

69. МВИ массовой доли зомана в битумно-солевых массах газохроматографическим методом. МВИ № 031-02-141-05. М.: ГосНИИОХТ, 2005, 16 с.
70. МВИ массовой доли вещества типа VX в битумно-солевых массах газохроматографическим методом. МВИ № 031-02-139-05. М.: ГосНИИОХТ, 2005, 16 с.
71. МВИ массовых концентраций иприта в пробах воздуха рабочей зоны газохроматографическим методом с пламенно-фотометрическим детектированием. МВИ № 031-01-066-02. Саратов: СВИ РХБЗ, 2002, 14 с.
72. МВИ массовой концентрации иприта в промышленных выбросах газохроматографическим методом с пламенно-фотометрическим и масс-селективным детектированием. МВИ № 031-01-091-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 20 с.
73. МВИ массовых концентраций люизита в промышленных выбросах газохроматографическим методом с пламенно-фотометрическим и масс-селективным детектированием. МВИ № 031-01-090-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 23 с.
74. МВИ массовой концентрации α -люизита в промышленных выбросах методом газовой хроматографии с пульсирующим пламенно-фотометрическим детектором. МВИ № 031-01-110-04. Саратов: ГосНИИЭНП, 2003, 24 с.
75. МВИ массовой концентрации зомана в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом. МВИ № 031-01-133-05. М.: ГосНИИОХТ, 2005, 21 с.
76. МВИ массовой концентрации зарина в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим детектированием. МВИ № 031-01-103-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 18 с.
77. МВИ массовой концентрации зомана в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим детектированием. МВИ № 031-01-102-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 17 с.
78. Рыбальченко И.В. Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. 46, № 4, с. 64–70.
79. МВИ массовой концентрации 1-метил-2,2'-дихлорэтилсульфида (иприта-2) и 1,1'-диметил-2,2'-дихлордиэтилсульфида (иприта-3) в реакционных массах процесса детоксикации технического иприта методом газовой хроматографии с масс-спектральным детектированием. МВИ № 031-02-058-02. М.: ГосНИИОХТ, 2002, 7 с.
80. МВИ массовой концентрации диизобутилметилпирофосфоната в реакционных массах процесса гидролиза вещества типа VX газохроматографическим методом с масс-спектрометрическим детектированием. МВИ № 031-02-161-05. М.: ГосНИИОХТ, 2002, 17 с.
81. МВИ массовой доли иприта в пробах почвы газохроматографическим методом с масс-селективным детектированием для обеспечения работ при уничтожении ипритно-люизитных смесей. МВИ № 031-03-098-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 16 с.
82. МВИ массовой доли люизита в пробах почвы газохроматографическим методом с масс-селективным детектированием для обеспечения работ при уничтожении ипритно-люизитных смесей. МВИ № 031-03-097-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 16 с.
83. МВИ массовой концентрации диизопропилметилфосфоната в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии. МВИ № 031-01-105-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 18 с.
84. МВИ массовой концентрации диизобутилметилфосфоната в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии. МВИ № 031-01-106-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 18 с.
85. МВИ массовой концентрации дипинаколилметилфосфоната в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии. МВИ № 031-01-107-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 18 с.
86. МВИ массовой концентрации диизопропилметилфосфоната в реакционной массе методом хромато-масс-спектрометрии. МВИ № 031-02-108-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 15 с.
87. МВИ массовой концентрации дипинаколилметилфосфоната в реакционной массе методом хромато-масс-спектрометрии. МВИ № 031-02-109-03. М.: ООО «Проманалитика», 2003, 15 с.

УДК 623.459+389

Разработка и использование в системах химико-аналитического контроля объектов по уничтожению химического оружия государственных стандартных образцов токсичных химикатов и продуктов их деструкции

В. П. Капашин, Б. С. Пункевич, Е. М. Загребин, С. О. Памфилов

Федеральное управление по безопасному хранению и уничтожению химического оружия

ОАО ФНТЦ «Инверсия»

Стандартные образцы токсичных химикатов и продуктов их деструкции имеют важное значение в обеспечении требуемой точности и единства измерений при осуществлении химико-аналитического контроля технологических процессов уничтожения химического оружия (ХО), контроля безопасности труда персонала объектов по уничтожению ХО, мониторинга окружающей среды и здоровья граждан. Они используются при разработке и аттестации ме-

тодик выполнения измерений, контроле погрешностей измерений, проведении сравнительных межлабораторных испытаний. Кроме того, стандартные образцы токсичных химикатов применяются для испытаний, поверки и градуировки газоаналитических приборов контроля и средств измерений, предназначенных для выполнения работ по аналитическому сопровождению процессов уничтожения ХО. Функциональная деятельность всех химико-ана-

литических и испытательных лабораторий, решающих задачи в сфере химического разоружения, невозможна без применения государственных образцов токсичных химикатов и продуктов их деструкции, а также аттестованных смесей и рабочих растворов, приготовленных на их основе.

Стандартные образцы классифицируются согласно признаку, определяющему уровень признания (утверждения) и области применения. В соответствии с этим признаком стандартные образцы могут иметь категорию государственных (ГСО), отраслевых (ОСО) и стандартных образцов предприятия (СОП).

Государственный (национальный) стандартный образец — признанный национальным органом по техническому регулированию и метрологии стандартный образец, применяемый во всех сферах хозяйственной деятельности, включая прежде всего сферу распространения государственного метрологического контроля и надзора.

Стандартный образец предприятия (организации) — утвержденный руководителем предприятия (организации) стандартный образец, применяемый в соответствии с требованиями нормативных документов предприятия, утвердивших данный стандартный образец.

Отраслевые стандартные образцы в настоящее время практически не используются.

В области химического разоружения, на которую распространяется государственный метрологический контроль и надзор, допустимо применение только ГСО. В исключительных случаях могут использоваться СОП и аттестованные смеси, приготовленные на их основе, только до момента разработки и утверждения типов ГСО данных веществ (п. 7.3 ГОСТ 8.315 [1]).

Разработка и аттестация стандартных образцов токсичных химикатов осуществляется согласно ГОСТ 8.315 [1] и МИ 2574 [2]. При аттестации должны быть установлены метрологические характеристики стандартного образца и, как правило, подтверждены его основные физико-химические и эксплуатационные характеристики. На аттестационный анализ отбираются случайным образом экземпляры стандартного образца из приготовленной опытной партии исходного материала.

Измерения важнейшей аттестуемой характеристики ГСО или СОП — массовой доли основного вещества и содержания примесей в материале образца — выполняются, как правило, несколькими химическими (физико-химическими) методами. Степень чистоты и природа примесей в синтезированном материале ГСО должны быть точно установлены и оставаться неизменными в течение гарантийного срока хранения. В соответствии с требованиями МИ 2574 [2], диапазон значений содержания основного вещества в материале ГСО токсичных химикатов должен находиться, как правило, на уровне 91,0—99,0% (масс.). Такая степень чистоты материала стандартного образца обеспечивает выполнение аналитических задач в полном объеме.

Для повышения точности и надежности результатов аттестационного анализа он проводится методом межлабораторной аттестации с привлечением для проведения контроля независимых лабораторий, прошедших проверку на техническую компетентность (аккредитацию) в области химико-аналитического контроля токсичных химикатов (обычно привлекаются

лаборатории ФГУП «ГосНИИОХТ», Саратовского военного института РХБ защиты, ООО «Проманалитика», ФГУП «ГосНИИхиманалит» и ЗАО «Спецприбор»). Методики выполнения измерений, применяемые для установления метрологических характеристик стандартных образцов, должны быть аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563 [3] и с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725 [4]. По результатам аттестации устанавливаются метрологические характеристики материалов стандартных образцов. Статистическая обработка результатов аттестационного анализа выполняется специалистами ОАО ФНТЦ «Инверсия» по методике, разработанной с учетом положений ГОСТ 8.532 [5].

Стандартные образцы токсичных химикатов и некоторых контролируемых продуктов их деструкции обладают высокой токсичностью, поэтому их использование сопряжено с риском для здоровья людей и нанесения ущерба окружающей природной среде, что вызывает необходимость соблюдения особых требований при их наработке, транспортировке, хранении и целевом использовании.

Для сохранения вещества в стабильном состоянии значительную роль играют способы его хранения и транспортировки. Наиболее распространено в настоящее время хранение стандартных образцов токсичных химикатов и продуктов их деструкции в запаянных стеклянных ампулах или герметизированных виалах. Количество вещества в ампулах (виалах), как правило, не превышает одного грамма, что обусловлено имеющимися нормами расхода стандартных образцов при выполнении аналитических работ. В случае вскрытия ампулы материал стандартного образца необходимо использовать, не допуская длительного хранения, в противном случае возможно изменение аттестованных значений его метрологических характеристик.

Существующие правила, регламентирующие хранение и транспортировку высокотоксичных веществ, предусматривают использование для этих целей металлических контейнеров, заполненных активированным углем или химическим поглотителем, которые обеспечивают полную сорбцию или детоксикацию химиката в случае разрушения первичной тары (ампул, виал). Способ и устройство хранения стандартных образцов отравляющих веществ, отвечающие повышенным требованиям безопасности, разработаны и рекомендованы для использования (патент № 21022.99 от 20.01.1998 г. на изобретение «Устройство для хранения и транспортировки стандартных образцов сильнодействующих ядовитых веществ»).

Транспортировать материалы стандартных образцов целесообразно в указанных выше устройствах для их хранения, помещаемых в специальный металлический упаковочно-транспортный комплект по принципу «ящик в ящике». Упаковочно-транспортный комплект подлежит перевозке, как правило, автомобильным транспортом. При этом должны соблюдаться требования по транспортировке токсичных химикатов, изложенные в «Порядке обращения со стандартными образцами токсичных химикатов». Этот документ, утвержденный Роспромом, регламентирует организацию обеспечения учреждений и предприятий Российской Федерации, выполняющих работы в рамках государственного оборонного заказа по проблеме уничто-

жения ХО, стандартными образцами токсичных химикатов, порядок их наработки, учета, перевозки и хранения в целях реализации положений Конвенции о запрещении разработки, производства, накопления и применения химического оружия и о его уничтожении и выполнения Федеральной целевой программы «Уничтожение запасов химического оружия в Российской Федерации». Документ разработан ОАО ФНТЦ «Инверсия» при содействии специалистов Федерального управления по безопасному хранению и уничтожению химического оружия и Саратовского института РХБ защиты. Данный документ прошел согласование в ФСБ РФ, МВД РФ, МЧС РФ, Ростехрегулировании, Министерстве транспорта РФ, утвержден заместителем руководителя Федерального агентства по промышленности В.И. Холстовым и введен в действие.

К настоящему времени практически сформирована методическая и экспериментальная база, предназначенная для разработки стандартных образцов токсичных химикатов и их применения при проведении химико-аналитического контроля в сфере уничтожения ХО и ликвидации (конверсии) бывших его производств. Накопленные теоретические и экспериментальные данные составляют основу для разработки системы эталонов, оценки их качества, а также создания банка эталонно-измерительной информации с учетом требований нормативных документов к организации аналитических измерений в процессе химического разоружения.

В период с 2002 по 2006 гг. ОАО ФНТЦ «Инверсия» совместно с ФГУП «ГосНИИОХТ», Саратовским военным институтом РХБ защиты и ООО «Проманалитика» при научно-техническом содействии Феде-

рального управления по безопасному хранению и уничтожению химического оружия разработаны, аттестованы и утверждены ГСО состава люизита, иприта, зарина, зомана, российского аналога вещества Vx и продукта его деструкции (О,О'-диизобутилметилфосфоната), продукта дериватизации Vx (О-метил-О'-изобутилметилфосфоната), продуктов деструкции люизита (β-хлорвиниларсиноксида, β-хлорвиниларсоновой кислоты). В 2006 г. разработаны, аттестованы и утверждены ГСО состава продуктов деструкции фосфорорганических отравляющих веществ (метилфосфоновой кислоты, О-изобутилметилфосфоната, О-изопропилметилфосфоната, О-пинаколилметилфосфоната) и ГСО состава продукта деструкции иприта — тиодигликоля. Данные типы ГСО допущены к применению на территории Российской Федерации и используются в сфере химического разоружения. В 2006 г. начаты работы по созданию ГСО продуктов деструкции Vx (диизобутилметилпирофосфоната, N,N-диэтиламиноэтилмеркаптана), определяемые в реакционных массах, образующихся при гидролитическом разложении вещества типа Vx. Завершение работ и утверждение данных типов ГСО планируется в третьем квартале 2007 г.

Сведения об утвержденных типах ГСО токсичных химикатов, используемых для обеспечения химико-аналитического контроля на объектах по уничтожению ХО, приведены в таблице.

В заключение необходимо отметить, что к настоящему времени эталонная база химико-аналитического контроля — ГСО состава отравляющих веществ и контролируемых продуктов их деструкции, необходимых для проведения аналитических измерений в про-

Таблица

Данные о разработанных государственных стандартных образцах (ГСО) токсичных химикатов

ГСО	Интервал и границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения материала ГСО	Номер и дата подписания сертификата об утверждении типа ГСО	Регистрационный номер в Госреестре СО
Люизит	(91,0—95,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2521 от 27.05.2003 г.	ГСО 8245-2003
Зарин	(91,0—95,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2522 от 25.07.2003 г.	ГСО 8246-2003
Зоман	(91,0—95,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2523 от 25.07.2003 г.	ГСО 8247-2003
Иприт	(91,0—97,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2524 от 22.11.2003 г.	ГСО 8248-2003
Аналог вещества Vx (О-изобутил-S-2-(N,N-диэтиламино)этилметилтиофосфонат)	(91,0—95,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2525 от 04.07.2004 г.	ГСО 8249-2004
Продукт деструкции вещества типа Vx (О,О'-диизобутилметилфосфонат)	(91,0—99,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 2526 от 04.07.2004 г.	ГСО 8250-2004
β-Хлорвиниларсиноксид	(91,0—97,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3219 от 16.09.2005 г.	ГСО 8674-2005
β-Хлорвиниларсоновая кислота	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3220 от 16.09.2005 г.	ГСО 8675-2005
О-Метил-О'-изобутилметилфосфонат	(91,0—97,6)%(масс.) ± 1,0%	№ 3339 от 20.04.2006 г.	ГСО 8765-2006
Метилфосфоновая кислота	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3416 от 06.12.2006 г.	ГСО 8810-2006
О-Изобутилметилфосфонат	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3417 от 06.12.2006 г.	ГСО 8811-2006
О-Изопропилметилфосфонат	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3418 от 07.12.2006 г.	ГСО 8812-2006
О-Пинаколилметилфосфонат	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3419 от 07.12.2006 г.	ГСО 8813-2006
Тиодигликоль (β,β'-диоксидиэтилсульфид)	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	№ 3420 от 07.12.2006 г.	ГСО 8814-2006
Диизобутилметилпирофосфонат	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	В стадии разработки	—
N,N-Диэтиламиноэтилмеркаптан	(91,0—98,0)%(масс.) ± 1,0%	В стадии разработки	—

цессе химического разоружения, создана и внедрена в практику функционирования аналитических лабораторий объектов по уничтожению ХО. Однако, как показывает опыт работ по метрологическому обеспечению объектов химического разоружения, в перечнях контролируемых веществ, приведенных в регламентах аналитического контроля, могут встречаться вещества (чаще всего это продукты детоксикации и деструкции токсичных химикатов), подлежащие контролю, но не имеющие соответствующих эталонов. Поэтому актуальным остается вопрос определения и актуализации перечня контролируемых веществ на вводимых в эксплуатацию объектах по уничтожению ХО и своевременная разработка и внедрение в практику химико-аналитического контроля необходимых государственных стандартных образцов этих веществ.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. М.: Изд-во стандартов, 1997.
2. МИ 2574-2000. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения. Екатеринбург, УНИИМ, 2000.
3. ГОСТ Р 8.563-96 ГСИ. Методики выполнения измерений. М.: Изд-во стандартов, 1996.
4. ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». М.: Изд-во стандартов, 2002.
5. ГОСТ 8.532-2002 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. М.: Изд-во стандартов, 2002.