

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 серноокислый. 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(а)антрацен	1,0
Хризен	
Бенз(б)флуорантен	
Бенз(к)флуорантен	
Бензо(а)пирен	
Дибенз(а, h)антрацен	
Бензо(г, h, i)перилен	
Индено(1, 2, 3-с, d)пирен	
Бенз(і)флуорантен	
Бензо(е)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 $U^o$ , % (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  $(20_{-10}^{+15})$  °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<sup>3</sup> с систематической составляющей относительной погрешности измерения не более  $\pm 1$  %.

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<sup>3</sup>.

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

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

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

#### **В.5.2 Реактивы и материалы**

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

В.5.2.2 Метилтен хлористый квалификации ос. ч.

В.5.2.3 Изоктан 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, рН (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 гидроксид 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 Стеклообразные флаконы (виалы) вместимостью 1,8 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

В.5.3.2 Стеклообразные флаконы вместимостью 4,5 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

В.5.3.3 Стеклообразные флаконы вместимостью 15 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

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

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

В.5.3.6 Колбы мерные номинальной вместимостью 10 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

В.5.3.7 Колонки стеклообразные 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 Электродух 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<sup>3</sup> 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 отсотованной 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 анализов проводят по абсолютным временам удерживания и соотношениям площадей хроматографических пиков двух выбранных ионов для каждого аналита на ионных масс-фрагментограммах.

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

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

## **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  $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$ .

### **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.

**П р и м е ч а н и е** — 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  $(650 \pm 20)^\circ\text{C}$  не менее 6 ч.

Подготовленный сульфат натрия хранят в закрытой стеклянной посуде при температуре  $(20^{+15}_{-10})^\circ\text{C}$ . 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  $(800 \pm 20)^\circ\text{C}$  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  $180^\circ\text{C}$  не менее 4 ч или при температуре  $130^\circ\text{C}$  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  $(20^{+15}_{-10})^\circ\text{C}$ . 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  $500\text{ см}^3$  с притертой пробкой помещают  $(24,0 \pm 0,5)\text{ см}^3$  ортофосфорной кислоты по В.5.2.13 и быстро добавляют  $(60 \pm 2)$  г нагретого до температуры  $130^\circ\text{C}$  —  $180^\circ\text{C}$  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  $(20^{+15}_{-10})^\circ\text{C}$ . Срок хранения — не более 3 мес.

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

В химический стакан вместимостью  $500\text{ см}^3$  помещают  $(50,0 \pm 0,5)$  г гидроокиси калия и растворяют его при нагревании приблизительно в  $150\text{ см}^3$  метанола, дают раствору остыть до температуры  $30^\circ\text{C}$  —  $40^\circ\text{C}$  и при постоянном помешивании добавляют  $(100 \pm 3)$  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  $130^\circ\text{C}$  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  $(20^{+15}_{-10})^\circ\text{C}$ . 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  $180^\circ\text{C}$  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<sup>3</sup> смеси в мерный цилиндр (колбу) вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 90 см<sup>3</sup> гексана и добавляют 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> смеси в мерный цилиндр (колбу) вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 50 см<sup>3</sup> гексана и добавляют 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>**

Во флакон вместимостью 1,8 см<sup>3</sup> вносят:

- 900 мм<sup>3</sup> изооктана;

- 100 мм<sup>3</sup> раствора дейтерированных ПАУ с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>**

Во флакон вместимостью 1,8 см<sup>3</sup> вносят:

- 900 мм<sup>3</sup> изооктана;

- 100 мм<sup>3</sup> раствора дейтерированных ПАУ с концентрацией 10 нг/мм<sup>3</sup> по В.7.2.6.1.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

**В.7.2.6.3 Приготовление раствора бенз(ж)флуорантена с номинальной массовой концентрацией 500 нг/мм<sup>3</sup>**

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

Концентрацию бенз(ж)флуорантена *C*, мг/см<sup>3</sup> (мкг/мм<sup>3</sup>), в приготовленном растворе рассчитывают по формуле

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

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

*w* — массовая доля основного вещества, %;

*V* — объем раствора, см<sup>3</sup>.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

**В.7.2.6.4 Приготовление рабочего раствора 18 аналитов с массовой концентрацией 5 нг/мм<sup>3</sup>**

Во флакон вместимостью 4,5 см<sup>3</sup> вносят:

- 3820 мм<sup>3</sup> изооктана;

- 40 мм<sup>3</sup> раствора 16 приоритетных ПАУ с концентрацией 500 нг/мм<sup>3</sup> по В.5.1.6;

- 40 мм<sup>3</sup> раствора бенз(ж)флуорантена по В.7.2.6.3;

- 100 мм<sup>3</sup> раствора бензо(е)пирена с концентрацией 200 нг/мм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>**

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

- 20 мм<sup>3</sup> раствора 18 аналитов по В.7.2.6.4;

- 980 мм<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>			
№ 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.

П р и м е ч а н и е — 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(б)флуорантен	1	5	25	100	500
Бенз(к)флуорантен	1	5	25	100	500
Бензо(а)пирен	1	5	25	100	500
Дибенз(а,һ)антрацен	1	5	25	100	500
Бензо(ɡ,һ,і)перилен	1	5	25	100	500
Индено(1,2,3-с,д)пирен	1	5	25	100	500
Бенз(ј)флуорантен	1	5	25	100	500
Бензо(е)пирен	1	5	25	100	500
Нафталин (D <sub>8</sub> )	100	100	100	100	100
Аценафтилен (D <sub>8</sub> )	100	100	100	100	100

## Окончание таблицы В.3

ПАУ	Градуировочные растворы				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
	Количество, нг				
Аценафтен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Флуорен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Фенантрен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Антрацен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Флуорантен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Пирен (D <sub>10</sub> )	100	100	100	100	100
Бенз(а)антрацен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Хризен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Бенз(б)флуорантен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Бенз(к)флуорантен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Бензо(а)пирен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Дибенз(а,н)антрацен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Бензо(г,н,и)перилен (D <sub>12</sub> )	100	100	100	100	100
Индено(1,2,3-с,д)пирен (D <sub>12</sub> )	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 (ТИС).

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 5977В, колонка: DB-EUPAH, 60 м × 0,25 мм × 0,25 мкм
Газ-носитель	Гелий
Объем вводимой пробы, мм <sup>3</sup>	1
Испаритель, режим работы	Без деления потока (splitless)
Время срабатывания клапана, мин	1
Температура испарителя, °С	280



Окончание таблицы В.4

Характеристика	Прибор: Agilent 5977В, 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 <sub>8</sub> )	128	136	129,127	137
Аценафтилен	Аценафтилен (D <sub>8</sub> )	152	160	151,153	161
Аценафтен	Аценафтен (D <sub>10</sub> )	154	164	153,152	165
Флуорен	Флуорен (D <sub>10</sub> )	166	176	165,167	177
Фенантрен	Фенантрен (D <sub>10</sub> )	178	188	179,176	189
Антрацен	Антрацен (D <sub>10</sub> )	178	188	179,176	189
Флуорантен	Флуорантен (D <sub>10</sub> )	202	212	101,203	213
Пирен	Пирен (D <sub>10</sub> )	202	212	101,203	213
Бенз(а)антрацен	Бенз(а)антрацен (D <sub>12</sub> )	228	240	229,226	241
Хризен	Хризен (D <sub>12</sub> )	228	240	229,226	241
Бенз(б)флуорантен	Бенз(б)флуорантен (D <sub>12</sub> )	252	264	253,126	265
Бенз(ј)флуорантен	Бенз(б)флуорантен (D <sub>12</sub> )	252	264	253,126	265
Бенз(к)флуорантен	Бенз(к)флуорантен (D <sub>12</sub> )	252	264	253,126	265
Бензо(е)пирен	Бензо(а)пирен (D <sub>12</sub> )	252	264	253,126	265
Бензо(а)пирен	Бензо(а)пирен (D <sub>12</sub> )	252	264	253,126	265
Индено(1,2,3-с,д)пирен	Индено(1,2,3-с,д)пирен (D <sub>12</sub> )	276	288	138,227	289
Дибенз(а,һ)антрацен	Дибенз(а,һ)антрацен (D <sub>14</sub> )	278	292	139,279	293
Бензо(г,һ,і)перилен	Бензо(г,һ,і)перилен (D <sub>12</sub> )	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

$$RRF_i = \frac{S_i \cdot C_{is}}{S_{is} \cdot C_i}, \quad (\text{В.2})$$

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<sup>3</sup> (или его количество  $Q$ , нг);

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

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

$$RRF_{icp} = \frac{\sum_1^n RRF_{ik}}{n}, \quad (\text{В.3})$$

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

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

$$RSD_{RRF,i} = 100 \frac{S_{RRF,i}}{RRF_{icp}}. \quad (\text{В.5})$$

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  $(1,0 \pm 0,2)$  г каждая. Значение массы регистрируют с точностью до третьего десятичного знака.

**В.8.2 Ультразвуковая экстракция**

В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают навеску пробы массой  $(1,0 \pm 0,2)$  г, приливают 30 см<sup>3</sup> гексана и помещают колбу в ультразвуковую баню и подвергают ультразвуковой обработке в течение 15 мин. Полученный экстракт декантируют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, остаток вторично обрабатывают в соответствии с указанной процедурой, экстракты объединяют в мерной колбе, доводят до метки гексаном и тщательно перемешивают ( $V_3$ ). Для последующей очистки отбирают пипеткой номинальной вместимостью 10 см<sup>3</sup> аликвоту объединенного экстракта объемом 10 см<sup>3</sup> ( $V_a$ ) и добавляют в нее 100 мм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> силикагеля по В.7.2.3;
- (4,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> силикагеля, импрегнированного гидроокисью калия по В.7.2.3.2;
- (2,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> силикагеля по В.7.2.3;
- (4,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> силикагеля, импрегнированного фосфорной кислотой по В.7.2.3.1;
- (4,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> силикагеля по В.7.2.3;
- (2,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (90:10) по В.7.2.5.1. Элюат собирают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

#### **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<sup>3</sup> свежеприготовленного оксида алюминия по В.7.2.4 и 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> гексана. Гексановый элюат отбрасывают. Колонку элюируют 50 см<sup>3</sup> смеси гексан/хлористый метилен с объемным отношением (1:1) по В.7.2.5.2 с объемной скоростью около 1 см<sup>3</sup>/мин.

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

Оптимально рекомендуемое разбавление экстракта — в 100 раз. Для этого в стеклянный флакон вместимостью 1,8 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и тefлоновой прокладкой добавляют:

- 890 мм<sup>3</sup> изооктана;
- 10 мм<sup>3</sup> экстракта (аликвота);
- 100 мм<sup>3</sup> раствора дейтерированных внутренних стандартов по В.7.2.6.2.

Полученный разбавленный экстракт упаривают в токе азота до объема около 250 мм<sup>3</sup>, 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

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

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;

$RRF_{icp}$  — относительный фактор отклика аналита в долях единицы.

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

$$W_i = \frac{Q_i \cdot V_a \cdot k_p}{m \cdot V_a \cdot 1000}, \quad (\text{В.7})$$

где  $m$  — масса навески пробы, г;

$V_a$  — объем аликвоты, взятой на анализ по В.8.2, мм<sup>3</sup> (или см<sup>3</sup>);

$V_a$  — объем экстракта по В.8.2, мм<sup>3</sup> (или см<sup>3</sup>);

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

Значение  $k_p$  рассчитывают по формуле

$$k_p = \frac{V_{кэ}}{V_{ап}}, \quad (\text{В.8})$$

где  $V_{кэ}$  — объем конечного экстракта по В.8.3.3, мм<sup>3</sup>;

$V_{ап}$  — аликвота экстракта, отобранная для разбавления по В.8.4, мм<sup>3</sup>.

В.9.2 Среднюю массовую долю  $i$ -го ПАУ в пробе  $W_{icp}$  вычисляют по формуле

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

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

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

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  $\pm 30$  %.

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

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

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

$f$  — количество индивидуальных ПАУ, для которых  $W_{icp} \leq 0,010$  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:  $W_{icp}$  мг/кг ( $U^o$ , %), где  $U^o$  — относительная расширенная неопределенность, %, вычисленная с применением коэффициента охвата,  $k = 2$  (см. таблицу В.1).

**Пример****Полученный результат:** $W_{icp} = 0,03201 \text{ мг/кг}$  $W_{icp} = 0,9418 \text{ мг/кг}$  $W_{icp} = 50,673 \text{ мг/кг}$  $W_{icp} = 893 \text{ мг/кг}$  $W_{icp} = 1332 \text{ мг/кг}$ **Представление результата:** $W_{icp} = 0,0320 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ ; $W_{icp} = 0,942 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ ; $W_{icp} = 50,6 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ ; $W_{icp} = 893 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ ; $W_{icp} = 1330 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ .В.10.2 Значение  $U^o$  для суммы 18 ПАУ рассчитывают по формуле

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

где  $\sum W_{icp}$  — суммарная массовая доля ПАУ, для которых  $0,01 \leq W_{\text{ПАУ}} \leq 500 \text{ мг/кг}$ ; $f$  — количество индивидуальных ПАУ, для которых  $W_{\text{ПАУ}} \leq 0,010 \text{ мг/кг}$ .**Примеры**1 Результаты анализа:  $\sum_{16} W_{icp} = 56,3 \text{ мг/кг}$ ;  $f = 2$ ;

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

Результат представляют как  $W_{icp} = 56,3 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ .2 Результаты анализа:  $\sum_{18} W_{icp} = 3276 \text{ мг/кг}$ ;

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

Результат представляют как  $W_{icp} = 3280 \text{ мг/кг} (U^o = 15 \%)$ .**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  $\mu_d$  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  $\mu_d$ , мг/кг, вычисляют по формуле

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

где  $C_0$  — массовая концентрация контролируемого ПАУ в средстве контроля, нг/мм<sup>3</sup>; $V_0$  — объем раствора ПАУ, внесенного в качестве добавки, мм<sup>3</sup>; $m$  — масса навески, г.

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

Навеску массой  $(1,0 \pm 0,2)$  г помещают в коническую колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Аликвоту раствора 18 ПАУ (по В.7.2.6.4 или В.7.2.6.5) разводят в  $1 \text{ см}^3$  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

$$K = \frac{W_2 - W_1 - \mu_d}{m_d} \cdot 100 \leq 1,2 \cdot U^o, \quad (\text{В.14})$$

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).

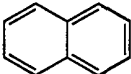
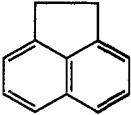
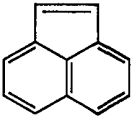
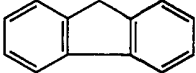
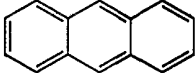
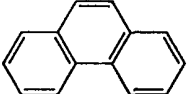
Контроль методом добавок обязателен перед началом применения настоящей методики измерений, а также при появлении сомнительных результатов.

### Приложение Г (справочное)

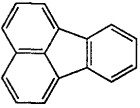

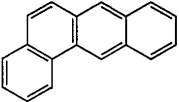
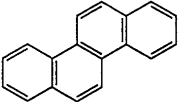
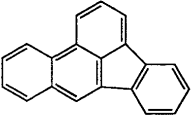
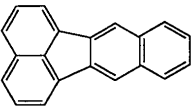
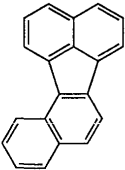
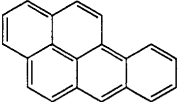
#### Структурные формулы приоритетных ПАУ и примеры хроматограмм

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

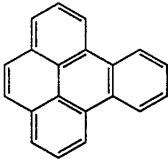
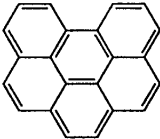
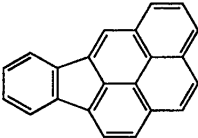
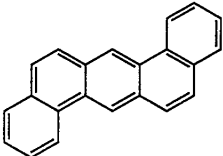
Таблица Г.1

Наименование ПАУ	Структурная формула	Брутто-формула
Нафталин		$\text{C}_8\text{H}_{10}$
Аценафтилен		$\text{C}_{12}\text{H}_8$
Аценафтен		$\text{C}_{12}\text{H}_{10}$
Флуорен		$\text{C}_{13}\text{H}_{10}$
Антрацен		$\text{C}_{14}\text{H}_{10}$
Фенантрен		$\text{C}_{14}\text{H}_{10}$

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(б)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бенз(к)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бенз(ј)флуорантен		$C_{20}H_{12}$
Бензо(а)пирен		$C_{20}H_{12}$

Окончание таблицы Г.1

Наименование ПАУ	Структурная формула	Брутто-формула
Бензо(е)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(а,h)антрацен		$C_{22}H_{14}$



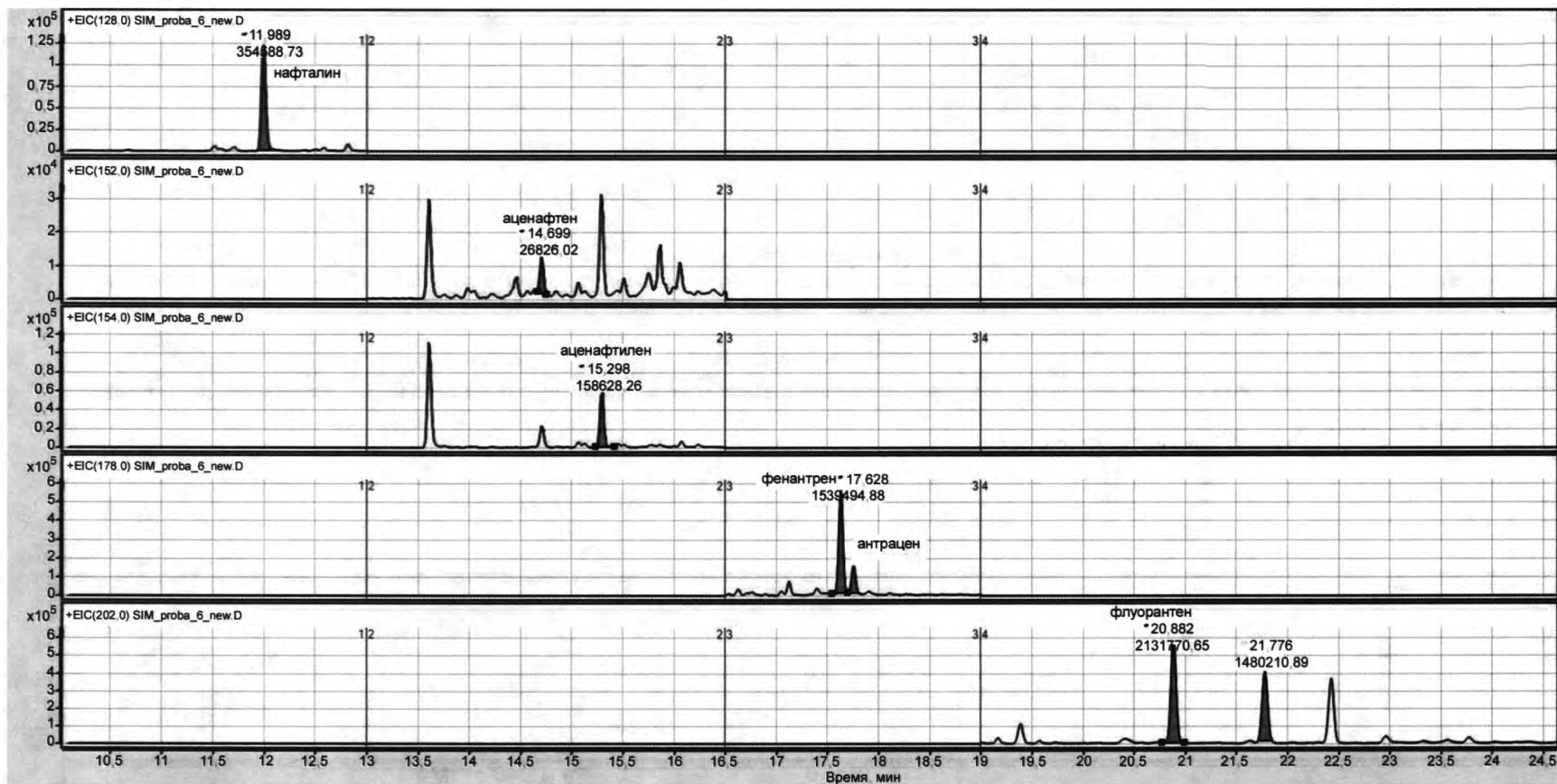


Рисунок Г 1 — Пример хроматограмм стандартного раствора ПАУ в режиме селективного ионного детектирования для нафталина, аценафтена, аценафтилена, фенантрена, антрацена и флуорантена

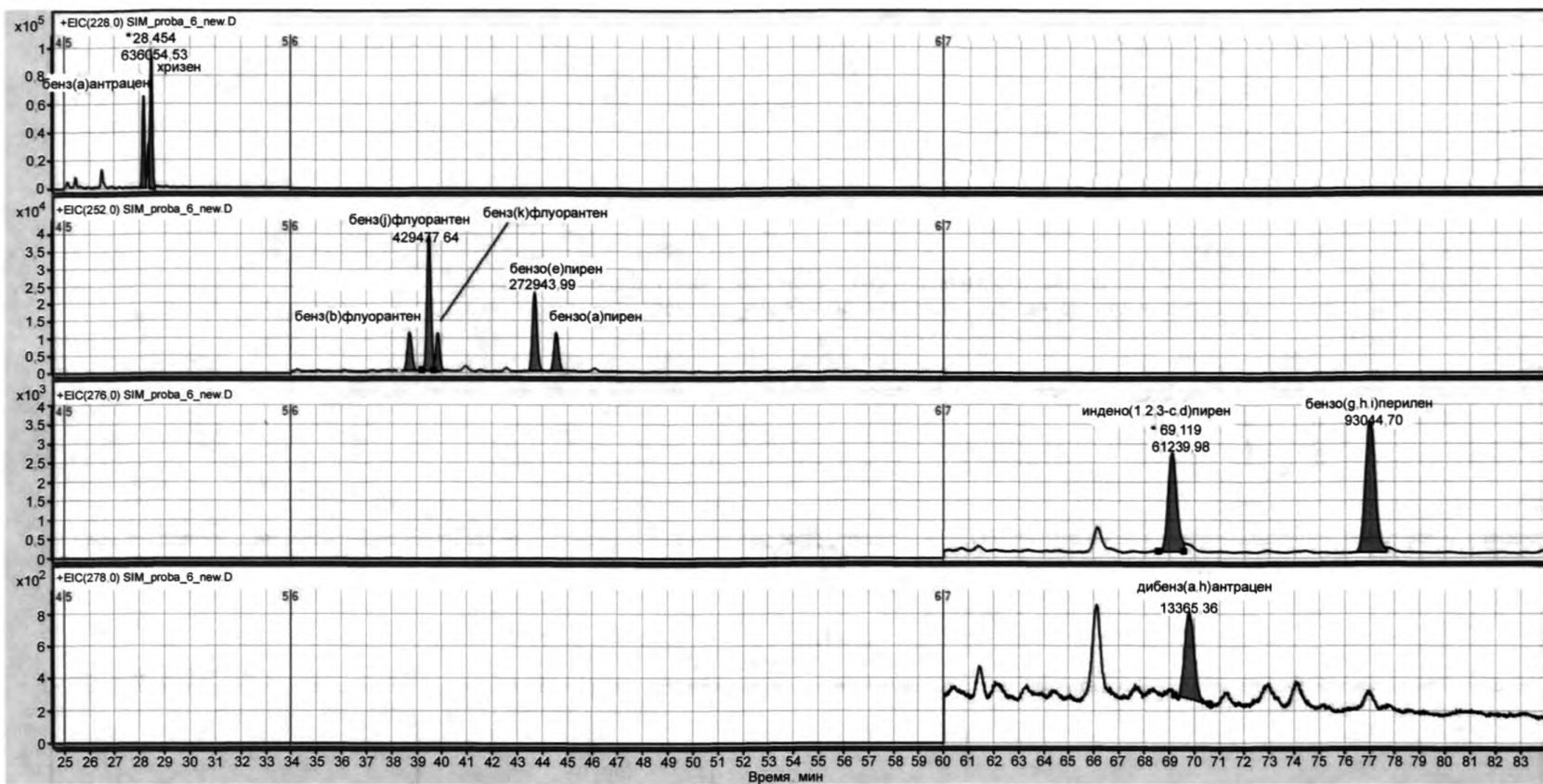


Рисунок Г.2 — Пример хроматограмм стандартного раствора ПАУ в режиме селективного ионного детектирования для бенз(а)антрацена, хризена, бенз(б)флуорантена, бенз(к)флуорантена, бензо(е)пирена, бензо(а)пирена, индено(1,2,3-с,д)пирена, бензо(г,н,і)перилена и дибенз(а,н)антрацена».

*(Продолжение Изменения № 1 к ГОСТ Р 52909—2008)*

Приложение Д исключить.

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

(ИУС № 3 2020 г.)