$ — площадь пика внутреннего стандарта на хроматограмме в *j*-м измерении экстракта;
$C_{ст}$ — массовая концентрация раствора внутреннего стандарта, внесенного в пробу, мкг/см^3;
$V_{ст}$ — объем внесенного раствора внутреннего стандарта, см^3;
m — масса навески, г,
$F_{ПАУ}$ — коэффициент чувствительности.

Если экстракты дополнительно разбавляют, вычисления $W_{ПАУij}$ проводят по формуле

$$W_{ПАУij} = \frac{S_{ПАУij}(V_{ст} c_{ст} + V_{стб} c_{стб})}{S_{стij} F_{ПАУ} m}, \qquad (В.4)$$

где $c_{стб}$ — массовая концентрация раствора *б* внутреннего стандарта, дополнительно добавленного к экстракту, мкг/см^3;
$V_{стб}$ — объем добавленного раствора *б*, см^3.

В.6 Обработка результатов измерений

В.6.1 Среднее значение массовой доли ПАУ для каждого экстракта пробы $W_{ПАУi}$, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$W_{ПАУi} = \frac{W_{ПАУi1} + W_{ПАУi2}}{2}, \quad (В.5)$$

где $W_{ПАУi1}$, $W_{ПАУi2}$ — массовая доля ПАУ в экстракте пробы, млн$^{-1}$.

В.6.2 Среднее значение массовой доли ПАУ в пробе $W_{ПАУ}$, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$W_{ПАУ} = \frac{W_{ПАУ1} + W_{ПАУ2}}{2}, \quad (В.6)$$

где $W_{ПАУ1}$ $W_{ПАУ2}$ — массовая доля ПАУ в пробе, млн$^{-1}$.

В.6.3 Проверка приемлемости результатов измерений

Проверку приемлемости результатов параллельных измерений массовой доли ПАУ в экстрактах пробы проводят по формуле

$$d = \frac{W_{ПАУi1} - W_{ПАУi2}}{W_{ПАУiср}} 100. \quad (В.7)$$

Допускаемое расхождение d, %, не должно превышать 10 %.

Проверку приемлемости результатов параллельных измерений массовой доли ПАУ в двух навесках пробы проводят по формуле

$$D = \frac{W_{ПАУ1} - W_{ПАУ2}}{W_{ПАУ_{ср}}} 100. \quad (В.8)$$

Допускаемое расхождение D, %, не должно превышать 15 %.

В.6.4 Контроль помех по результатам холостого опыта

Анализ холостой пробы проводят в ходе каждой серии измерений 20—30 проб, с тем чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы. Анализ проводят с пробами, которые прошли процедуру экстракции по В.5.2 и в которых по результатам анализа (см. В.5.7) отсутствуют ПАУ. В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигналов, превышающих уровень 5 % от значений массовой доли определяемых ПАУ, выясняют причины и устраняют их. Контроль проводят также при использовании новой партии реактивов.

В.6.5 Контроль методом добавок

Контроль методом добавок проводят на этапе освоения методики, при оценке пригодности ее для анализа новых объектов, а также при появлении сомнительных результатов.

Анализ проводят с пробами, которые прошли процедуру экстракции по В.5.2 и в которых, по результатам анализа по В.5.7, отсутствуют ПАУ. Пробу после экстракции высушивают в выпарительной чашке в токе азота. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3. Стандартный (сертифицированный) раствор ПАУ разводят в 1 см^3 ацетона и добавляют в колбу с навеской. Емкость из-под раствора обмывают ацетоном, который затем сливают в ту же колбу. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют в открытой колбе в вытяжном шкафу до полного высыхания и исчезновения запаха ацетона. Проводят полную подготовку пробы по В.5.1—В.5.4 и измеряют массовую долю каждого ПАУ (см. В.5.7). Отклонение результатов измерений от массовой доли внесенных ПАУ должно находиться в пределах значений относительной расширенной неопределенности U = ± 15 % при коэффициенте охвата 2.

При вычислении суммарного содержания ПАУ значения $W_{ПАУ}$ менее 0,10 млн$^{-1}$ принимаются равными $^1/_2$ нижнего предела измерений методики (0,05 млн$^{-1}$) и им приписывается расширенная неопределенность измерений ± 30 %.

Суммарное содержание ПАУ в пробе $W_{\Sigma ПАУ}$, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$W_{\Sigma ПАУ} = \sum^{n} W_{ПАУ} + f \cdot 0{,}05, \quad (В.9)$$

где n — число индивидуальных ПАУ, для которых $W_{ПАУ} \geq 0{,}10$ млн$^{-1}$;

f — число индивидуальных ПАУ, для которых $0{,}03 \leq W_{ПАУ} < 0{,}10$ млн$^{-1}$.

В.7 Оформление результатов измерений

В.7.1 Результаты измерений массовой доли ПАУ представляют в виде таблицы (см. приложение Д).

В.7.2 Расширенная неопределенность результатов измерений доли n индивидуальных ПАУ в абсолютной форме $U_{ПАУ}$, млн$^{-1}$, может быть вычислена по формуле

$$U_{ПАУ} = W_{ПАУ} \cdot 0{,}15. \quad (В.10)$$

В.7.3 Для f индивидуальных ПАУ, для которых $0{,}03 \leq W_{ПАУ} < 0{,}10$ млн$^{-1}$, в таблице указывают < 0,10.

В.7.4 Для z индивидуальных ПАУ, при идентификации которых (см. В.5.6) соотношение сигнал/шум менее 3:1 (что соответствует нижнему пределу обнаружения методики $W_{ПАУ}$ = 0,03 млн$^{-1}$), в таблице ставят прочерк.

В.7.5 Расширенная неопределенность $U_{\Sigma ПАУ}$, млн$^{-1}$, массовой доли суммы ПАУ может быть рассчитана по формуле

$$U_{\Sigma ПАУ} = \sum^{n} U_{ПАУ} + 0{,}015 \cdot f + 0{,}03 \cdot \sqrt{z}, \qquad (В.11)$$

где n — число индивидуальных ПАУ, для которых $W_{ПАУ} \geq 0{,}10$ млн$^{-1}$;

f — число индивидуальных ПАУ, для которых $0{,}03 \leq W_{ПАУ} < 0{,}10$ млн$^{-1}$;

z — число индивидуальных ПАУ, для которых соотношение сигнал/шум менее 3:1;

0,015 и 0,03 — оценки вкладов в неопределенность результатов измерений индивидуальных ПАУ в диапазоне $0{,}03 \leq W_{ПАУ} < 0{,}10$ млн$^{-1}$ и ПАУ, для которых соотношение сигнал/шум менее 3.1, полученные при разработке методики, соответственно.

Приложение Г
(справочное)

Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм

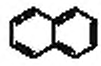
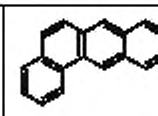
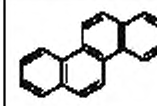
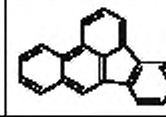
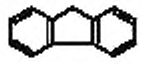
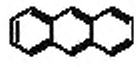
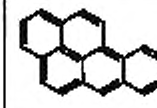
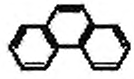
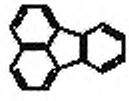
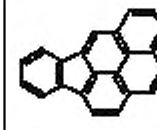
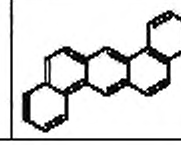
Нафталин		C_8H_{10}	Бенз(а)антрацен		$C_{18}H_{12}$
Аценафтилен		$C_{12}H_8$	Хризен		$C_{18}H_{12}$
Аценафтен		$C_{12}H_{10}$	Бенз(b)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Флуорен		$C_{13}H_{10}$	Бенз(k)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Антрацен		$C_{14}H_{10}$	Бензо(а)пирен		$C_{20}H_{12}$
Фенантрен		$C_{14}H_{10}$	Бенз(g,h,i)перилен		$C_{22}H_{12}$
Флуорантен		$C_{16}H_{10}$	Индено(1,2,3-cd)пирен		$C_{22}H_{12}$
Пирен		$C_{16}H_{10}$	Дибенз(a,h)антрацен		$C_{22}H_{14}$

Рисунок Г.1 — Структурные формулы приоритетных ПАУ

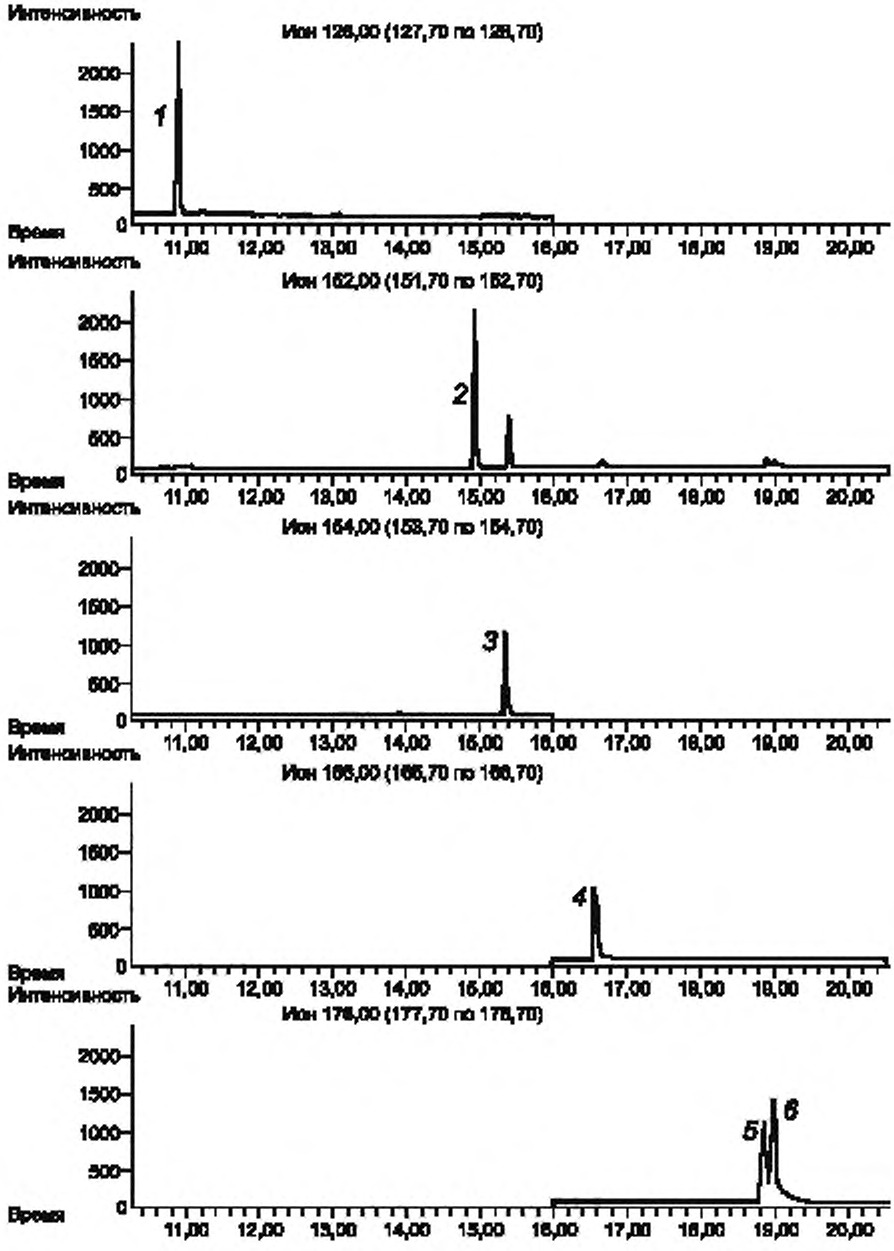


Рисунок Г.2 — Пример хроматограммы стандартного раствора 16 ПАУ в режиме селективного ионного детектирования (1-нафталин, 2-аценафтилен, 3-аценафтен, 4-флуорен, 5-фенантрен, 6-антрацен)

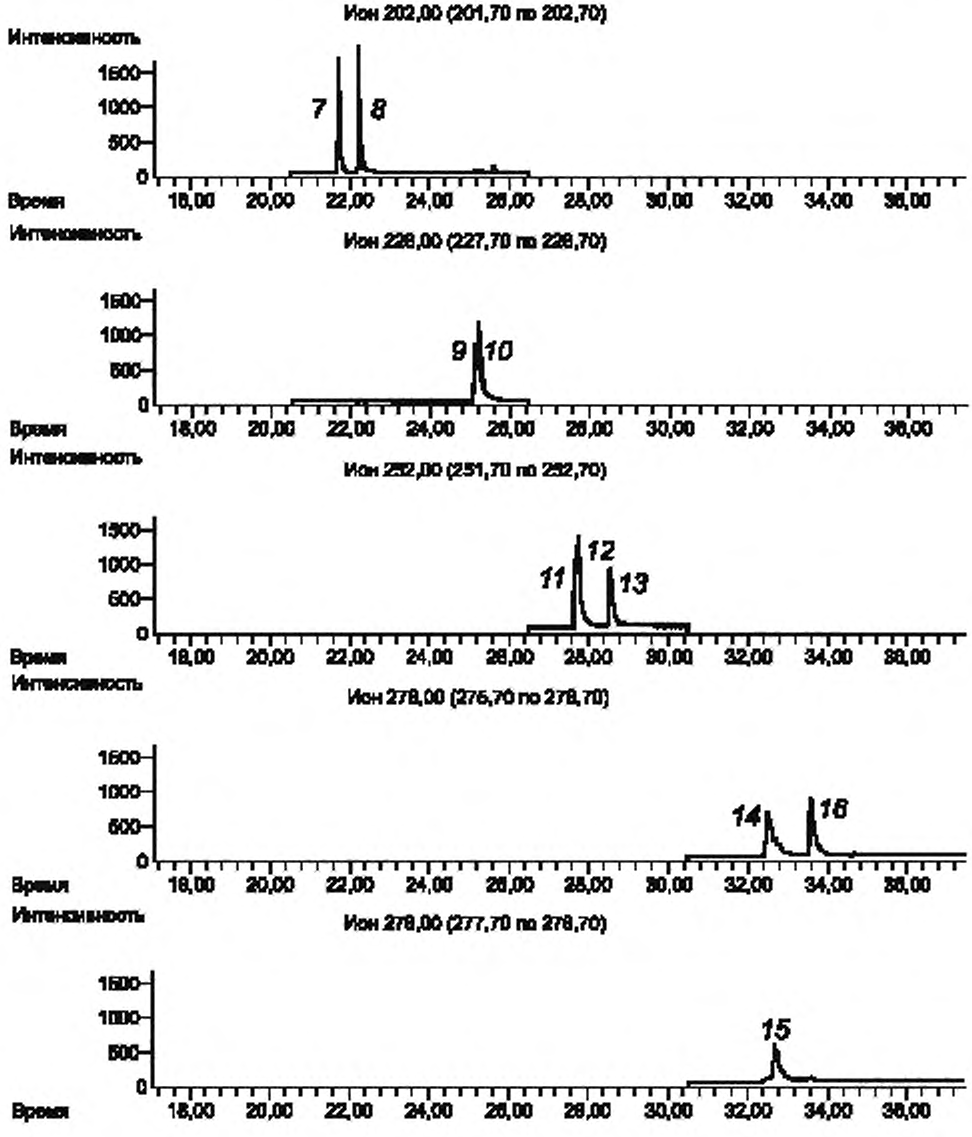
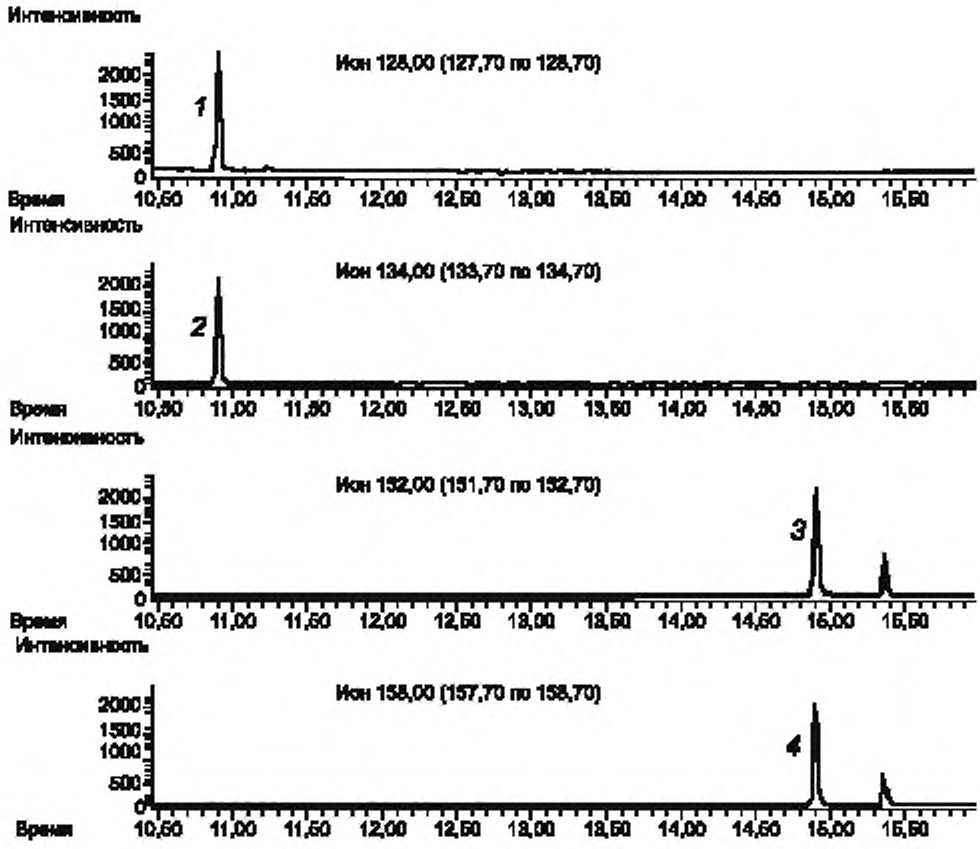


Рисунок Г.3 — Продолжение хроматограммы стандартного раствора 16 ПАУ, режим селективного ионного детектирования (*7* — флуорантен, *8* — пирен, *9* — бенз(а)антрацен, *10* — хризен, *11* — бенз(b)флуорантен, *12* — бенз(k)флуорантен, *13* — бенз(а)пирен, *14* — индено(1,2,3-с, d)пирен, *15* — дибенз(а,h)антрацен, *16* — бенз(g,h,i)перилен)



1 — нафталин; *2* — C^{13}-нафталин (внутренний стандарт); *3* — аценафтилен; *4* — C^{13}-аценафтилен (внутренний стандарт)

Рисунок Г.4 — Фрагмент хроматограммы градуировочного раствора № 2, режим селективного ионного детектирования

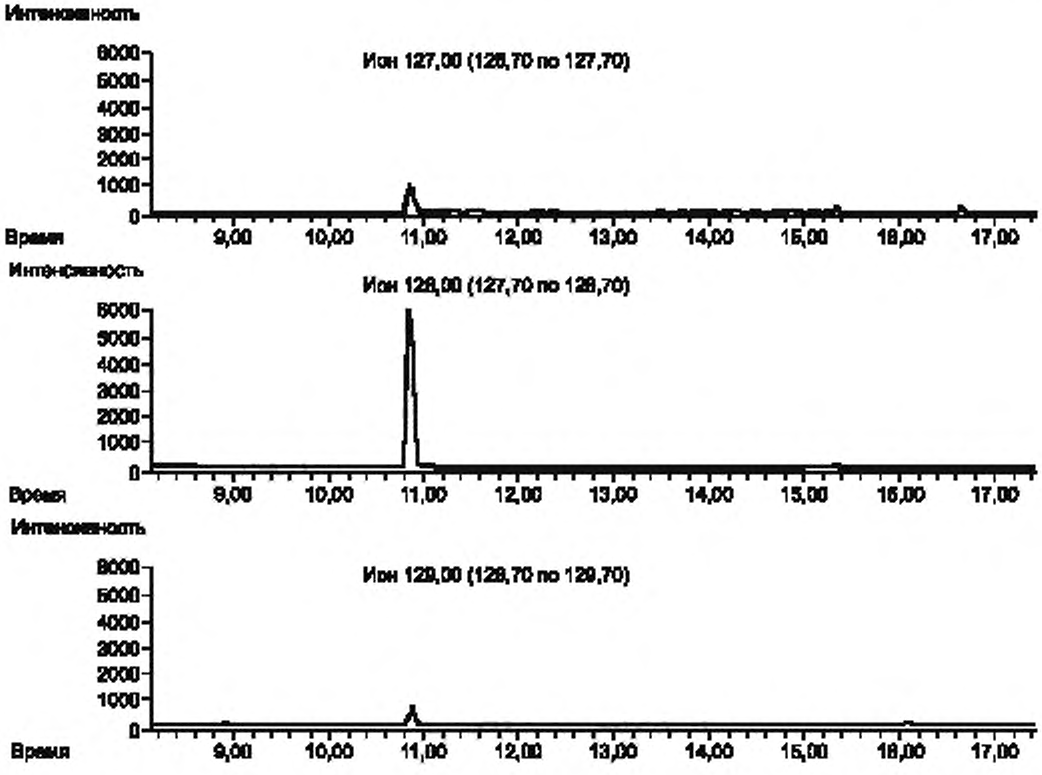


Рисунок Г.5 — Фрагмент хроматограммы, соответствующий главному и двум характеристичным ионам 127, 128, 129 нафталина

Приложение Д
(рекомендуемое)

Пример обработки и представления результатов определения массовой доли 16 индивидуальных приоритетных ПАУ и суммы ПАУ

Таблица Д.1 — Результаты определения массовой доли 16 индивидуальных приоритетных ПАУ и суммы ПАУ в образцах мишеней, изготовленных из различного сырья

Номер ПАУ	ПАУ	Массовая доля ПАУ, $млн^{-1}$	
		Образец № 1	Образец № 2
1	Нафталин	0,15	2,12
2	Аценафтилен	—	2,00
3	Аценафтен	—	0,12
4	Флуорен	0,21	1,42
5	Фенантрен	0,67	2,86
6	Антрацен	1,20	2,30
7	Флуорантен	< 0,10	1,18
8	Пирен	0,26	1,88
9	Бенз(а)антрацен	< 0,10	2,67
10	Хризен	0,23	1,41
11	Бенз(b)флуорантен	0,13	0,98
12	Бенз(k)флуорантен	0,16	0,96
13	Бенз(а)пирен	0,10	1,16
14	Дибенз(a,h)антрацен	0,11	1,12
15	Бенз(g,h,i)перилен	< 0,10	0,98
16	Индено(1,2,3-c,d)пирен	0,15	1,16
—	Сумма 16 ПАУ Окончательная	3,47 3,5	24,32 24,3

Относительная расширенная неопределенность измерений для индивидуальных ПАУ с массовой долей ≥ 0,10 $млн^{-1}$ составляет 15 % при коэффициенте охвата $k = 2$.

Абсолютную расширенную неопределенность измерений массовой доли суммы ПАУ для образца № 1 ($U_{\Sigma ПАУ}$), $млн^{-1}$ вычисляют по формуле

$$U_{\Sigma ПАУ} = \sum_{11} U_{ПАУ} + 0{,}015 \cdot 3 + 0{,}03\sqrt{2} = 3{,}47 \cdot 0{,}15 + 0{,}045 + 0{,}042 = 0{,}6 \text{ млн}^{-1}. \quad (Д.1)$$

Абсолютную расширенную неопределенность измерений массовой доли суммы ПАУ для образца № 2 ($U_{\Sigma ПАУ}$), $млн^{-1}$ вычисляют по формуле

$$U_{\Sigma ПАУ} = \sum_{16} U_{ПАУ} = 24{,}32 \cdot 0{,}15 = 3{,}6 \text{ млн}^{-1}. \quad (Д.2)$$

Библиография

[1] ТУ 2631-003-05807999—98 Гексан. Технические условия

[2] ТУ 6-09-14-2149—83 Метилен хлористый. Технические условия

[3] ТУ 6-09-1832—79 Натрий сернокислый безводный. Технические условия

[4] ТУ 6-09-5173—76 Ангидрид фосфорный. Технические условия

[5] ТУ 6-09-356—77 Натрий металлический. Технические условия

[6] ТУ 6-09-4711—81 Кальций хлорид обезвоженный. Технические условия

[7] ТУ 6-09-661—76 Нонан для хроматографии. Технические условия

[8] ТУ 51-40—80 Гелий газообразный. Технические условия

[9] ТУ 61-1-423—72 Баня водяная. Технические условия

[10] ТУ 16-531-299—78 Шкаф сушильный типа СНОЛ. Технические условия

[11] ТУ 3618-001-39436682—2003 Сита лабораторные. Технические условия

[12] ТУ 1-01-0593—79 Мельница зерновая лабораторная. Технические условия

[13] ТУ 3.836.008—83 Установка ультразвуковая «Серьга». Технические условия

[14] ТУ 34-021-113177—79 Электропечи. Технические условия

[15] ТУ 6-09-3513—86 Ацетон. Технические условия

[16] ТУ 25-1173-135—85 Ротационный испаритель. Технические условия

УДК 623.45:006.345 ОКС 97.220.40 У65

Ключевые слова: мишени, полиароматические углеводороды, хромато-масс-спектрометрия

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 04.06.2008. Подписано в печать 07.07.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,05. Тираж 155 экз. Зак. 865.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
›@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

ОКС 97.220.40

Изменение № 1 ГОСТ Р 52909—2008 Мишени для стендовой стрельбы и спортинга. Общие технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.12.2019 № 1423-ст

Дата введения — 2020—06—01

Содержание. Наименование приложения В изложить в новой редакции: «Методика измерений массовой доли 18 полициклических ароматических углеводородов в мишенях и пробах сырья для их изготовления методом хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением»;

приложение Д исключить.

Раздел 2. Исключить ссылки: ГОСТ 6995—77, ГОСТ 7328—2001;

заменить ссылки:

ГОСТ Р 8.568—97 на ГОСТ Р 8.568—2017, ГОСТ 164—89 на ГОСТ 164—90, ГОСТ 9142—90 на ГОСТ 9142—2014;

ГОСТ 7376—89 на «ГОСТ Р 52901—2007 Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия»;

ГОСТ 9147—90 на «ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия»;

ГОСТ 24104—2001 на «ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

ГОСТ 21241—89. Наименование дополнить словами: «и методы испытаний»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.019—2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 745—2014 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

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

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12433—83 Изооктаны эталонные. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4 Классификация

4.1 Мишени по способу движения подразделяют на следующие виды:

- мишени, летящие по воздуху и имитирующие полет птиц, — вид I;
- мишени, катящиеся по земле и имитирующие бег дичи, — вид II.

4.2 К мишеням вида I относятся следующие типы мишеней, отличающиеся размерами и массой:

- «Стандартная»;
- «Бату»;
- «Мини»,

- «Миди»;
- «Флэш».

4.2.1 Мишень типа «Флэш» представляет собой разновидность мишени типа «Стандартная» с помещенной в купольной или донной части мишени дозой порошкообразного пигмента, который создает яркое облачко в воздухе при попадании в мишень.

4.3 К мишеням вида II относятся следующие типы мишеней, отличающиеся размерами и массой:

- «Заяц Л»;
- «Заяц А»;
- «Заяц И».

4.4 Мишени могут быть неокрашенными, окрашенными с одной или двух сторон.

Примечание — Допускается изготовление мишеней новых видов и типов по согласованию со Стрелковым Союзом России».

Пункт 5.4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 7376 на ГОСТ Р 52901.

Подраздел 5.5. Первый абзац и таблицу 3 изложить в новой редакции:

«Массовая доля вредных веществ в мишенях не должна превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Предельно допустимая массовая доля вредных примесей в мишенях

Наименование вредной примеси	Предельно допустимая массовая доля, мг/кг, не более
Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), в том числе:	
Нафталин	10
Аценафтен	50 (сумма 7 ПАУ)
Аценафтилен	
Флуорен	
Фенантрен	
Антрацен	
Флуорантен	
Пирен	
Бенз(*a*)антрацен	1,0
Хризен	
Бенз(b)флуорантен	
Бенз(k)флуорантен	
Бензо(a)пирен	
Дибенз(a,h)антрацен	
Бензо(g,h,i)перилен	
Индено(1,2,3-c,d)пирен	
Бенз(j)флуорантен	
Бензо(e)пирен	
Сумма 18 ПАУ	50

».

Подраздел 7.3. Заменить ссылку: ГОСТ 24104 на ГОСТ Р 53228.

Подраздел 7.7 изложить в новой редакции:

«**7.7 Методы контроля экологической чистоты мишеней**

Методика проведения измерений массовой доли полиядерных ароматических углеводородов (ПАУ) приведена в приложении В. Отбор образцов для проведения испытаний — в соответствии с приложением В. Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм приведены в приложении Г».

Приложения В и Г изложить в новой редакции:

Приложение В
(обязательное)

Методика измерений массовой доли 18 полициклических ароматических углеводородов в мишенях и пробах сырья для их изготовления методом хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением

В настоящем приложении приведена методика выполнения измерений массовой доли 18 полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) (далее — аналиты) в образцах мишеней для стендовой стрельбы и пробах сырья для их изготовления в диапазоне измерений массовой доли индивидуальных ПАУ от 0,010 до 500 мг/кг и суммы ПАУ — от 0,010 до $9{,}0 \cdot 10^3$ мг/кг методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии (ГХ-МС) с изотопным разбавлением.

В.1 Показатели точности измерений

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с относительной расширенной неопределенностью, приведенной в таблице В.1.

Таблица В.1

Определяемый показатель	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Относительная расширенная неопределенность U°, % (при коэффициенте охвата $k = 2$)*
Индивидуальные ПАУ	От 0,010 до 500 включ.	15
Сумма ПАУ	От 0,010 до $9{,}0 \cdot 10^3$ включ.	Вычисляют по формуле (В.13)
* Указанная относительная расширенная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений $\pm\delta$, %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.		

В.2 Требования безопасности и охраны окружающей среды

Помещение лаборатории, в которой проводят анализ проб, должно соответствовать требованиям безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

При работе с электроустановками следует соблюдать требования по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

При работе на хромато-масс-спектрометре должны соблюдаться правила техники безопасности при работе со сжатыми газами.

При работе с реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021.

В.3 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, прошедшие обучение и имеющие соответствующую квалификацию для работы на оборудовании ГХ-МС.

В.4 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха $\left(20^{+15}_{-10}\right)$ °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа включительно (630 — 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % (при температуре воздуха 25 °С).

Другие условия измерений должны соответствовать инструкции по эксплуатации применяемого оборудования.

В.5 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

В.5.1 Средства измерений

В.5.1.1 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором, компьютерной системой обработки данных со встроенной библиотекой масс-спектров NIST, например Agilent 7890N/5977B, оснащенный хроматографической капиллярной колонкой со специализированной неподвижной фазой, например типа DB-EUPAH, внутренним диаметром 0,25 или 0,32 мм, длиной не менее 30 м, толщиной пленки неподвижной фазы 0,2 или 0,25, или 0,32 мкм.

В.5.1.2 Микрошприцы вместимостью 10, 100, 250, 1000 и 5000 $мм^3$ с систематической составляющей относительной погрешности измерения не более ±1 %.

В.5.1.3 Весы лабораторные электронные с наибольшим пределом взвешивания 101 г, ценой деления 0,01 мг.

В.5.1.4 Термометр лабораторный с ценой деления 1 °С, диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С включительно по ГОСТ 28498.

В.5.1.5 Раствор 16 дейтерированных ПАУ с номинальным значением массовой концентрации ПАУ 100 мкг/см^3.

В.5.1.6 Сертифицированный раствор 16 приоритетных ПАУ с номинальным значением массовой концентрации 500 мкг/см^3.

В.5.1.7 Бенз(j)флуорантен с содержанием основного вещества не менее 98 %.

В.5.1.8 Раствор бензо(е)пирена с номинальным значением массовой концентрации 200 мкг/см^3.

В.5.2 Реактивы и материалы

В.5.2.1 Гексан квалификации «для проведения следовых анализов».

В.5.2.2 Метилен хлористый квалификации ос. ч.

В.5.2.3 Изооктан эталонный по ГОСТ 12433.

В.5.2.4 Натрий сернокислый безводный (сульфат натрия) по ГОСТ 4166, квалификации ч.д.а.

В.5.2.5 Стандартный образец состава нонана для хроматографии.

В.5.2.6 Гелий газообразный марки А.

В.5.2.7 Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293.

В.5.2.8 Оксид алюминия нейтральный с размером частиц 0,05—0,15 мм, pH (7,0 ± 0,5).

В.5.2.9 Силикагель с размером частиц 0,063—0,200 мм.

В.5.2.10 Ацетон квалификации ос. ч.

В.5.2.11 Метанол высокой чистоты.

В.5.2.12 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, квалификации х.ч.

В.5.2.13 Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, квалификации х.ч.

В.5.3 Вспомогательные устройства

В.5.3.1 Стеклянные флаконы (виалы) вместимостью 1,8 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

В.5.3.2 Стеклянные флаконы вместимостью 4,5 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

В.5.3.3 Стеклянные флаконы вместимостью 15 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

В.5.3.4 Емкость из темного стекла вместимостью не менее 0,5 дм^3 с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой и инертной прокладкой.

В.5.3.5 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336: воронка лабораторная, колбы плоскодонные, колбы круглодонные, колбы конические, стаканы химические, эксикатор.

В.5.3.6 Колбы мерные номинальной вместимостью 10 см^3, 100 см^3 по ГОСТ 1770.

В.5.3.7 Колонки стеклянные длиной не менее 200 мм и внутренним диаметром от 15 до 20 мм с носиком или краном.

В.5.3.8 Холодильник бытовой любого типа, оснащенный морозильной камерой.

В.5.3.9 Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

В.5.3.10 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

В.5.3.11 Шкаф сушильный лабораторный с максимальной температурой не ниже 200 °С.

В.5.3.12 Установка ультразвуковая для экстракции.

В.5.3.13 Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

В.5.3.14 Электропечь лабораторная муфельная с максимальной температурой не ниже 600 °С.

В.5.3.15 Набор сит лабораторных по ГОСТ Р 51568.

В.5.3.16 Мельница зерновая лабораторная.

В.5.3.17 Ротационный испаритель.

В.5.3.18 Измеритель параметров микроклимата (температуры окружающего воздуха, атмосферного давления, влажности воздуха) любого типа.

В.5.3.19 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

В.5.3.20 Алюминиевая фольга по ГОСТ 745.

В.5.3.21 Пипетка градуированная 2-го класса точности номинальной вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 29227.

В.5.3.22 Волокнистый кварцевый материал или вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

В.5.4 Допускается применение других средств измерений, в том числе иных элементов применяемой измерительной системы (хроматографических капиллярных колонок, программ обработки данных и др.), оборудования, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Допускается использование в качестве внутренних стандартов других соединений, которые имеют сходные с аналитами физико-химические характеристики, аналогичное хроматографическое поведение и заведомо отсутствуют в анализируемом образце (например, С-меченые ПАУ).

В.6 Метод измерений

Метод измерений основан на ультразвуковой экстракции измельченной и отситованной пробы органическим растворителем, внесении в экстракт внутренних стандартов, очистке экстракта от сопутствующих соединений методом колоночной хроматографии и последующем анализе методом ГХ-МС в режиме регистрации выбранных ионов.

Идентификацию аналитов проводят по абсолютным временам удерживания и соотношениям площадей хроматографических пиков двух выбранных ионов для каждого аналита на ионных масс-фрагментограммах.

При значительном содержании аналитов в пробе возможна идентификация по библиотекам масс-спектров после анализа экстракта в режиме регистрации хроматограмм по полному ионному току (TIC).

Количественное определение аналитов выполняют методом внутреннего стандарта с использованием в качестве внутренних стандартов изотопномеченых аналогов аналитов.

В.7 Подготовка к выполнению измерений

В.7.1 Подготовка лабораторной посуды

Посуду непосредственно перед использованием ополаскивают двумя порциями гексана и сушат.

После использования посуду ополаскивают 2—3 раза последним растворителем (емкости после удаления конечного экстракта ополаскивают последним растворителем 3—4 раза), моют с использованием моющего средства, ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре (130 ± 10) °С.

В.7.2 Подготовка реактивов и материалов

Растворители марки «pesticide grade» или аналогичной чистоты используют без дополнительной обработки. Контроль качества растворителей — по В.11.2.

Растворители другой квалификации могут быть очищены с использованием соответствующих методов.

Растворители и сорбенты готовят к использованию только в стеклянной посуде и хранят в посуде из темного стекла с закручивающимися крышками и прокладками из инертного материала.

Примечание — Допускается хранить подготовленные сорбенты в склянках с притертой пробкой в эксикаторе над безводным хлористым кальцием.

В.7.2.1 Подготовка безводного сульфата натрия

Порцию сульфата натрия (около 100 г) насыпают в фарфоровую чашку, помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре (650 ± 20) °С не менее 6 ч.

Подготовленный сульфат натрия хранят в закрытой стеклянной посуде при температуре $\left(20^{+15}_{-10}\right)$ °С. Срок хранения — не более 3 мес.

В.7.2.2 Подготовка кварцевого волокнистого материала

Кварцевый волокнистый материал или медицинскую гигроскопическую вату по В.5.3.22 помещают в фарфоровую чашку и прокаливают при температуре (800 ± 20) °С не менее 6 ч. Материал хранят в закрытой стеклянной посуде. Срок хранения не ограничен.

В.7.2.3 Подготовка силикагеля

Порцию силикагеля по В.5.2.9 (около 100 г) насыпают в фарфоровую чашку, помещают в сушильный шкаф и кондиционируют при температуре 180 °С не менее 4 ч или при температуре 130 °С не менее 15 ч.

Подготовленный силикагель быстро переносят в емкость из темного стекла, не охлаждая его и не допуская длительного контакта с воздухом.

Подготовленный силикагель хранят при температуре $\left(20^{+15}_{-10}\right)$ °С. Срок хранения — не более 3 мес.

В.7.2.3.1 Подготовка силикагеля, импрегнированного фосфорной кислотой (с массовой долей около 40 %)

В стеклянную круглодонную колбу вместимостью 500 $см^3$ с притертой пробкой помещают (24,0 ± 0,5) $см^3$ ортофосфорной кислоты по В.5.2.13 и быстро добавляют (60 ± 2) г нагретого до температуры 130 °С — 180 °С силикагеля по В.7.2.3, не допуская его охлаждения и длительного контакта с воздухом. Колбу интенсивно встряхивают до получения однородного свободно текущего порошка и выдерживают в течение суток в закрытом эксикаторе.

Подготовленный импрегнированный силикагель хранят в емкости из темного стекла при температуре $\left(20^{+15}_{-10}\right)$ °С. Срок хранения — не более 3 мес.

В.7.2.3.2 Подготовка силикагеля, импрегнированного щелочью (с массовой долей около 33 %)

В химический стакан вместимостью 500 $см^3$ помещают (50,0 ± 0,5) г гидроокиси калия и растворяют его при нагревании приблизительно в 150 $см^3$ метанола, дают раствору остыть до температуры 30 °С —40 °С и при постоянном помешивании добавляют (100 ± 3) г силикагеля (см. В.7.2.3), затем интенсивно перемешивают до получения однородной массы.

Остатки метанола отдувают азотом до получения однородного сыпучего порошка, затем силикагель кондиционируют при 130 °С не менее 15 ч.

Полученную порцию импрегнированного силикагеля переносят в емкость из темного стекла, не охлаждая его и не допуская длительного контакта с воздухом.

Подготовленный импрегнированный силикагель хранят при температуре $\left(20^{+15}_{-10}\right)$ °С. Срок хранения — не более 3 мес.

В.7.2.4 Подготовка оксида алюминия

Порцию оксида алюминия по В.5.2.8, необходимую для очистки экстрактов проб, помещают в фарфоровую чашку и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 180 °С в течение 3 ч непосредственно перед использованием.

В.7.2.5 Приготовление растворителей для очистки экстракта проб методом колоночной хроматографии

В.7.2.5.1 Приготовление смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (90:10)

Для приготовления 100 $см^3$ смеси в мерный цилиндр (колбу) вместимостью 100 $см^3$ наливают 90 $см^3$ гексана и добавляют 10 $см^3$ хлористого метилена.

Смесь готовят непосредственно перед использованием.

В.7.2.5.2 Приготовление смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (1:1)

Для приготовления 100 $см^3$ смеси в мерный цилиндр (колбу) вместимостью 100 $см^3$ наливают 50 $см^3$ гексана и добавляют 50 $см^3$ хлористого метилена.

Смесь готовят непосредственно перед использованием.

В.7.2.6 Приготовление растворов ПАУ

Для приготовления растворов используют микрошприцы, обеспечивающие минимальную погрешность при отборе указанных ниже объемов растворителя и растворов стандартных образцов.

Растворы аналитов и дейтерированных ПАУ готовят в стеклянных флаконах с завинчивающейся крышкой и тефлоновой прокладкой и хранят при температуре не выше минус 10 °С.

Допускается приготовление растворов с другими концентрациями (или количествами) внутренних стандартов и аналитов, соответствующими диапазону измерения.

В.7.2.6.1 Приготовление раствора дейтерированных внутренних стандартов ПАУ с массовой концентрацией 10 $нг/мм^3$

Во флакон вместимостью 1,8 $см^3$ вносят:

- 900 $мм^3$ изооктана;
- 100 $мм^3$ раствора дейтерированных ПАУ с концентрацией 100 $мкг/см^3$ по В.5.1.5.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

В.7.2.6.2 Приготовление рабочего раствора дейтерированных внутренних стандартов ПАУ с массовой концентрацией 1 $нг/мм^3$

Во флакон вместимостью 1,8 $см^3$ вносят:

- 900 $мм^3$ изооктана;
- 100 $мм^3$ раствора дейтерированных ПАУ с концентрацией 10 $нг/мм^3$ по В.7.2.6.1.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

В.7.2.6.3 Приготовление раствора бенз(j)флуорантена с номинальной массовой концентрацией 500 $нг/мм^3$

Для приготовления 10 $см^3$ раствора в мерной колбе номинальной вместимостью 10 $см^3$ взвешивают (5,0 ± 1,0) мг бенз(j)флуорантена, фиксируют точную массу навески *M*, мг, и доводят объем в колбе изооктаном до метки.

Концентрацию бенз(j)флуорантена *C*, $мг/см^3$ ($мкг/мм^3$), в приготовленном растворе рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m \cdot w \cdot 0{,}01}{V}, \qquad (В.1)$$

где *m* — масса навески бенз(j)флуорантена, мг;

w — массовая доля основного вещества, %;

V — объем раствора, $см^3$.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

В.7.2.6.4 Приготовление рабочего раствора 18 аналитов с массовой концентрацией 5 $нг/мм^3$

Во флакон вместимостью 4,5 $см^3$ вносят:

- 3820 $мм^3$ изооктана;
- 40 $мм^3$ раствора 16 приоритетных ПАУ с концентрацией 500 $нг/мм^3$ по В.5.1.6;
- 40 $мм^3$ раствора бенз(j)флуорантена по В.7.2.6.3;
- 100 $мм^3$ раствора бензо(е)пирена с концентрацией 200 $нг/мм^3$ по В.5.1.8.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

В.7.2.6.5 Приготовление рабочего раствора 18 аналитов с массовой концентрацией 0,1 $нг/мм^3$

Раствор готовят разбавлением раствора 18 аналитов по В.7.2.6.4 в 50 раз. Для этого во флакон вместимостью 1,8 $см^3$ вносят:

- 20 $мм^3$ раствора 18 аналитов по В.7.2.6.4;
- 980 $мм^3$ изооктана.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

В.7.2.6.6 Приготовление градуировочных растворов ПАУ

Готовят не менее пяти градуировочных растворов, например, в соответствии с таблицей В.2.

Таблица В.2

Градуировочный раствор ПАУ	Рабочий раствор аналитов по В.7.2.6.5	Рабочий раствор аналитов по В.7.2.6.4	Раствор дейтерированных внутренних стандартов по В.7 2.6.2	Изооктан
	Объем, мм^3			
№ 1	10	—	100	140
№ 2	50	—	100	100
№ 3	—	5	100	145
№ 4	—	20	100	130
№ 5	—	100	100	50

Содержание аналитов и дейтерированных внутренних стандартов в градуировочных растворах приведено в таблице В.3.

Градуировочная характеристика может быть построена с использованием концентраций (или количеств) компонентов в градуировочных растворах.

Примечание — Концентрации (или количества) аналитов в градуировочных растворах могут отличаться от указанных в таблице В.3.

Таблица В.3 — Содержание ПАУ в градуировочных растворах, приготовленных по В.7.2.6.6

ПАУ	Градуировочные растворы				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
	Количество, нг				
Нафталин	1	5	25	100	500
Аценафтилен	1	5	25	100	500
Аценафтен	1	5	25	100	500
Флуорен	1	5	25	100	500
Фенантрен	1	5	25	101	500
Антрацен	1	5	25	100	500
Флуорантен	1	5	25	100	500
Пирен	1	5	25	100	500
Бенз(а)антрацен	1	5	25	100	500
Хризен	1	5	25	100	500
Бенз(b)флуорантен	1	5	25	100	500
Бенз(k)флуорантен	1	5	25	100	500
Бензо(а)пирен	1	5	25	100	500
Дибенз(a,h)антрацен	1	5	25	100	500
Бензо(g,h,i)перилен	1	5	25	100	500
Индено(1,2,3-c,d)пирен	1	5	25	100	500
Бенз(j)флуорантен	1	5	25	100	500
Бензо(е)пирен	1	5	25	100	500
Нафталин (D_8)	100	100	100	100	100
Аценафтилен (D_8)	100	100	100	100	100

Окончание таблицы В.3

ПАУ	Градуировочные растворы				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
	Количество, нг				
Аценафтен (D_{10})	100	100	100	100	100
Флуорен (D_{10})	100	100	100	100	100
Фенантрен (D_{10})	100	100	100	100	100
Антрацен (D_{10})	100	100	100	100	100
Флуорантен (D_{10})	100	100	100	100	100
Пирен (D_{10})	100	100	100	100	100
Бенз(а)антрацен (D_{12})	100	100	100	100	100
Хризен (D_{12})	100	100	100	100	100
Бенз(b)флуорантен (D_{12})	100	100	100	100	100
Бенз(k)флуорантен (D_{12})	100	100	100	100	100
Бензо(а)пирен (D_{12})	100	100	100	100	100
Дибенз(a,h)антрацен (D_{12})	100	100	100	100	100
Бензо(g,h,i)перилен (D_{12})	100	100	100	100	100
Индено(1,2,3-c,d)пирен (D_{12})	100	100	100	100	100

В.7.3 Подготовка системы ГХ-МС

В.7.3.1 Систему ГХ-МС с установленной хроматографической колонкой готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

Устанавливают следующие параметры работы масс-спектрометра:

- температура интерфейса — 280 °С;
- температура ионного источника — 230 °С;
- температура квадруполя — 150 °С;
- энергия ионизирующих электронов — 70 эВ.

В.7.3.2 Устанавливают условия хроматографического анализа ПАУ.

Для выбора условий хроматографического разделения выполняют анализ одного из градуировочных растворов в режиме регистрации полного ионного тока (TIC).

Выбор условий хроматографического разделения проводят индивидуально для каждой колонки. Выбранные условия должны удовлетворять следующим критериям:

- разделение пиков аналитов на масс-хроматограмме должно быть полным;
- для градуировочного раствора с минимальным содержанием аналитов соотношение сигнал/шум (S/N) для ионов всех аналитов должно быть не менее 5 (определяют средствами программного обеспечения масс-спектрометра).

Пример параметров хроматографического разделения приведен в таблице В.4.

Таблица В.4 — Рекомендуемые условия хроматографического разделения

Характеристика	Прибор: Agilent 5977B, колонка. DB-EUPAH, 60 м × 0,25 мм × 0,25 мкм
Газ-носитель	Гелий
Объем вводимой пробы, $мм^3$	1
Испаритель, режим работы	Без деления потока (splitless)
Время срабатывания клапана, мин	1
Температура испарителя, °С	280

Окончание таблицы В.4

Характеристика	Прибор: Agilent 5977B, колонка: DB-EUPAH, 60 м × 0,25 мм × 0,25 мкм
Время выдержки при начальной температуре термостата 70 °С, мин	2
Скорость нагрева 1, °С/мин	20
Промежуточная температура термостата, °С	220
Время выдержки при температуре 220 °С, мин	0
Скорость нагрева 2, °С/мин	10
Конечная температура, °С	290
Время выдержки при температуре 290 °С, мин	70
Время анализа, мин	86,5

В.7.3.3 Устанавливают условия масс-спектрометрического анализа ПАУ.

Для выбора условий масс-спектрометрического анализа фиксируют времена удерживания аналитов на хроматограмме одного из градуировочных растворов и формируют «окна» выхода аналитов. Устанавливают режим регистрации выбранных ионов (SIM) и вносят выбранные ионы ПАУ в соответствующие «окна» выхода.

Примеры условий масс-спектрометрического анализа 18 ПАУ в режиме селективного детектирования ионов приведены в таблице В.5.

Таблица В.5 — Хромато-масс-спектрометрические характеристики определяемых веществ

ПАУ		Масса главного иона, а.е.м.		Масса подтверждающих ионов, а.е.м.	
Определяемые ПАУ	Внутренний стандарт (ВС)	ПАУ	ВС	ПАУ	ВС
Нафталин	Нафталин (D_8)	128	136	129,127	137
Аценафтилен	Аценафтилен (D_8)	152	160	151,153	161
Аценафтен	Аценафтен (D_{10})	154	164	153,152	165
Флуорен	Флуорен (D_{10})	166	176	165,167	177
Фенантрен	Фенантрен (D_{10})	178	188	179,176	189
Антрацен	Антрацен (D_{10})	178	188	179,176	189
Флуорантен	Флуорантен (D_{10})	202	212	101,203	213
Пирен	Пирен (D_{10})	202	212	101,203	213
Бенз(а)антрацен	Бенз(а)антрацен (D_{12})	228	240	229,226	241
Хризен	Хризен (D_{12})	228	240	229,226	241
Бенз(b)флуорантен	Бенз(b)флуорантен (D_{12})	252	264	253,126	265
Бенз(j)флуорантен	Бенз(b)флуорантен (D_{12})	252	264	253,126	265
Бенз(k)флуорантен	Бенз(k)флуорантен (D_{12})	252	264	253,126	265
Бензо(е)пирен	Бензо(а)пирен (D_{12})	252	264	253,126	265
Бензо(а)пирен	Бензо(а)пирен (D_{12})	252	264	253,126	265
Индено(1,2,3-c,d)пирен	Индено(1,2,3-c,d)пирен (D_{12})	276	288	138,227	289
Дибенз(a,h)антрацен	Дибенз(a,h)антрацен (D_{14})	278	292	139,279	293
Бензо(g,h,i)перилен	Бензо(g,h,i)перилен (D_{12})	276	288	138,277	289

В.7.4 Градуировка

В.7.4.1 Градуировку выполняют с использованием средств программного обеспечения системы ГХ-МС.

Устанавливают метод анализа ПАУ, в котором регистрируют масс-хроматограммы градуировочных растворов, приготовленных по В.7.2.6.6.

В.7.4.2 По масс-хроматограммам градуировочных растворов:

- определяют абсолютное время удерживания всех аналитов и внутренних стандартов;
- для каждого *i*-го аналита рассчитывают относительный фактор отклика RRF_i относительно соответствующего внутреннего стандарта (таблица В.5) по формуле

$$RRF_i = \frac{S_i \cdot C_{is}}{S_{is} \cdot C_i}, \tag{В.2}$$

где S_i — площадь пика индивидуального ПАУ на хроматограмме;

S_{is} — площадь пика внутреннего стандарта индивидуального ПАУ на хроматограмме;

C_i — концентрация индивидуального ПАУ, нг/мм^3 (или его количество Q, нг);

C_{is} — концентрация соответствующего внутреннего стандарта индивидуального ПАУ, нг/мм^3 (или его количество Q, нг).

В.7.4.3 Для каждого аналита вычисляют среднее значение относительного фактора отклика RRF_{icp} по формуле

$$RRF_{icp} = \frac{\sum_1^n RRF_{ik}}{n}, \tag{В.3}$$

где RRF_{ik} — значение относительного фактора отклика при k-м анализе градуировочных растворов;

n — общее число измерений всех градуировочных растворов.

В.7.4.4 Среднее квадратичное отклонение $S_{RRF,i}$ и относительное среднее квадратичное отклонение $RSD_{RRF,i}$ относительного фактора отклика рассчитывают по формулам

$$S_{RRF,i} = \sqrt{\frac{\sum (RRF_i - RRF_{icp})^2}{n-1}}, \tag{В.4}$$

$$RSD_{RRF,i} = 100\frac{S_{RRF,i}}{RRF_{icp}}. \tag{В.5}$$

В.7.4.5 Градуировочную характеристику аналита считают приемлемой, если относительное среднее квадратичное отклонение $RSD_{RRF,i}$ относительного фактора отклика не превышает 13 %.

При невыполнении указанного критерия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их. В случае необходимости готовят новые градуировочные растворы.

Градуировку проводят повторно после ремонта прибора, при смене хроматографической колонки, а также при получении неудовлетворительных результатов контроля по В.11.1.

В.8 Порядок выполнения измерения

В.8.1 Предварительная подготовка пробы

Отобранные для анализа образцы мишеней и/или пробы сырья измельчают в ступке и/или с помощью зерновой мельницы, затем просеивают через сито с размером отверстий не более 0,25 мм. Полученные отситованные пробы тщательно перемешивают.

Для дальнейшей подготовки к выполнению измерений из каждой пробы отбирают две навески массой (1,0 ± 0,2) г каждая. Значение массы регистрируют с точностью до третьего десятичного знака.

В.8.2 Ультразвуковая экстракция

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску пробы массой (1,0 ± 0,2) г, приливают 30 см^3 гексана и помещают колбу в ультразвуковую баню и подвергают ультразвуковой обработке в течение 15 мин. Полученный экстракт декантируют в мерную колбу вместимостью 100 см^3, остаток вторично обрабатывают в соответствии с указанной процедурой, экстракты объединяют в мерной колбе, доводят до метки гексаном и тщательно перемешивают ($V_э$). Для последующей очистки отбирают пипеткой номинальной вместимостью 10 см^3 аликвоту объединенного экстракта объемом 10 см^3 ($V_а$) и добавляют в нее 100 мм^3 раствора внутренних стандартов по В.7.2.6.2.

В.8.3 Очистка экстракта

В.8.3.1 Предварительная очистка

Предварительную очистку проводят, если экстракт имеет интенсивную окраску. В колбу с аликвотой экстракта добавляют 1—2 см^3 силикагеля, импрегнированного фосфорной кислотой, и оставляют на 3—4 ч. При не-

обходимости в колбу добавляют еще одну (или более) порцию силикагеля до полного обесцвечивания экстракта. Очищенный экстракт декантируют во флакон вместимостью 15 $см^3$ и подвергают дальнейшей очистке.

В.8.3.2 Очистка экстракта на многослойной колонке

В стеклянную колонку с внутренним диаметром от 15 до 20 мм помещают подложку из кварцевого волокнистого материала по В.7.2.2, на нее последовательно насыпают:

- (2,0 ± 0,2) $см^3$ силикагеля по В.7.2.3;
- (4,0 ± 0,2) $см^3$ силикагеля, импрегнированного гидроокисью калия по В.7.2.3.2;
- (2,0 ± 0,2) $см^3$ силикагеля по В.7.2.3;
- (4,0 ± 0,2) $см^3$ силикагеля, импрегнированного фосфорной кислотой по В.7.2.3.1;
- (4,0 ± 0,2) $см^3$ силикагеля по В.7.2.3;
- (2,0 ± 0,2) $см^3$ безводного сульфата натрия по В.7.2.1.

Экстракт по В.8.3.1 количественно переносят на многослойную колонку. Когда уровень экстракта достигнет слоя сульфата натрия, колонку элюируют 50 $см^3$ смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (90:10) по В.7.2.5.1. Элюат собирают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$.

В.8.3.3 Очистка экстракта на оксиде алюминия

В стеклянную колонку с внутренним диаметром от 15 до 20 мм помещают подложку из кварцевого волокнистого материала по В.7.2.2, на нее насыпают 5 $см^3$ свежеприготовленного оксида алюминия по В.7.2.4 и 2 $см^3$ безводного сульфата натрия по В.7.2.1. Экстракт по В.8.3.2 наносят на колонку. После того как экстракт полностью впитается в верхний слой безводного сульфата натрия, колонку промывают 10 $см^3$ гексана. Гексановый элюат отбрасывают. Колонку элюируют 50 $см^3$ смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (1:1) по В.7.2.5.2 с объемной скоростью около 1 $см^3$/мин.

Элюат собирают в колбу для выпаривания, добавляют 0,5 $см^3$ нонана и упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 30 °С до объема менее 1,8 $см^3$. Затем количественно переносят во флакон вместимостью 1,8 $см^3$ и концентрируют в токе азота до объема около 250 $мм^3$. Для анализа отбирают 1 $мм^3$ полученного раствора.

Экстракты хранят в защищенном от света месте при температуре не выше минус 10 °С. Срок хранения — не более 6 мес.

В.8.4 Разбавление экстракта

Процедуру проводят в тех случаях, когда концентрация (или количество) одного или нескольких аналитов в экстракте превышает значение градуировочного раствора с наибольшей концентрацией (или количеством).

Перед разбавлением объем экстракта измеряют с помощью шприца вместимостью 250 $мм^3$.

Оптимально рекомендуемое разбавление экстракта — в 100 раз. Для этого в стеклянный флакон вместимостью 1,8 $см^3$ с завинчивающейся крышкой и тефлоновой прокладкой добавляют:

- 890 $мм^3$ изооктана;
- 10 $мм^3$ экстракта (аликвота);
- 100 $мм^3$ раствора дейтерированных внутренних стандартов по В.7.2.6.2.

Полученный разбавленный экстракт упаривают в токе азота до объема около 250 $мм^3$, анализируют и рассчитывают содержание аналитов по В.9.1. При расчете содержания аналитов учитывают долю отобранной аликвоты от объема экстракта до разбавления.

В.8.5 Анализ экстрактов

Хромато-масс-спектрометрический анализ подготовленных экстрактов выполняют в тех же условиях, в которых проводят градуировку по В.7.4.

В.8.6 Идентификация ПАУ

Идентификацию определяемых ПАУ проводят в режиме селективного ионного детектирования по временам удерживания и двум основным характеристичным ионам (таблица В.5).

Аналиты считают идентифицированными, если:

- времена удерживания аналитов совпадают с временами удерживания, установленными в процессе градуировки, или отличаются от них не более чем на 0,05—0,1 мин;
- относительная интенсивность пиков двух вспомогательных ионов в масс-спектрах определяемых ПАУ не отличается более чем на 20 % от интенсивностей этих же пиков в спектрах градуировочных растворов;
- соотношение сигнал/шум для каждого из характеристичных ионов составляет не менее 5:1;
- при проведении идентификации по полному спектру, в нем присутствуют все пики, имеющие в справочном масс-спектре относительную интенсивность 10 % и более, максимальное расхождение в значениях относительной интенсивности не превышает 20 %;
- пик аналита не перекрывается с другими пиками на хроматограмме на уровне, превышающем 35 % их средней высоты. При появлении в отбираемых пробах других мешающих соединений или при применении другой хроматографической колонки целесообразно добиваться разделения пиков в соответствии с указанным 35 %-ным критерием, изменяя хроматографические условия анализа.

В.9 Обработка результатов измерений

В.9.1 Количественное определение

Рассчитывают количество каждого обнаруженного *i*-го аналита в аликвоте Q_i, нг, по формуле

$$Q_i = \frac{S_i \cdot Q_{is}}{S_{is} \cdot RRF_{i\text{ср}}}, \quad (В.6)$$

где S_i — площадь пика иона аналита, у.е.;

S_{is} — площадь пика иона соответствующего внутреннего стандарта, у.е.;

Q_{is} — количество соответствующего внутреннего стандарта, добавленное к аликвоте раствора пробы, нг;

$RRF_{i\text{ср}}$ — относительный фактор отклика аналита в долях единицы.

Рассчитывают массовую долю *i*-го аналита в пробе W_i, мг/кг, по формуле

$$W_i = \frac{Q_i \cdot V_э \cdot k_р}{m \cdot V_а \cdot 1000}, \quad (В.7)$$

где m — масса навески пробы, г;

$V_а$ — объем аликвоты, взятой на анализ по В.8.2, мм^3 (или см^3);

$V_э$ — объем экстракта по В.8.2, мм^3 (или см^3);

$k_р$ — коэффициент, учитывающий долю аликвоты, отобранной для разбавления конечного экстракта.

Значение $k_р$ рассчитывают по формуле

$$k_р = \frac{V_{кэ}}{V_{ар}}, \quad (В.8)$$

где $V_{кэ}$ — объем конечного экстракта по В.8.3.3, мм^3;

$V_{ар}$ — аликвота экстракта, отобранная для разбавления по В.8.4, мм^3.

В.9.2 Среднюю массовую долю *i*-го ПАУ в пробе $W_{i\text{ср}}$ вычисляют по формуле

$$W_{i\text{ср}} = \frac{W_{i1} + W_{i2}}{2}, \quad (В.9)$$

где W_{i1} и W_{i2} — массовые доли i-го ПАУ в первой и второй навесках пробы соответственно, рассчитанные по формуле (В.7).

В.9.3 Проверка приемлемости результатов измерений

Приемлемость результатов параллельных определений массовой доли ПАУ в первой и второй навесках пробы, W_{i1} и W_{i2}, оценивают по величине расхождения d, %, вычисляемой по формуле

$$d = \left| \frac{W_{i1} + W_{i2}}{W_{i\text{ср}}} \right| \cdot 100. \quad (В.10)$$

Расхождение результатов параллельных определений d не должно превышать 15 %.

Если условие (В.10) выполняется, то за результат принимают среднее значение результатов, рассчитанное по формуле (В.9). Если условие (В.10) не выполняется, то повторяют измерения.

В.9.4 Если массовая доля индивидуальных ПАУ менее нижнего значения диапазона измерений настоящей методики (0,010 мг/кг), то при вычислении суммы ПАУ их массовую долю принимают равной половине нижнего значения диапазона измерений (0,005 мг/кг) и им приписывают расширенную неопределенность ±30 %.

Суммарную массовую долю ПАУ в пробе $W_{\Sigma\text{ПАУ}}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$W_{\Sigma\text{ПАУ}} = \sum^{n} W_{i\text{ср}} + f \cdot 0{,}005, \quad (В.11)$$

где n — количество индивидуальных ПАУ, для которых $W_{i\text{ср}} \geq 0{,}010$ мг/кг;

f — количество индивидуальных ПАУ, для которых $W_{i\text{ср}} \leq 0{,}010$ мг/кг.

В.10 Представление результатов измерений

В.10.1 Окончательный результат определения массовой доли *i*-го ПАУ в образце мишени (пробе сырья) записывают с точностью до трех значащих цифр и в полном формате представляют в следующем виде: $W_{i\text{ср}}$ мг/кг (U^o, %), где U^o — относительная расширенная неопределенность, %, вычисленная с применением коэффициента охвата, $k = 2$ (см. таблицу В.1).

Пример

Полученный результат:	**Представление результата:**
W_{icp} **= 0,03201 мг/кг**	W_{icp} **= 0,0320 мг/кг (**U^o **= 15 %);**
W_{icp} **= 0,9418 мг/кг**	W_{icp} **= 0,942 мг/кг (**U^o **= 15 %);**
W_{icp} **= 50,673 мг/кг**	W_{icp} **= 50,6 мг/кг (**U^o **= 15 %);**
W_{icp} **= 893 мг/кг**	W_{icp} **= 893 мг/кг (**U^o **= 15 %);**
W_{icp} **= 1332 мг/кг**	W_{icp} **= 1330 мг/кг (**U^o **= 15 %).**

В.10.2 Значение U^o для суммы 18 ПАУ рассчитывают по формуле

$$U^o\sum_n \text{ПАУ} = \frac{15\Sigma W_{icp} + 30 \cdot f \cdot 0{,}005}{\Sigma W_{icp} + f \cdot 0{,}005}, \qquad \text{(В.12)}$$

где ΣW_{icp} — суммарная массовая доля ПАУ, для которых $0{,}01 \le W_{\text{ПАУ}} \le 500$ мг/кг;

f — количество индивидуальных ПАУ, для которых $W_{\text{ПАУ}} \le 0{,}010$ мг/кг.

Примеры

1 Результаты анализа: $\Sigma_{18} W_{icp}$ ***= 56,3 мг/кг; f = 2;***

$$U^o\sum_n \text{ПАУ} = \frac{15 \cdot 56{,}3 + 30 \cdot 2 \cdot 0{,}005}{56{,}3 + 0{,}01} = 15{,}0\ \%.$$

Результат представляют как W_{icp} ***= 56,3 мг/кг (***U^o ***= 15 %).***

2 Результаты анализа: $\Sigma_{18} W_{icp}$ ***= 3276 мг/кг;***

$$U^o\sum_n \text{ПАУ} = \frac{15 \cdot 3280}{3280} = 15{,}0\ \%.$$

Результат представляют как W_{icp} ***= 3280 мг/кг (***U^o ***= 15 %).***

В.11 Контроль точности результатов измерений

В.11.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Перед каждой серией измерений (20—30 проб) и через каждую 20-ю пробу проводят контроль стабильности градуировки. Для этого выполняют измерение для одного из градуировочных растворов, содержание аналитов в котором соответствует средней части градуировочного диапазона, и рассчитывают модуль относительного отклонения результата измерений от заданного значения, %. Полученные значения не должны отличаться от заданных более чем на 10 %. В противном случае повторяют процедуру контроля с использованием другого градуировочного раствора. В случае повторного невыполнения указанного критерия стабильности градуировочной характеристики проводят новую градуировку.

В.11.2 Контроль помех по результатам холостого опыта

Для подтверждения достаточной чистоты реактивов, материалов, лабораторной посуды выполняют холостой опыт (реагент-бланк):

- перед каждой серией измерений;
- через каждые 20—30 проб;
- при поступлении новой партии реактивов и материалов.

Количество присутствующих в реагент-бланке загрязнений в местах выхода аналитов не должно превышать 50 % от нижней границы диапазона измерений. В противном случае необходимо принять меры по очистке применяемых реактивов, материалов и посуды или заменить их.

В.11.3 Контроль методом добавок

Контроль проводят на этапе освоения методики, при оценке пригодности методики для анализа новых объектов, а также при появлении сомнительных результатов.

Величину добавки $\mu_д$ рассчитывают таким образом, чтобы полученное после введения добавки значение контролируемого показателя в пробе было не менее чем в 1,5—2 раза выше измеренных значений концентраций индивидуальных ПАУ.

Величину добавки $\mu_д$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$\mu_д = \frac{C_0 \cdot V_0}{m \cdot 1000}, \qquad \text{(В.13)}$$

где C_0 — массовая концентрация контролируемого ПАУ в средстве контроля, нг/мм^3;

V_0 — объем раствора ПАУ, внесенного в качестве добавки, мм^3;

m — масса навески, г.

Примечание — Допускается для контроля методом добавок использовать ранее проанализированную пробу, предварительно высушенную в выпарительной чаше в токе азота.

Навеску массой (1,0 ± 0,2) г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3. Аликвоту раствора 18 ПАУ (по В.7.2.6.4 или В.7.2.6.5) разводят в 1 см^3 ацетона в отдельной емкости и переносят в колбу с навеской. Емкость из-под раствора обмывают ацетоном, который затем сливают в ту же коническую колбу. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют в открытой колбе в вытяжном шкафу до полного высыхания и исчезновения запаха ацетона. Выполняют измерения массовой доли индивидуальных ПАУ в соответствии с В.8 и В.9.1.

Результат контрольной процедуры K, %, вычисляют по формуле

$$K = \frac{W_2 - W_1 - \mu_д}{\mu_д} \cdot 100 \le 1{,}2 \cdot U^o, \qquad (В.14)$$

где W_1 — результат измерений аналита в пробе, мг/кг;

W_2 — результат измерений аналита в пробе с добавкой пробы, мг/кг;

U^o — относительная расширенная неопределенность, % (см. таблицу В.1).

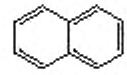
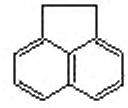
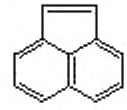
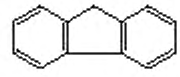
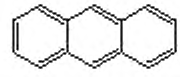
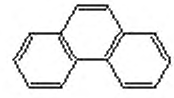
Контроль методом добавок обязателен перед началом применения настоящей методики измерений, а также при появлении сомнительных результатов.

Приложение Г
(справочное)

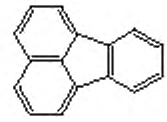
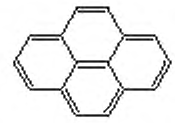
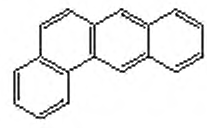
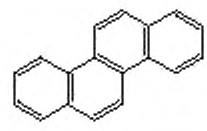
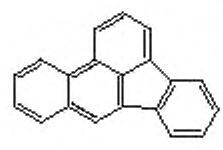
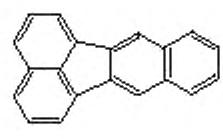
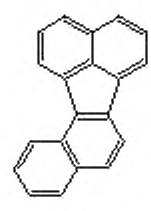
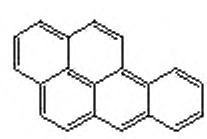
Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм

Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм приведены в таблице Г.1 и на рисунках Г.1 и Г.2.

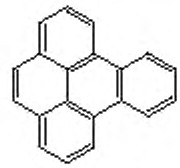
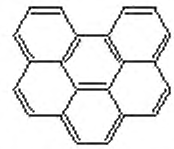
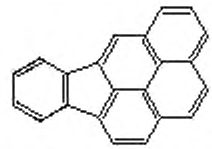
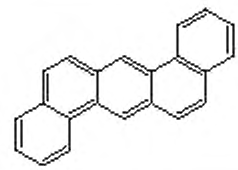
Таблица Г.1

Наименование ПАУ	Структурная формула	Брутто-формула
Нафталин		C_8H_{10}
Аценафтилен		$C_{12}H_8$
Аценафтен		$C_{12}H_{10}$
Флуорен		$C_{13}H_{10}$
Антрацен		$C_{14}H_{10}$
Фенантрен		$C_{14}H_{10}$

Продолжение таблицы Г.1

Наименование ПАУ	Структурная формула	Брутто-формула
Флуорантен		$C_{16}H_{10}$
Пирен		$C_{16}H_{10}$
Бенз(а)антрацен		$C_{18}H_{12}$
Хризен		$C_{18}H_{12}$
Бенз(b)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бенз(k)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бенз(j)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бензо(а)пирен		$C_{20}H_{12}$

Окончание таблицы Г.1

Наименование ПАУ	Структурная формула	Брутто-формула
Бензо(e)пирен		$C_{20}H_{12}$
Бензо(g,h,i)перилен		$C_{22}H_{12}$
Индено(1,2,3-c,d)пирен		$C_{22}H_{12}$
Дибенз(a,h)антрацен		$C_{22}H_{14}$

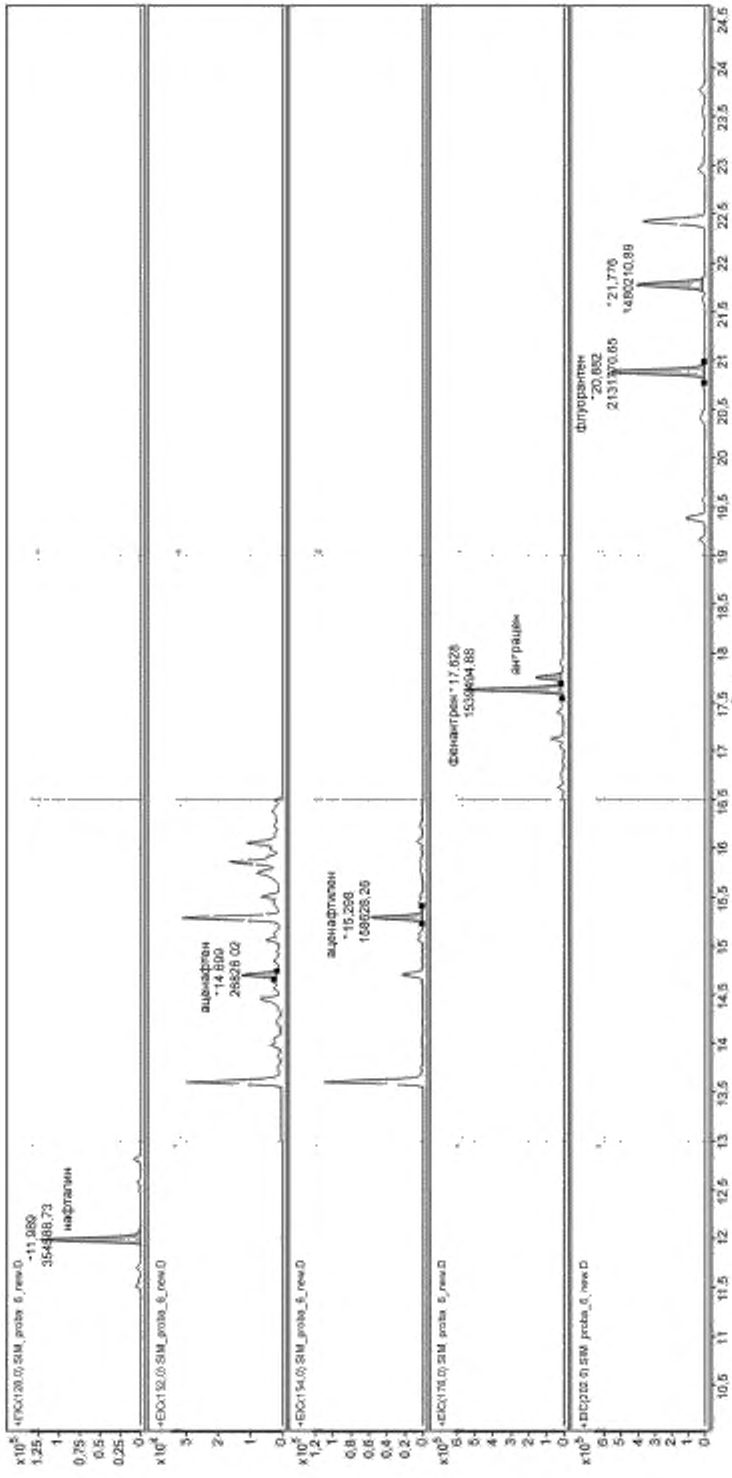


Рисунок Г.1 — Пример хроматограмм стандартного раствора ПАУ в режиме селективного ионного детектирования для нафталина, аценафтена, аценафтилена, фенантрена, антрацена и флуорантена

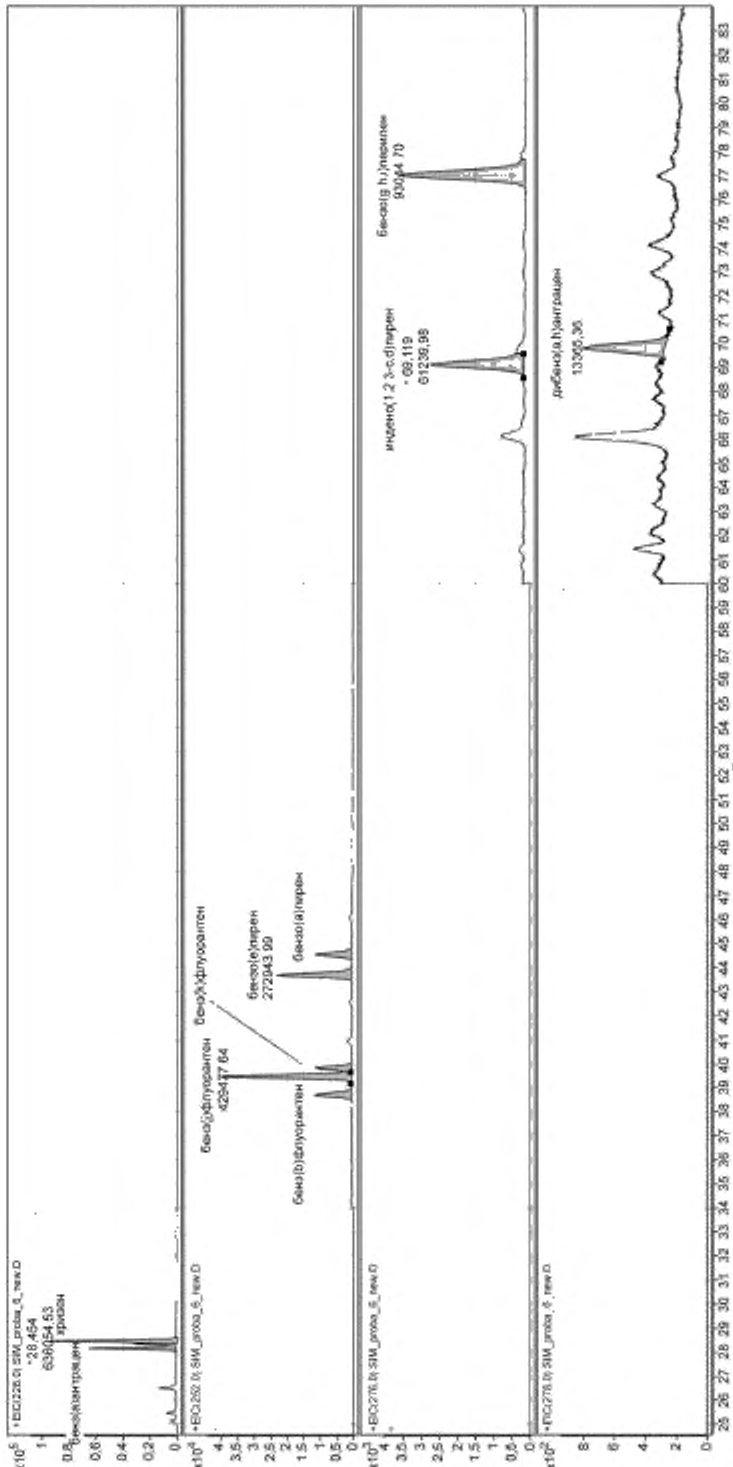


Рисунок Г.2 — Пример хроматограмм стандартного раствора ПАУ в режиме селективного ионного детектирования для бенз(а)антрацена, хризена, бенз(b)флуорантена, бенз(j)флуорантена, бенз(k)флуорантена, бензо(e)пирена, бензо(a)пирена, индено(1,2,3-c,d)пирена, бензо(g,h,i)перилена и дибенз(a,h)антрацена

Приложение Д исключить.

Элемент «Библиографические данные». Заменить: «УДК 623.45:006.345» на «УДК 685.639.7:006.354».

(ИУС № 3 2020 г.)

gost.e-ecolog.ru