
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.713—
2010

Государственная система обеспечения
единства измерений

**МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ
УНИЧТОЖЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ОРУЖИЯ**

**Общие требования к методикам измерений
содержания отравляющих веществ и продуктов
их деструкции в почвах**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Федеральный научно-технический центр метрологии систем экологического контроля «Инверсия»

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 724-ст

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Федеральных законов Российской Федерации от 2 мая 1997 г. № 76-ФЗ «Об уничтожении химического оружия», от 5 ноября 1997 г. № 138-ФЗ «О ратификации Конвенции о запрещении разработки, производства, накопления и применения химического оружия и о его уничтожении» и от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

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 Отбор, подготовка, хранение и транспортирование проб	3
5 Особенности методик измерений содержания отравляющих веществ и продуктов их деструкции в почвах	3
6 Требования к методикам измерений содержания отравляющих веществ и продуктов их деструкции в почвах	4
Библиография	6

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ УНИЧТОЖЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ОРУЖИЯ

Общие требования к методикам измерений содержания отравляющих веществ
и продуктов их деструкции в почвах

State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological assurance of chemical weapons destruction.
General requirements for measurement procedures of toxic compounds and their destruction products content in soils

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методикам измерений содержания отравляющих веществ и продуктов их деструкции в почвах (далее — методики измерений). Методики измерений предназначены для санитарно-гигиенического контроля загрязнения почв отравляющими веществами и продуктами их деструкции на территориях объектов хранения и уничтожения химического оружия, на полигонах хранения отходов объектов уничтожения химического оружия, в близлежащих населенных пунктах и на территории зоны защитных мероприятий.

Настоящий стандарт предназначен для применения в целях обеспечения единства измерений в процессе контроля безопасности при уничтожении химического оружия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 17.4.3.01 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.3.03 Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 17.4.4.02 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 28268 Почвы. Методы определения влажности, максимальной гигроскопической влажности и влажности устойчивого завядания растений

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.632 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическое обеспечение уничтожения химического оружия. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями

3.1 аналит: Определяемое (анализируемое) вещество.

3.2 дериватизация: Процесс получения производных аналита, обладающих иными (лучшими — с точки зрения используемого аналитического метода) аналитическими свойствами.

3.3

единство измерений: Состояние измерений, при котором их результаты выражены в допущенных к применению в Российской Федерации единицах величин, а показатели точности измерений не выходят за установленные границы.

[Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» [1], статья 2, определение 7]

3.4

зона защитных мероприятий: Территория вокруг объекта по хранению химического оружия или объекта по уничтожению химического оружия, в пределах которой осуществляется специальный комплекс мероприятий, направленных на обеспечение коллективной и индивидуальной защиты граждан, защиты окружающей среды от возможного воздействия токсичных химикатов вследствие возникновения чрезвычайных ситуаций.

[Федеральный закон «Об уничтожении химического оружия» [2], статья 1]

3.5

методика (метод) измерений: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности.

[Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» [1], статья 2, определение 11]

3.6

аттестация методик измерений: Исследование и подтверждение соответствия методик измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям.

[ГОСТ Р 8.563—2009, раздел 3, статья 3.2]

3.7

нормы характеристик погрешности анализа; нормы погрешности: Значения характеристик погрешности результатов анализа, задаваемые в качестве требуемых или допускаемых.

[РМГ 61—2003 [3], раздел 3, статья 3.23]

3.8 образцы для оценивания; ОО: Образцы для испытаний (измерений) с установленными значениями одной или нескольких характеристик объекта анализа, предназначенные как для установления нормативов контроля методики измерений, так и для проведения контроля качества результатов количественного химического анализа с использованием методики измерений.

3.9

объект химического разоружения: В совокупности или в отдельности объект по хранению химического оружия, объект по уничтожению химического оружия, объект по бывшему производству химического оружия.

[ГОСТ Р 8.639—2008, раздел 2, статья 13]

3.10 отдельный раздел «1-ХО» Федерального реестра методик измерений: Отдельный раздел «Аттестованные методики измерений содержания отравляющих веществ, токсичных химикатов, других вредных и загрязняющих веществ, подлежащих контролю в сфере химического разоружения» Федерального реестра методик измерений.

3.11

отравляющее вещество; ОВ: Токсичный химикат, предназначенный для снаряжения средств боевого применения (боеприпасов, устройств, приборов и др.).

[ГОСТ Р 8.639—2008, раздел 2, статья 4]

3.12

почва: Самостоятельное естественно-историческое органоминеральное природное тело, возникшее на поверхности земли в результате длительного воздействия биотических, абиотических и антропогенных факторов, состоящее из твердых минеральных и органических частиц, воды и воздуха и имеющее специфические генетико-морфологические признаки, свойства, создающие для роста и развития растений соответствующие условия.

[ГОСТ 27593—88, раздел 1, таблица 1, статья 1]

3.13 предельно допустимая концентрация; ПДК: Утвержденный в законодательном порядке санитарно-гигиенический норматив, означающий такую концентрацию химических элементов и их соединений в окружающей среде, которая при повседневном влиянии в течение длительного времени на организм человека не вызывает патологических изменений или заболеваний, устанавливаемых современными методами исследований в любые сроки жизни настоящего и последующего поколений.

3.14 продукт деструкции отравляющего вещества: Химическое соединение, образующееся в результате техногенного и/или естественного разложения отравляющего вещества.

3.15 средства индивидуальной защиты; СИЗ: Средства, предназначенные для защиты работника от воздействия отравляющих и иных вредных веществ.

3.16

химическое оружие; ХО: В совокупности или в отдельности токсичные химикаты, боеприпасы и устройства, специально предназначенные для смертельного поражения или причинения иного вреда за счет токсических свойств токсичных химикатов, высвобождаемых в результате применения таких боеприпасов и устройств, а также оборудование, специально предназначенное для использования непосредственно в связи с применением указанных боеприпасов и устройств.

[ГОСТ Р 8.639—2008, раздел 2, статья 1]

3.17

токсичный химикат; ТХ: Любое химическое соединение, которое за счет своего химического воздействия на жизненные процессы может вызвать летальный исход, временный инкапситурующий эффект или причинить постоянный вред человеку или животным.

[ГОСТ Р 8.639—2008, раздел 2, статья 2]

4 Отбор, подготовка, хранение и транспортирование проб

Отбор, подготовку, хранение и транспортирование проб для анализа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 17.4.4.02.

5 Особенности методик измерений содержания отравляющих веществ и продуктов их деструкции в почвах

Особенности методик измерений содержания отравляющих веществ (далее — ОВ) и продуктов их деструкции в почвах обусловлены специфическими физико-химическими и токсическими свойствами аналитов, к которым относят:

- высокую летучесть некоторых ОБ;
- низкую стойкость некоторых ОБ в процессе их количественного химического анализа;
- высокую токсичность;
- опасность контакта человека с зараженным оборудованием, используемым для количественного химического анализа ОБ.

6 Требования к методикам измерений содержания отравляющих веществ и продуктов их деструкции в почвах

Методики измерений содержания ОБ и продуктов их деструкции в почвах разрабатывают при наличии установленного санитарно-гигиенического норматива или его нахождении в стадии установления.

6.1 Требования к разработке методик измерений

6.1.1 Диапазон измерений методики измерений следующий:

- минимально определяемое содержание ОБ и продуктов их деструкции — не более 0,8 ПДК аналита в почве;
- максимально определяемое содержание ОБ и продуктов их деструкции — не менее 8,0 ПДК аналита в почве.

В случае если диапазон будет составлять более двух порядков, то его подразделяют на поддиапазоны и для каждого поддиапазона устанавливают метрологические характеристики.

6.1.2 Нормы погрешности δ методики измерений от 30 % до 80 % в зависимости от ПДК аналита в почве приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормы погрешности δ в зависимости от ПДК аналита в почве

ПДК аналита в почве, мг/кг	Нормы погрешности δ не более \pm %
До 0,00001	80
От 0,00001 до 0,0001 включ.	70
Св. 0,0001 » 0,001 »	60
» 0,001 » 0,01 »	50
» 0,01 » 0,1 »	40
» 0,1 » 1 »	35
» 1 » 10 »	30

6.1.3 Перед определением содержания ОБ следует определить влажность образца почвы.

6.1.4 Влажность образца почвы (определение потери влаги при высушивании почвы) определяют в соответствии с ГОСТ 28268 на отдельной подвыборке исходной пробы и затем учитывают значение влажности при обработке результатов анализа на содержание ОБ.

6.1.5 При определении влажности образца почвы в качестве испытательного оборудования используют сушильный шкаф с автоматическим регулятором температуры, обеспечивающий температурный режим, предусмотренный ГОСТ 28268, с погрешностью регулирования не более ± 2 °С.

6.1.6 Построение градуировочной характеристики средств измерений проводят с использованием не менее чем шести градуировочных растворов.

6.1.7 Результат анализа выражают в миллиграммах на килограмм (мг/кг), измеряемая величина — содержание аналита.

6.1.8 Если определению ОБ предшествует химическая реакция (например, дериватизация), то образующиеся продукты должны быть устойчивыми в течение времени, необходимого для определения ОБ: это время должно быть указано в описании методики измерений.

6.1.9 В случае использования опасных реактивов и образования вредных и опасных для здоровья человека продуктов реакции указывают правила обращения с ними.

6.1.10 В методике измерений рекомендуется приводить описание физико-химических и токсических свойств аналита.

6.1.11 Методика измерений должна обеспечивать селективность относительно анализируемого компонента по ГОСТ 17.4.3.03.

6.1.12 В случае если используемый в методике измерений метод не позволяет идентифицировать аналит, необходимо привести перечень мешающих сопутствующих веществ.

6.1.13 Для уточнения коэффициента извлечения аналита из матрицы допускается использование «вещества-свидетеля» — соединения, близкого по физико-химическим свойствам к аналиту.

6.1.14 Построение и изложение методики измерений содержания ОБ и продуктов их деструкции в почвах должно соответствовать ГОСТ Р 8.563.

6.1.15 В раздел «Требования безопасности и охраны окружающей среды» методики измерений должны быть включены следующие пункты:

- поддержание нормативных параметров воздуха и режимов вентиляции, обеспечивающих требуемую кратность обмена воздуха и микроклимат на рабочих местах;
- необходимость выполнения измерений содержания ОБ с использованием СИЗ;
- необходимость дегазации оборудования после завершения работ с ОБ и контроля качества дегазации.

6.1.16 В методику измерений должен быть включен раздел (или представлено приложение к методике) с описанием процедуры приготовления ОО, предназначенных для набора статистических данных в целях установления метрологических характеристик и проведения контроля качества измерений.

6.2 Требования к оценке нормативов контроля методик измерений

6.2.1 Методики измерений, используемые при определении содержания ОБ и продуктов их деструкции в почвах, должны быть аттестованы или стандартизованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563. Метрологическая экспертиза и аттестация должны быть проведены в аккредитованной организации, уполномоченной Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии для проведения работ данного вида.

6.2.2 Нормативы контроля методик измерений устанавливают в основном с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-1 — ГОСТ Р ИСО 5725-6 и рекомендации [3] в рамках межлабораторного эксперимента с привлечением независимых лабораторий, аккредитованных на техническую компетентность в области проведения количественного химического анализа ОБ и продуктов их деструкции.

6.2.3 С учетом специфики и объективных трудностей проведения количественного химического анализа ОБ к аттестации методик измерений содержания ОБ и продуктов их деструкции в почвах должны быть привлечены не менее двух независимых лабораторий, включая лабораторию — разработчика методики измерений.

6.2.4 Оценка показателей точности и прецизионности должна быть проведена с использованием ОО, приготовленных методом добавок к рабочей пробе. Рабочая проба представляет собой промытый и высушенный образец почвы с внесенным в него требуемым количеством аналита¹⁾. После внесения аналита в почву ОО выдерживают 24 ч при комнатной температуре.

6.2.5 ОО готовят таким образом, чтобы они охватывали весь диапазон измерений, предусмотренный методикой измерений. Число ОО должно быть не менее трех.

6.3 Требования к метрологическому сопровождению методик измерений

6.3.1 Методики измерений должны быть зарегистрированы в отдельном разделе «1-ХО» Федерального реестра методик измерений. Регистрацию методик измерений в разделе указанного реестра проводит организация, уполномоченная Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии для его ведения.

6.3.2 Метрологическое обеспечение контроля загрязнения почвы ОБ и продуктами их деструкции проводят в соответствии с ГОСТ Р 8.632.

6.3.3 Метрологический контроль за применением методик измерений осуществляет организация, проводившая метрологическую экспертизу и аттестацию методик.

6.3.4 При использовании методики измерений в конкретной лаборатории рекомендуется уточнять коэффициент извлечения аналита, характерный для почв конкретного вида.

¹⁾ Изначально рабочая проба не содержит аналита. Такую пробу допускается рассматривать как рабочую пробу, в которой установлено отсутствие определяемого компонента (на уровне предела обнаружения методики измерений). Это позволяет применить при установлении метрологических характеристик методики измерений алгоритм расчета, который используют в случае метода оценки показателей качества методики измерений с помощью набора ОО в виде стандартных образцов или аттестованных смесей в условиях получения экспериментальных данных в нескольких лабораториях.

Библиография

- | | |
|--|--|
| [1] Федеральный закон
Российской Федерации от
26 июня 2008 г. № 102-ФЗ | Об обеспечении единства измерений |
| [2] Федеральный закон
Российской Федерации от
2 мая 1997 г. № 76-ФЗ | Об уничтожении химического оружия |
| [3] Рекомендации
по межгосударственной
стандартизации
РМГ 61—2003 | Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки |

УДК 66.012.1:006.354

ОКС 13.080

Ключевые слова: химическое оружие, общие требования, метрологическое обеспечение, отравляющее вещество, продукты деструкции отравляющих веществ, методика измерений, почвы

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 31.05.2019. Подписано в печать 18.07.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru