4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.0003 - 13

Издание официальное

Федеральное медико-биологическое агентство

Москва 2013

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России) (Власова Л.А., Захарова З.М.).

Генеральный директор - д.м.н., профессор К.В. Котенко

Заместитель Генерального директора по науке и биофизическим технологиям, д.м.н., профессор Н.К. Шандала.

2. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Свидетельство об аттестации № 222.0160/01.00258/2012

3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 19 февраля 2013 г. № 01).

4. Утверждены и введены в действие заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «28» февраля 2013 г.

5. Введены взамен МУК 4.1.018-07 «Методика выполнения измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом».

Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения»

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие факторов среды обитания на человека, и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» /статья 1/.

«...Факторы среды обитания – биологические (вирусные, бактериальные, паразитарные и иные), химические, физические (шум, вибрация, ультразвук, инфразвук, тепловые, ионизирующие, неионизирующие и иные излучения), социальные (питание, водоснабжение, условия быта, труда, отдыха) и иные факторы среды обитания, которые оказывают или могут оказывать воздействие на человека и (или) на состояние здоровья будущих поколений...» /статья 1/.

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц» /статья 39/.

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность в соответствии с законодательством Российской Федерации» /статья 55/.

СОДЕРЖАНИЕ

	ПРЕДИСЛОВИЕ	2
1	**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**	4
2	**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**	5
3	**ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ**	7
4	**ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**	8
	4.1 Физико-химические и токсические свойства 1,1-диметилгидразина	8
	4.2 Метод измерений	9
	4.3 Требования к показателям точности измерений	9
5	**СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**	10
	5.1 Средства измерений	10
	5.2 Вспомогательные устройства и материалы	11
	5.3Реактивы	12
6	**ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**	13
7	**ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**	14
8	**ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
9	**ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
	9.1 Подготовка спектрофотометра к работе	14
	9.2 Приготовление растворов	14
10	**ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**	16
11	**ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**	16
	11.1 Проведение анализа	17
	11.2 Построение градуировочного графика	17
	11.3 Контроль стабильности градуировочного графика	18
12	**ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	20
13	**ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	20
14	**ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**	21
15	**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**	22
	15.1 Контроль качества результатов измерений	22
	15.2 оперативный контроль процедуры измерений	22
	15.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности	22
	15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля	23
	БИБЛИОГРАФИЯ	23
	ПРИЛОЖЕНИЕ А. Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов 1,1-диметилгидразина	25

МУК 4.1.003 -13

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя Федерального медико-биологического агентства
Главный государственный санитарный врач
по обслуживаемым организациям и
общественным территориям
_____ В.В. Романов
08 февраля 2013 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.003 - 13

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля распространяются на методики измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови.

1.2 В настоящих методических указаниях по методам контроля установлена методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом.

1.3 Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазоне концентраций (1,0 – 10,0) мкг/см^3. При концентрациях 1,1-диметилгидразина свыше 10 мкг/см^3 возможно разбавление проб.

Минимальное содержание 1,1-диметилгидразина в пробе – 0,1 мкг.

1.4 Методические указания по методам контроля предназначены для лабораторий Центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих исследования по определению содержания 1,1-диметилгидразина в крови, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы материалы из следующих нормативных документов:

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 ГСИ. Единицы величин

ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы

ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ. Организация обучения безопасности труда

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007-86 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.007-74 Респираторы фильтрующие противогазовые РПР-67. Технические условия

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 334-73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18289-78 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20903-75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 22261-94 Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия

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

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

ГОСТ В 17803-72 Горючее несимметричный диметилгидразин. Технические условия

ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила, построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий

Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно- эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

Р ФМБА России 15.45 – 2010 «Разработка, изложение, представление на согласование и утверждение нормативных и методических документов ФМБА России»

СТ ФГУ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8-1/8-2008 «Порядок разработки, аттестации и утверждения методик выполнения измерений»

СТО ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8.39/01-2010 «Общие требования к порядку метрологических исследований для аттестации методик (методов) измерений»

Примечание - При пользовании настоящей методикой 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 ежегодно издаваемому 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 документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими им определениями:

аттестация методик (методов) измерений: - исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям /Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»/.

методика (метод) измерений: - совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности /Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»/.

результат измерений: - значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/.

показатель точности измерений: - установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;

методические указания по методам контроля (МУК): - документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Физико-химические и токсические свойства 1,1-диметилгидразина [1]

Химическое название вещества по IUPAC: 1,1-Диметилгидразин

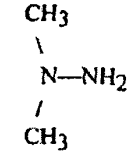
Синоним: Несимметричный диметилгидразин (НДМГ)

торговое название – гептил

Молекулярная масса - 60,1

Молекулярная формула – $C_2H_8N_2$

Структурная формула



Регистрационный номер по CAS: 57-14-7

1,1–Диметилгидразин - бесцветная или бледно-желтого цвета жидкость с резким специфическим запахом, характерным для органических аминов. Обладает относительно высокой летучестью и испаряемостью, t кип. = 63° С при 760 мм рт. ст., давление насыщенных паров - 122,4 мм рт. ст. при t = 20° С.

С повышением температуры летучесть вещества значительно увеличивается. Плотность 1,1–диметилгидразина при 20° С - 0,787–0,795 г/см^3, $t_{\text{замерзания}}$ - (– 57,2° С), $t_{\text{вспышки}}$ - 15° С, $t_{\text{самовоспламенения}}$ - 248,9° С. Растворяется в воде, спиртах, углеводородах, аминах, эфирах, в водных растворах кислот. Водные растворы обладают щелочными свойствами.

По химической природе 1,1–диметилгидразин - органическое основание с сильно выраженными восстановительными свойствами, легко окисляется как кислородом воздуха и растворенным кислородом в воде, так и другими окислителями – оксидами азота, хлора, озоном и др. Особенно интенсивно 1,1–диметилгидразин реагирует с 98 % азотной кислотой и окислами азота. При окислении 1,1–диметилгидразина, в зависимости от условий (температура, продолжительность окисления, наличие каталитически активных веществ), образуются новые химические соединения: нитрозодиметиламин, тетраметилтетразен, формальдегид, диметиламин, метилендиметилгидразин и другие продукты окисления, многие из которых до настоящего времени не идентифицированы. При взаимодействии с кислотами 1,1–диметилгидразин образует соли. В водной среде вступает в реакцию с кетонами и различными ароматическими альдегидами, образуя соответствующие гидразоны, малорастворимые в воде и хорошо экстрагируемые неполярными растворителями.

1,1–Диметилгидразин относится к I классу опасности по ГОСТ 12.1.007-86. Оказывает токсическое действие при любых путях поступления в организм: через органы дыхания, желудочно-кишечный тракт, кожу, являясь антропогенным токсикантом.

В норме - не содержится в организме.

При острых отравлениях 1,1–диметилгидразином поражается центральная нервная система (ЦНС) и в меньшей степени - печень. При хроническом отравлении преобладают признаки поражения печени, а также других систем (ЦНС, сердечно-сосудистой, выделительной, кроветворной). Помимо общетоксического действия 1,1–диметилгидразин обладает отдаленными эффектами: возникновение опухолей (канцерогенный); нарушение репродуктивной функции организма в результате изменения половых клеток (гонадотоксический), влияние на плод и потомство (эмбриотоксический).

4.2. Метод измерения

Измерения выполняются спектрофотометрическим методом.

Метод основан на взаимодействии НДМГ с 4-пиридинкарбоксиальдегидом и образовании соответствующего продукта конденсации, имеющего максимум поглощения при λ=380 нм. Фотометрия осуществляется на СФ-26 или любом другом спектрофотометре с аналогичными характеристиками в кюветах с *l*=10мм по сравнению с пустой кюветой.

Определению НДМГ в крови не мешает присутствие аминокислот, окси- и кетокислот, мочевины, креатинина, аденозинтрифосфата, углеводов, пиридиновых коферментов в концентрациях, превышающих физиологический уровень в 2-5 раза. Определению не мешают также нитрозодиметиламин, диацетилгидразин в количествах от 2 до 10 мкг в пробе.

Продолжительность выполнения измерения от отбора проб до получения информации о концентрации НДМГ в крови составляет примерно 3 часа.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, представленных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости и неопределенности результатов измерений проб крови

Диапазон измерений 1,1-диметилгидразина (НДМГ) мкг/см^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
1,0 - 10,0	9	13	5	26

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

5. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

5.1 Средства измерений

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ), вспомогательные устройства, материалы и реактивы (таблицы 2, 3, 4).

Таблица 2 – Средства измерений, рекомендуемые при использовании методики

Порядковый номер и наименование средства измерения	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают средства измерений	Метрологические, технические характеристики или ссылка на чертеж. Требования к качеству реактивов Наименование измеряемой физической величины
1	2	3
1. Спектрофотометр СФ-26 или другой спектрофотометр с аналогичными спектральными характеристиками	ТУ 3-3-1314-77, [2]	погрешность: 1%
2. Весы электронные SCOUT-2020, фирма «OHAUS», США	ГОСТ 24104-2001, ГОСТ 53228-2008	грамм, погрешность: 0,01

1	2	3
3. Весы аналитические CAS CAUW 220D	ГОСТ 24104-2001, ГОСТ 53228-2008	миллиграмм, погрешность: 0,75
4. Пипетки мерные 4-2-1 4-2-2 6-2-5 6-2-10	ГОСТ 29227-91	$см^3$, погрешность: ± 0,01 ± 0,02 ± 0,03 ± 0,05
5. Колбы мерные 2-25-2 2-50-2 2-100-2	ГОСТ 1770-74	$см^3$, погрешность: ± 0,08 ± 0,12 ± 0,2
6. Цилиндры мерные 1-25 1-50 1-100	ГОСТ 1770-74	$см^3$, погрешность: ± 0,5 ± 1,0 ± 1,0
7. Стаканы мерные В-1-50 ХС В-1-100 ХС В-1-200 ХС	ГОСТ 25336-82	$см^3$, погрешность: ± 1,0 ± 1,0 ± 2,0
8. Пробирки П4-10-14/23 ХС П1-14-120 ХС	ГОСТ 25336-82	пред. отклон. ± 5,0 ± 1,0
9. 1,1-Диметилгидразин (НДМГ), d=0,792 г/$см^3$, массовая доля основного вещества - 99,8%,	ГОСТ В 17803-72	погрешность – 0,2%

5.2. Вспомогательные устройства и материалы

Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование вспомогательных устройств, материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают вспомогательные устройства, материалы и реактивы
Центрифуга лабораторная, настольная, типа ОПн-8	ТУ 5.375-4261-76 [3]
Плитка электрическая бытовая	ГОСТ 14919-83
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [4]

Штатив лабораторный ШЛ-02	ТУ 33.1-14310460-107-2001 [5]
Пробирки вместимостью 20, 25 см^3	ГОСТ 1770-74
Воронки лабораторные В-36-50 ХС	ГОСТ 25336-82
Стакан лабораторный термостойкий вместимостью 50, 100 см^3	ГОСТ 25336-82
Кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм	ГОСТ 20903-75
Штативы для пробирок на 40 гнезд	ТУ 64-1-2669-78 [6]
Фильтры обеззоленные «синяя лента» или другие для тонких осадков	ТУ 2642-001-13927158-2003[7]
Бумага масштабно-координатная марки ПЛН, арт. 0715	ГОСТ 334-73
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72
Бумага фильтровальная	ГОСТ 12026-76

5.3 Реактивы

Реактивы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Реактивы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают материалы и реактивы
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300-87
4-пиридинкарбоксиальдегид (пиридин-4-альдегид, 1-водный, изоникотиновый альдегид), d=1,122 г/см^3	ТУ 6-09-50-2392-82 [8]
Серная кислота, х.ч., уд. вес 1,83 г/см^3	ГОСТ 4204-76
Натрий вольфрамовокислый, х.ч.	ГОСТ 18289-78
Уксусная кислота, ледяная, х.ч.	ГОСТ 61-75

Примечание: Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной методики измерений. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентраций 1,1-диметилгидразина соблюдают следующие требования:

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы по подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории – ГОСТ 12.0.003, с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования – ГОСТ 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывоопасности, установленные ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Все работы с 1,1-диметилгидразином проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции в защитных очках и резиновых перчатках.

В комнате в период работы не должно быть источников открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться:

-противогаз;

-средства тушения: песок, асбестовое одеяло, совок, огнетушитель любой марки;

-средства дегазации: силикагель, 10% раствор хлорного железа или хлорная известь.

На рабочем месте допускается хранение 1,1-диметилгидразина в количестве, не превышающем 10 $см^3$, в таре из темного стекла с притертой пробкой.

Исходное вещество, а также все растворы отбирают пипетками с помощью резиновой груши.

Посуду после работы дегазируют 10% раствором хлорного железа. Отработанные растворы собирают в специальную емкость, разбавляют водой и сливают в канализацию.

При случайных проливах 1,1-диметилгидразин засыпают песком, который затем отправляют на выжигание.

При проливах рабочих растворов место пролива дегазируют 10% раствором хлорного железа или хлорной извести.

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

При попадании 1,1-диметилгидразина или его растворов на кожу его сразу обильно смывают водой, затем водой с мылом; при попадании в глаза следует немедленно сильно промыть водой и отправить пострадавшего в медпункт.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта – химика со средним специальным образованием, знакомые с действующими правилами и техникой безопасности работы с 1,1-диметилгидразином.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия.

Температура окружающего воздуха, °С	+10...+35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	35 - 85
Напряжение в сети, В	220 ± 10

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы:

9.1 Подготовка спектрофотометра к работе

Подготовка спектрофотометра к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Подготовка дистиллированной воды

Дистиллированную воду кипятят на электроплитке в течение 1,5--2-х часов для освобождения от аммиака, углекислоты и других летучих соединений. Сняв колбу с плитки, сразу закрывают ее пробкой.

9.2.2 Приготовление 0,5М спиртового раствора 4-пиридинкарбоксиальдегида (изоникотиновый альдегид).

2,78 $см^3$ 4-пиридинкарбоксиальдегида вносят в мерную колбу на 50 $см^3$, приливают 30-40 $см^3$ этилового спирта, перемешивают. Затем раствор доводят объем до метки этиловым спиртом.

Раствор устойчив при хранении в холодильнике в склянке из темного стекла в течение 2-х месяцев.

9.2.3 Приготовление 10% раствора вольфрамовокислого натрия

Получают растворением 10 г вещества в 90 см^3 дистиллированной воды.

9.2.4 Приготовление 0,667N раствора серной кислоты.

В мерную колбу на 1 дм^3 отмеривают 150-200 см^3 дистиллированной воды и добавляют 19 см^3 серной кислоты (d=1,83), перемешивают и после охлаждения доводят до метки дистиллированной водой.

9.2.5 Приготовление аттестованных растворов 1,1-диметилгидразина для построения градуировочного графика

9.2.5.1 Приготовление исходного аттестованного раствора

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 15 см^3 дистиллированной (п. 9.2.1) или бидистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, добавляют 0,5 см^3 1,1-диметилгидразина и вновь взвешивают. Доводят объем до метки водой, тщательно перемешивают и рассчитывают массу навески 1,1-диметилгидразина по формуле:

$$m = (P_2 - P_1), \text{ мг},$$

где:

P_1 - вес колбы с водой, мг;

P_2 - вес колбы с водой и 1,1-диметилгидразином, мг.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе рассчитывают по формуле:

$$a_v = \frac{\mu \cdot m}{100\% \cdot V}, \text{ мг/см}^3, \quad (1)$$

где:

μ - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, %; μ=99,8 %;

m - масса навески 1,1-диметилгидразина, взятой для приготовления исходного раствора, мг; $m = (P_2 - P_1)$;

V - объем приготовленного исходного раствора, см^3.

Исходный аттестованный раствор 1,1-диметилгидразина устойчив в течение одного месяца при хранении в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике.

9.2.5.2 Приготовление основного аттестованного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/см^3

Рассчитывают количество см^3 исходного раствора, необходимое для приготовления 100 см^3 основного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/см^3.

Пипеткой отбирают рассчитанное количество см^3 исходного аттестованного раствора и помещают в колбу вместимостью 50 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной (п.9.2.1) или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Основной раствор устойчив в течение 10 дней.

9.2.5.3 Приготовление рабочего аттестованного раствора с массовой концентрацией 1 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 1 см^3 основного аттестованного раствора и помещают в колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной (п.9.2.1) или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Рабочий аттестованный раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

Примечание:

1. Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций 1,1-диметилгидразина в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [9], приведены в Приложении.

2. Массовую концентрацию 1,1-диметилгидразина в продукте (μ) при необходимости можно определять титрованием исходного продукта йодноватокислым калием в соответствии с МУК 4.1.005-09 «Методика выполнения измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном продукте титриметрическим методом».

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Из расчета на одно определение, для анализа в пробирки или пенициллиновые пузырьки помещают 7 см^3 дистиллированной воды, 1см^3 крови и перемешивают. Анализ проводят не позднее, чем через 1 час после отбора пробы. При невозможности проведения анализа в эти сроки, пробы замораживают в морозильной камере. Срок хранения проб в морозильной камере составляет не более 2 суток.

При отборе проб составляют сопроводительный документ, где указывают цель анализа, место и дату отбора пробы, должность и фамилию отобравшего пробу.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируются не менее двух параллельных проб. При выполнении измерений проводят следующие работы:

11.1 Проведение анализа

В пробирки вносят по 7 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют по 1 $см^3$ крови, смешивают, через 3 минуты для осаждения белков в каждую пробирку добавляют медленно по 1 $см^3$ 0,667N раствора серной кислоты и 3-4 капли ледяной уксусной кислоты. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой, после чего медленно добавляют по 1 $см^3$ 10% вольфрамата натрия и снова тщательно перемешивают. Пробы оставляют на 5 минут, затем центрифугируют при 5000 об/мин в течение 15 минут или фильтруют через двойной фильтр. Полученный центрифугат или фильтрат тщательно доводят фильтрованием до прозрачного раствора.

Для анализа в пробирки с притертыми пробками вносят 1$см^3$ безбелкового прозрачного центрифугата или фильтрата, 1,5 $см^3$ дистиллированной воды, по 0,5 $см^3$ спиртового раствора 4-пиридинкарбоксиальдегида и по 1 капле ледяной уксусной кислоты. Оставляют на 15 минут при комнатной температуре, после чего фотометрируют на спектрофотометре относительно пустой кюветы. Одновременно готовят контрольные (холостые) пробы.

По градуировочному графику, построенному с использованием аттестованных растворов, находят концентрацию 1,1- диметилгидразина (НДМГ) в крови в мкг в зависимости от разности оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором (D_o-$D_к$).

11.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость величины массовой концентрации 1,1- диметилгидразина (НДМГ) в пробе (в мкг) от разности оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором (D_o-$D_к$), устанавливают по градуировочным растворам.

Для построения градуировочного графика используют раствор крови контрольных животных, которую получают прибавлением к 7 $см^3$ дистиллированной воды 1 $см^3$ крови контрольных животных. Градуировочные растворы обрабатывают аналогично пробам, согласно п. 11.1.

Для анализа в пробирки с притертыми пробками вносят 1 $см^3$ подготовленного безбелкового прозрачного центрифугата или фильтрата (п. 11.1.) и аттестованный раствор 1,1-диметилгидразина в количествах, указанных в таблице 5. Добавляют во все пробирки

1,5 см^3 дистиллированной воды, 0,5 см^3 спиртового раствора 4-пиридинкарбоксиальдегида и по 1 капле ледяной уксусной кислоты и оставляют пробы на 15 минут при комнатной температуре.

Измерение начинают с контрольной пробы, а затем переходят к замерам каждого последующего раствора. Измеряют оптическую плотность проб на спектрофотометре в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 380 нм против пустой кюветы. Измерения проводят в течение 0,5 часа.

Необходимо провести не менее 10 измерений каждой из 7-ми концентраций НДМГ в течение нескольких дней, готовя при этом новые рабочие аттестованные растворы.

По среднеарифметическим результатам строят градуировочный график. При этом по оси абсцисс откладывают значение концентраций НДМГ в мкг, а по оси ординат - разность оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором (D_o-$D_к$).

Таблица 5 - Шкала стандартов для построения градуировочного графика

Состав градуировочного раствора	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Вода дистиллированная, см^3	1,5	1,4	1,3	1,2	1,0	0,8	0,5
Безбелковый центрифугат, см^3	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Аттестованный раствор НДМГ с концентрацией 1 мкг/см^3, см^3	0	0,1	0.2	0.3	0.5	0,7	1,0
Спиртовой раствор 4-пиридинкарбоксиальдегида, см^3	0,5	0,5	0.5	0,5	0,5	0,5	0,5
Уксусная ледяная кислота	По 1 капле в каждую пробирку						
Содержание НДМГ в пробе, в мкг	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7	1,0
Содержание НДМГ в пробе, в мкг/см^3	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7	1,0

11.3 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов 1,1-диметилгидразина, охватывающих весь диапазон измерений и анализируют, как описано выше в п. 11.2.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого раствора следующего условия:

$$X - C \le \Delta_{гр},$$

где:

X – результат измерения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе, мкг;

C – аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе, мкг;

$\Delta_{гр}$ – погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мкг.

Значения $\Delta_{гр}$ устанавливают при построении градуировочного графика. При этом для каждого градуировочного раствора по соответствующим формулам рассчитывают:

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n},$$

где:

n – число измерений;

X_i – результат измерения содержания 1,1-диметилгидразина в i- ой пробе градуировочного раствора, мкг.

- среднее квадратическое отклонение результата измерения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \bar{X}_i)^2}{n-1}}$$

- доверительный интервал:

$$\Delta X_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t,$$

где:

t – коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

- точность (относительная погрешность) результата измерений концентрации:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta \bar{X}_i}{X_i} \cdot 100\%$$

$\Delta_{гр} = 0{,}01\ \delta_{гр}\ C$, мкг.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию 1,1-диметилгидразина (НДМГ) в крови в каждой параллельной пробе (X_1 и X_2) в мкг/см^3 определяют по формуле:

$$X_{1,2} = g \cdot 10, \quad \text{мкг/см}^3,$$

где:

g - количество НДМГ, содержащееся в 1см^3 центрифугата, найденное по градуировочному графику и соответствующее разности оптической плотности фактической и контрольной проб, мкг;

10 - общий объем определяемой и обрабатываемой пробы, полученной из 1см^3 крови, см^3.

Если пробы предварительно разбавлялись, учитывают разведение.

За результат анализа ($\bar{X}$) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\bar{X}=(X_1+X_2)/2$), расхождение между которыми не превышает предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 6.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

Таблица 6 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при измерении проб при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений 1,1-диметилгидразина, мкг/см^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
1,0 - 10,0	25

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения $\overline{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, P=0,95,$$

где $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$ ($\overline{X}$ – массовая концентрация 1,1-диметилгидразина в пробе);

Значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде $\overline{X} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где:

$\overline{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm\Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84\ \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля результатов измерений.

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 7.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-96.

Таблица 7 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений 1,1-диметилгидразина,	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений,

мкг/см^3	полученных в разных лабораториях), R, %
1,0 - 10,0	36

15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

15.1 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

15.2 Оперативный контроль процедуры измерений

Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности.

15.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Контроль внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой концентрации 1,1-диметигидразина в пробе, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности ($R_л$), выраженного в единицах измеряемых содержаний

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 R_л \cdot \overline{X}, \qquad (10)$$

где:

X_1, X_2 - результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности;

$\overline{X}$ - среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности;

$R_л$ - значение предела внутрилабораторной прецизионности.

Значение $R_л$ может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики выполнения измерений в лаборатории.

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля

Если анализ рабочей пробы показал отсутствие 1,1-диметилгидразина (на уровне предела обнаружения методики), то, в соответствии с п. 5 РМГ 76 [10], введение в рабочую пробу добавки С, соответствующей диапазону действия методики, позволяет рабочую пробу с введенной добавкой рассматривать в качестве образца для контроля с аттестованным значением С. Образец для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают результат X и сравнивают его с аттестованным значением С. При этом результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывается по формуле:

$$K_к = [X-C] \qquad (11)$$

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta \qquad (12)$$

где:

Δ – характеристика погрешности результата анализа, соответствующая аттестованному значению добавки: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot C$

Значение δ приведены в таблице 1.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (13)$$

При невыполнении условия (13) эксперименты повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

16 БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник / под ред. В.В. Уйба, К.В. Котенко, В.С. Кушневой.- М., ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России, 2011.

[2] ТУ 3-3-1314-77 Спектрофотометр СФ-26 или другой спектрофотометр с аналогичными спектральными характеристиками.

[3] ТУ 5.375-4261-76 Центрифуга лабораторная, настольная, типа ОПн-8

[4] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор (Аквадистиллятор) ДЭ-40.

[5] ТУ 33.1-14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02.

[6] ТУ 64-1-2669-78 Штативы для пробирок на 40 гнезд.

[7] ТУ 2642-001-13927158-2003 Фильтры обеззоленные «Синяя лента», «Красная лента», «Белая лента».

[8] ТУ 6-09-50-2392-82 4-Пиридинкарбоксиальдегид (пиридин-4-альдегид, 1-водный, изоникотиновый альдегид)

[9] РМГ 60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

[10] РМГ 76-2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА

А1 Расчет метрологических характеристик исходного раствора

А1.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление исходного раствора и формула расчета аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в растворе описаны в п. 9.2.5.1.

А1.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения исходного раствора производят по формуле:

$$\Delta_a = a_a \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta P_1}{P_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta P_2}{P_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \text{ мг/см}^3,$$

где:

a_a - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, мг/см^3;

$\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли 1,1-диметилгидразина в продукте, % $\Delta\mu = 0{,}2$ %;

μ - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, %;

ΔP_1 - характеристика погрешности взвешивания колбы с водой при установлении массы навески 1,1-диметилгидразина для приготовления исходного аттестованного раствора, мг;

P_1 - вес колбы с водой, мг;

ΔP_2 - характеристика погрешности взвешивания колбы с водой и 1,1-диметилгидразином при установлении массы навески 1,1-диметилгидразина для приготовления исходного аттестованного раствора, мг;

P_2 - вес колбы с водой и 1,1-диметилгидразином, мг;

ΔV - характеристика погрешности установления объема V (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), $см^3$;

V - объем приготовленного исходного аттестованного раствора, $см^3$.

А2 Расчет метрологических характеристик основного раствора 1,1-диметилгидразина с массовой концентрацией 100,0 мкг/$см^3$

А2.1 Расчет аттестованного значения

Основной раствор готовят, как описано в п. 9.2.5.2.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе рассчитывают по формуле:

$$a_0 = a_* \frac{V_1}{V_2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:

a_0 - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе, мкг/$см^3$; a_0=100 мкг/$см^3$;

a_* - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, мг/$см^3$;

V_1 – объем исходного раствора, отобранного для приготовления основного раствора, $см^3$;

V_2 – объем приготовленного основного раствора, $см^3$; V_2=50 $см^3$.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе составляет 100 мкг/$см^3$.

А2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения основного раствора производят по формуле:

$$\Delta_0 = a_0 \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{a_*}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:

a_0 - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе, мг/$см^3$ (a_0=100 мкг/$см^3$);

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), $см^3$;

V_1 - объем исходного аттестованного раствора, отобранного для приготовления основного аттестованного раствора, см^3;

ΔV_2 - характеристика погрешности установления объема V_2, (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3;

V_2 - объем приготовленного основного аттестованного раствора, см^3.

А3 Расчет метрологических характеристик рабочего раствора 1,1-диметилгидразина с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3

А3.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор готовят, как описано в п. 9.2.5.3.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе рассчитывают по формуле:

$$a_1 = a_0 \frac{V_3}{V_4} \quad , \text{ мкг/см}^3,$$

где:

a_0 - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе, мг/см^3; a_0 = 100 мкг/см^3;

V_3 - объем основного раствора, отобранного для приготовления рабочего раствора, см^3; V_3=1 см^3;

V_4 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3; V_4=100 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе составляет 1,0 мкг/см^3.

А3.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе производят по формуле:

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta_0}{a_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2} \quad , \text{ мкг/см}^3,$$

где:

a_1 - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе, мкг/см^3 (a_1=1,0 мкг/см^3);

ΔV_3 - характеристика погрешности установления объема V_3 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3;

V_3 - объем основного аттестованного раствора, отобранного для приготовления рабочего аттестованного раствора, см^3;

ΔV_4 - характеристика погрешности установления объема V_4, (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3;

V_4 - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора, см^3.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0160/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в пробах крови
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
спектрофотометрическим методом,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских
область использования
организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России,

разработанная ФГУ "ФМБЦ им. А.И.Бурназяна" ФМБА Россия (123182, Москва,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
ул. Живописная, 46)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
"Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в пробах крови

спектрофотометрическим методом", год утверждения 2012, на 27стр.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав. лабораторией О.Б. Пономарева

Дата выдачи 17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений: 17.07.2017

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

МЕТРОН

Приложение к свидетельству № 222.0/0160.00258 / 2012
об аттестации методики измерений массовой концентрации
1,1-диметилгидразина в пробах крови спектрофотометрическим методом

1 **Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости**

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R,%	Показатель правильности (граница относительной систематической погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta_C$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 1.0 до 10.0 вкл.	9	13	5	26

2 **Значения предела повторяемости, предела воспроизводимости при вероятности P=0.95**

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
от 1.0 до 10.0 вкл.	25	36

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности);

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог
(сертификат RUM 02.33.00219-2) Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012

gost.e-ecolog.ru