Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почвы фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.016 - 11

Федеральное медико-биологическое агентство
Москва 2011

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (Болтромеюк Л.П., Рябова Т.В.)

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 выдано Свидетельство об аттестации № 224.0168/01.00258/2010 от 25 октября 2010 г.

3 Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 24 марта 2011 года, № 3/2011)

4 Утверждены и введены в действие заместителем руководителя Федерального медико-биологического агентства России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «24» марта 2011 г.

5 Введены взамен МУК 4.1.020-06 «Методика выполнения измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почвы фотоколориметрическим методом».

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

"Государственные санитарно-эпидемиологические правила и нормативы (далее-санитарные правила) - нормативные правовые акты, устанавливающие санитарно-эпидемиологические требования (в том числе критерии безопасности и (или) безвредности факторов среды обитания для человека, гигиенические и иные нормативы), несоблюдение которых создает угрозу для жизни или здоровью человека, а также угрозу возникновения и распространения заболеваний; санитарно-эпидемиологическое заключение – документ, удостоверяющий соответствие (несоответствие) санитарным правилам факторов среды обитания, хозяйственной и иной деятельности, продукции, работ и услуг, а также проектов нормативных актов, проектов строительства объектов, эксплуатационной документации" (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).

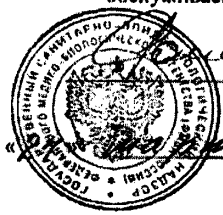
СОДЕРЖАНИЕ

1	**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**	4
2	**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**	5
3	**ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**	6
4	**ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**	7
	4.1 Физико-химические и токсические свойства нитрозодиметиламина	7
	4.2 Метод измерений	8
	4.3 Требования к показателям точности измерений	8
5	**СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙ-СТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**	9
	5.1 Средства измерений	9
	5.2 Вспомогательные устройства и материалы	10
	5.3 Реактивы	10
6	**ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮ-ЩЕЙ СРЕДЫ**	11
7	**ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮ-ЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**	12
8	**ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**	12
9	**ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**	12
	9.1 Подготовка фотометра к работе	12
	9.2 Приготовление растворов	13
10	**ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**	15
11	**ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**	15
	11.1 Подготовка почвы	15
	11.2 Проведение анализа	16
	11.3 Построение градуировочного графика	17
	11.4 Контроль стабильности градуировочного графика	19
12	**ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	20
13	**ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	21
14	**ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**	22
15	**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**	22
	БИБЛИОГРАФИЯ	24
	ПРИЛОЖЕНИЕ Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов нитрозодиметиламина	25

МУК 4.1.016-11

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя Федерального медико-биологического агентства
Главный государственный санитарный врач по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям



_____ В.В.Романов

«___» _____ 2011 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почвы фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.016-11

Дата введения – с момента утверждения

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почвы в диапазоне концентраций (0,02-30,0) мг/кг воздушно-сухой почвы. При содержании нитрозодиметиламина более 8,0 мг/кг до 30 мг/кг допускается разбавление почвенного экстракта.

1.2 Методика предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих исследования по определению содержания нитрозодиметиламина в пробах почвы, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

---

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

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

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 Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

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. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.4.3.01-83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.4.02-84 Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 61-75 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640-94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Натрий сернокислый безводный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 5821-78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная.Технические условия

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

ГОСТ 17435-72 Линейка чертежная. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363-80. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими им определениями:

3.1 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» /.

3.2 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»/.

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

3.4 показатель точности измерений: Установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/.

3.5 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/, [1, 2].

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Физико-химические и токсические свойства нитрозодиметиламина [3]

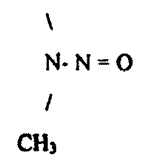
Нитрозодиметиламин.

Химическое название по IUPAC- N-метил-N-нитрозометанамин.

Регистрационный номер по CAS – 62-75-9.

Молекулярная формула $C_2H_6ON_2$.

Структурная формула



Молекулярная масса 74,08

Точка кипения 152-153^{0}C

Плотность 1,006 г/см^3

Нитрозодиметиламин – жидкость с характерным запахом аминов, хорошо растворим в воде, спирте, эфире и других органических растворителях.

Обладает умеренной реакционной способностью за счет нитрозоаминной группы. Вступает в реакцию окисления и восстановления. В зависимости от восстановителя реакция может протекать с образованием 1,1-диметилгидразина, диметиламина, аммиака, фор-

мальдегида и др. Под действием неорганических кислот и ультрафиолетового облучения нитрозодиметиламин разлагается на исходный амин и азотистую кислоту.

Относится к веществам 1 класса опасности. Доминирующее значение в клинической картине острого и хронического отравления имеют поражение печени, почек. Нитрозодиметиламин обладает отдаленными эффектами: эмбриотропным, гонадотропным, мутагенным. Проявляет раздражающее действие на слизистые и кожу. Канцероген.

4.2 Метод измерений

Метод измерения основан на экстракции нитрозодиметиламина из почвы дистиллированной водой, освобождении от нитритов и оснований путем обработки экстракта сульфаниловой кислотой и перегонки из кислой среды с парами воды, восстановлении нитрозодиметиламина цинком в среде минеральной и уксусной кислот до 1,1-диметилгидразина и анализе последнего по реакции с п-нитробензальдегидом с образованием окрашенного продукта, имеющего максимум поглощения при длине волны λ = 400 нм.

Анализу не мешает наличие в почве 1,1-диметилгидразина, диметиламина и нитратов практически в любых количествах.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с точностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (граница относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,02 до 0,5 вкл.	14	25	50
св.0,5 до 5,0 вкл.	12	22	44
св.5,0 до 30,0 вкл.	10	20	40

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

5.1 Средства измерений

Таблица 2 - Средства измерений

Наименование средства измерения	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр фотоэлектрический КФК-3, ТУ 3-3.2164-89 [4]	оптическая плотность	3 %
Весы лабораторные ВЛР-200, 2-го класса, ГОСТ 24104-2001	миллиграмм	0,75
Весы электронные Scout SC2020 «OHAUS», 4-го класса, ГОСТ 24104-2001	грамм	0,01
Пипетки мерные, ГОСТ 29169-91 2-1-2-1 2-1-2-5 2-1-2-10	кубический сантиметр	 ± 0,01 ± 0,05 ± 0,05
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 2-50-2 2-100-2 2-200-2	кубический сантиметр	 ± 0,1 ± 0,2 ± 0,4
Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74 1-25 или 3-25	кубический сантиметр	 ± 0,3 ± 0,3
Стаканы мерные, ГОСТ 25336-82 В-1-50 ХС В-1-500 ХС	кубический сантиметр	 ± 1,0 ± 2,0

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Перемешивающее устройство ПЭ-6410М	ТУ 3614-008-2305963-99[5]
Плитка электрическая	ГОСТ 14919-83
Баня водяная с электроподогревом	ТУ 64-12850-80[6]
Штативы для пробирок на 40 гнезд	
Воронка делительная вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Прибор для отгонки проб, состоящий из следующих деталей (рис.1):	
- колба круглодонная тип ККШ вместимостью 250 или 500 $см^3$, 29/32 ТС с дефлегматором 14/23	ГОСТ 25336-82
- холодильник типа ХШ 200 14/23	ГОСТ 25336-82
- приемник-цилиндр мерный 1-25 или 3-25	ГОСТ 1770-74
Колбы конические КН-1-500 29/32	ГОСТ 25336-82
Фильтры беззольные "белая" или "красная" лента	ТУ 2642-001-13927158-2003 [7]
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181-76 [8]
Штатив лабораторный ШЛ -02	ТУ 33.1-14310460-107-2001 [9]
Эксикатор диаметром 250 мм	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [10]
Аппарат для дистилляции воды БС	ТУ 25-11-1592-81[11]
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
N-Nitrosodemethylamine (нитрозодиметиламин), d=1,006 $г/см^3$, массовая доля основного вещества 99,99 %, погрешность 0,01 %	Aldrich Chemical Company, Jnc, USA
п-Нитробензальдегид, ч.д.а.	ТУ 6-09-260-85 [12]
Спирт этиловый	ГОСТ 18300-87
Калия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 24363-80
Уксусная кислота, ледяная, х.ч.	ГОСТ 61-75
Сульфаниловая кислота, ч.	ГОСТ 5821-78
Натрий сернокислый безводный, х.ч.	ГОСТ 4166-76
Серная кислота, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Соляная кислота, х.ч.	ГОСТ 3118-77

Цинк металлический, гранулированный	ГОСТ 3640-94
Натрий хлористый, х.ч..	ГОСТ 4233-77
Хлороформ, чда или х.ч.	ГОСТ 20015-88

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

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентрации нитрозодиметиламина соблюдаются 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 нитрозодиметиламином 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 находится:

- 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 нитрозодиметиламина 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 нитрозодиметиламина собирают в специальную емкость, разбавляют водой и сливают в канализацию.

При случайных проливах засыпают песком и 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 нитрозодиметиламина или его растворов на кожу его сразу обильно смывают водой, затем моют водой с мылом. При попадании в глаза следует немедленно сильно промыть водой, затем 0,5% раствором борной кислоты и отправить пострадавшего в медпункт.

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

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

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, ознакомленные с действующими правилами и техникой безопасности работы с нитрозодиметиламином.

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 проводят следующие работы:

9.1 Подготовка фотометра к работе

Подготовка фотометра 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 в течение 1,5-2 часов для освобождения от аммиака, углекислоты и других летучих примесей на электроплитке. Сняв колбу с плитки, сразу закрывают ее пробкой.

9.2.2 Приготовление раствора п-нитробензальдегида с массовой долей 0,6%

Взвешивают на аналитических весах 0,6 г п-нитробензальдегида, вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 50-60 $см^3$ этилового спирта и нагревают на водяной бане при температуре 50-60°С до полного растворения. После охлаждения до комнатной температуры объем доводят до метки этиловым спиртом. Раствор устойчив при хранении в холодильнике и в склянке из темного стекла в течение 2-х месяцев.

9.2.3 Приготовление гидроксида калия с массовой долей 30%

В стакан из термостойкого стекла, ёмкостью 500 $см^3$, помещают 200 $см^2$ дистиллированной (п.9.2.1) или бидистиллированной воды и медленно, при помешивании стеклянной палочкой, добавляют 150 г гидроксида калия. После полного растворения приливают ещё 150 $см^3$ воды.

Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения – 3 месяца.

9.2.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:4 по объему

В стакан на 500 $см^3$ вносят 400 $см^3$ дистиллированной или бидистиллированной воды и медленно приливают 100 $см^3$ серной кислоты.

9.2.5 Приготовление аттестованных растворов нитрозодиметиламина для построения градуировочного графика

9.2.5.1 Приготовление исходного аттестованного раствора

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 10-15 $см^3$ дистиллированной или бидистиллированной воды, добавляют 0,5 $см^3$ нитрозодиметиламина, слегка перемешивают, доливают до метки воду и тщательно перемешивают.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе рассчитывают по формуле:

$$a_к = \frac{\mu \cdot V \cdot d}{100\% \cdot V_1}, \text{ мг/см}^3, \quad (1)$$

где: μ - массовая доля основного вещества (нитрозодиметиламина) в продукте, %; μ=99,99% (значение μ приводится в сертификате на продукт);

V - объем нитрозодиметиламина, взятый для приготовления исходного раствора, $см^3$; V=0,5 $см^3$;

V_1 - объем приготовленного исходного раствора, $см^3$; V_1= 50 $см^3$;

d - удельный вес нитрозодиметиламина, $г/см^3$; d= 1,006 $г/см^3$.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе составляет 10,06 $мг/см^3$.

Исходный аттестованный раствор нитрозодиметиламина 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

Пипеткой отбирают 10 $см^3$ исходного аттестованного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем раствора доводят до метки дистиллированной или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор устойчив в течение одной недели при хранении в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике.

9.2.5.3 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией 100,0 $мкг/см^3$

Пипеткой отбирают 9,9 $см^3$ основного аттестованного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем раствора доводят до метки дистиллированной или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

9.2.5.4 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией 10,0 $мкг/см^3$

Пипеткой отбирают 10 $см^3$ рабочего аттестованного раствора с концентрацией 100 $мкг/см^3$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем раствора доводят до метки дистиллированной или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций нитрозодиметиламина в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ-60 [13], приведены в Приложении.

9.2.6 Приготовление активированного цинка

Гранулы цинка помещают в стакан с дистиллированной водой, добавляют 1-2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, осторожно нагревают до активного выделения пузырьков и почернения поверхности гранул. Раствор сливают и промывают гранулы дистиллированной водой.

Цинк активируется непосредственно перед употреблением и хранится в бюксе с крышкой в течение рабочего дня.

9.2.7 Подготовка хлористого натрия

Натрий хлористый нагревают в течение 2-3 часов при температуре ~150°С. Охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием. Хранят в склянке с притертой пробкой.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб почвы производится в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 17.4.4.02. Почву отбирают с поверхностного слоя 0-20 см. Для получения достоверных результатов в каждом месте отбирают не меньше 3 объединенных проб почвы. При этом объединенную пробу составляют из 5-ти точечных, отобранных методом "конверта" с площади 1х1 или 5х5 м (в зависимости от размера пробной площадки).

Отобранную пробу в количестве не менее 600 г упаковывают в полиэтиленовый пакет или герметично закрытую стеклянную банку, маркируют.

Химический анализ желательно проводить в день отбора пробы. При невозможности анализа в день отбора упакованные пробы хранятся в прохладном месте (холодильник) не более недели.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируются не менее двух параллельных проб.

При выполнении измерений массовых концентраций нитрозодиметиламина проводят следующие работы:

11.1 Подготовка почвы

11.1.1 Подготовка почвы для построения градуировочного графика

Почву для построения градуировочного графика и приготовления контрольной пробы желательно подбирать, по возможности, по типу, близкому к анализируемым пробам. При этом почву отбирают в контрольном районе (не загрязненном нитрозодиметиламином) в количестве не менее 14 кг из поверхностного слоя 0-20 см, сушат в чистом, хорошо проветриваемом помещении на чистом фанерном листе или эмалированном лотке до постоян-

ного веса и просеивают через сито с диаметром отверстия 1 мм. Высушенную почву хранят в таре (ведро), закрытой крышкой. Срок хранения не ограничен.

11.1.2 Подготовка почвы к анализу

Отобранную пробу почвы тщательно перемешивают (в полиэтиленовом пакете или на эмалированном лотке), просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм, взвешивают три навески по 150 г почвы. Если почва слишком влажная и не просеивается, освобождают ее от посторонних включений и тоже взвешивают три навески по 150 г. В обоих случаях одну из навесок оставляют на воздухе в вытяжном шкафу для определения воздушно-сухой массы (P_c), две другие ($P_в$) анализируют на содержание нитрозодиметиламина (параллельные пробы).

11.2 Проведение анализа

Навеску почвы в 150 г ($P_в$) помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ добавляют 300 $см^3$ дистиллированной или бидистиллированной воды, закрывают пробкой и тщательно встряхивают на перемешивающем устройстве в течение 20 минут. После отстаивания отфильтровывают 150 $см^3$ экстракта через бумажный фильтр, помещают в круглодонную колбу перегонного прибора (рис.). Добавляют 0,75 г сульфаниловой кислоты, перемешивают до растворения последней, приливают 7,5 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, вносят 30 г безводного сернокислого натрия и снова перемешивают. Через 10 минут приливают 2 $см^3$ раствора серной кислоты 1:4 (п.9.2.4), подсоединяют колбу к холодильнику и начинают отгонку. В приемник помещают 5 $см^3$ воды, притом, конец холодильника должен быть погружен в воду. Отгоняют 50 $см^3$ пробы. Общий объем отогнанной пробы составит 55 $см^3$ (на мерном стакане ставят соответствующую отметку). Переносят пробу в колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 0,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 2-3 гранулы активированного цинка. Колбы закрывают пробками, помещают в кипящую водяную баню на 40 минут. По истечении этого времени растворы отделяют от цинка, охлаждают, приливают 1,5 $см^3$ раствора гидроксида калия (п.9.2.3.) и 5 $см^3$ раствора п-нитробензальдегида (п.9.2.2). Колбы закрывают пробками, помещают на 15 минут в водяную баню с температурным режимом 75^{0}С, затем охлаждают до комнатной температуры, переливают в колбы вместимостью 250 $см^3$, приливают 10 $см^3$ хлороформа и интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. Содержимое колбы переносят в делительную воронку. После расслоения нижний органический слой сливают в сухую пробирку. При недостаточно тщательном разделении слоев отмечается незначительная муть, мешающая фотометрированию. В этом случае пробирки необходимо опустить на несколько секунд в теплую воду или добавить на кончике скальпеля хлористый натрий (п.9.2.7).

Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют на фотометре КФК-3 в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 400 нм относительно контрольной пробы. Если оптическая плотность превышает 0.6, пробы переливают в кюветы с толщиной 1 мм и измерение повторяют.

Для приготовления контрольной пробы 150 г воздушно-сухой почвы, не содержащей нитрозодиметиламин (п.11.1.1), помещают в коническую колбу, добавляют 300 $см^3$ дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше при анализе проб.

При содержании нитрозодиметиламина в почве выше 8 мг/кг, отбирают новую аликвотную часть оставшегося экстракта, отфильтровывают и проводят анализ.

11.3 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности растворов от массовой концентрации нитрозодиметиламина, устанавливают по девяти градуировочным растворам.

Для построения градуировочного графика готовят необходимое количество водного экстракта воздушно-сухой почвы, не содержащей нитрозодиметиламин (п.11.1.1), аттестованных рабочих растворов нитрозодиметиламина (п.9.2.6). В круглодонные колбы перегонных приборов помещают необходимые количества аттестованных рабочих растворов и экстракта в соответствии с таблицей 3. Дальнейший анализ проводят так же, как при анализе проб (п.11.2).

Необходимо провести не менее 10 измерений каждой из концентраций нитрозодиметиламина в течение нескольких дней, готовя при этом новые аттестованные растворы. По среднеарифметическим результатам строят два градуировочных графика: один график – при фотометрировании в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм, другой – при фотометрировании в кюветах 1 мм. При этом по оси абсцисс откладывают концентрацию нитрозодиметиламина в мкг/пробе, по оси ординат – оптическую плотность. При замене реактивов и средств измерений градуировочный график строят заново.

Прибор для отгонки проб.

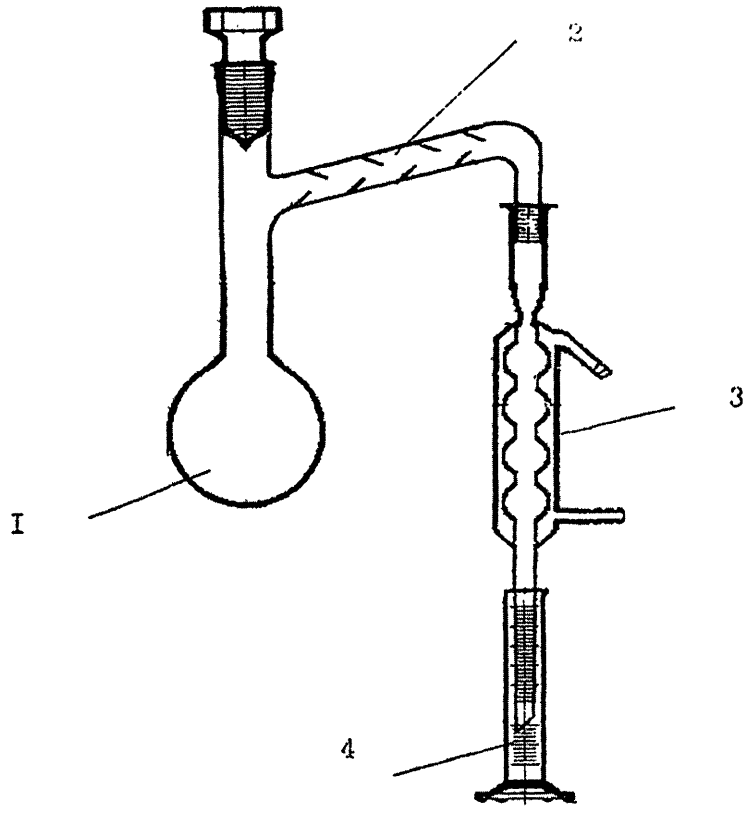


Рис. 1

1. Колба перегонная вместимостью 250 или 500 $см^3$
2. Дефлегматор
3. Холодильник шариковый
4. Приемник – цилиндр

Таблица 3 - Алгоритм приготовления растворов нитрозодиметиламина для построения градуировочного графика.

Состав градуировочного раствора	Номера градуировочного раствора									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Аттестованный раствор с массовой концентрацией нитрозодиметиламина 10 мкг/см^3, см^3	0	0,15	0,3	0,75	1,5	3,0				
Аттестованный раствор с массовой концентрацией нитрозодиметиламина 100 мкг/см^3, см^3							0,6	1,5	3,0	6,0
Экстракт почвенный, см^3	150,0	149,85	149,7	149,25	148,5	147,0	149,4	148,5	147,0	144,0
Содержание нитрозодиметиламина в экстракте, мкг/пробе	0	1,5	3	7,5	15	30	60	150	300	600
Содержание нитрозодиметиламина в почве, мг/кг	0	0,02	0,04	0,1	0,2	0,4	0,8	2	4	8

11.4 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед выполнением анализов каждой партии проб.

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

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого выбранного образца следующего условия:

$$X = C \leq \Delta_{гр}, \qquad (2)$$

где: X - результат измерения содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, мкг;

C - аттестованное значение содержания нитрозодиметиламина 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 нитрозодиметиламина:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \qquad (3)$$

где: n - число измерений

X_i - результат измерения содержания нитрозодиметиламина в i-ой пробе градуировочного раствора, мкг;

- среднее квадратическое отклонение результата измерения массовой доли нитрозодиметиламина в градуировочном растворе:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}} \qquad (4)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta \overline{X_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \qquad (5)$$

где: t - коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95;

- точность (относительная погрешность) результата измерений:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta \overline{X_i}}{\overline{X_i}} \cdot 100\%; \ \Delta_{гр} = 0{,}01 \ \delta_{гр} C \qquad (6)$$

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю нитрозодиметиламина в воздушно-сухой почве каждой из параллельных проб (X_1 и X_2) рассчитывают по формуле:

$$X_{1,2} = \frac{C_э \cdot V \cdot K}{P_в \cdot V_1}, \text{ мг/кг}, \qquad (7)$$

где: $C_э$ - содержание нитрозодиметиламина в экстракте, мкг/пробе

$P_в$ - масса влажной почвы, взятой на анализ, (п. 11.1.2), г

V - общий объем экстракта, $см^3$

V_1 - объем экстракта, взятого на анализ, $см^3$

K - коэффициент пересчета массы влажной почвы на массу в воздушно-сухом состоянии:

$$K = \frac{P_в}{P_C}, \qquad (8)$$

где: P_C - масса почвы, взятой на анализ, в воздушно-сухом состоянии (п.), г

Содержание нитрозодиметиламина в экстракте ($C_э$) в мкг/пробе находят по градуировочному графику.

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 4.

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 4 - Значение пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,02 до 0,5 вкл	39
св 0,5 до 5,0 вкл	34
св 5,0 до 30,0 вкл	28

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения $\bar{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, P=0,95, где $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$ ($\bar{X}$ – массовая концентрация нитрозодиметиламина).

Значения δ приведены в таблице 1.

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

где: $\bar{X}$ - 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 по-

следующим 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 5.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 5 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,02 до 0,5 вкл	70
св 0,5 до 5,0 вкл	62
св 5,0 до 30,0 вкл	56

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 нитрозодиметиламина в пробе, полученных в

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.

БИБЛИОГРАФИЯ

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

[2] 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

[3] Кушнева В.С., Горшкова Р.Б. Справочник по токсикологии и гигиеническим нормативам (ПДК) потенциально опасных химических веществ, М., Изд.АТ

[4] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3

[5] ТУ 3614-008-23050963-99 Перемешивающее устройство ПЭ 6410М

[6] ТУ 64-12850-80 Баня водяная с электроподогревом

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

[8] ТУ 6-09-1181-76 Бумага универсальная для определения в интервале pH 1-10 и 7-14

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

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

[11] ТУ 25-11-1592-81 Аппарат для дистилляции воды БС

[12] ТУ 6-09-260-85 п-Нитробензальдегид. Технические условия

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

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

условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности ($R_л$), выраженного в единицах измеряемых содержаний

$$|X_1-X_2| \le 0{,}01 R_л \cdot \overline{X}, \quad (9)$$

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

$\overline{X}$ - средне арифметическое значение результатов измерений, полученных в условиях внутрнлабораторной 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 (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля

Если анализ рабочей пробы показал отсутствие нитрозодиметиламина (на уровне предела обнаружения методики), то , в соответствии с п. 5 РМГ 76 [14], 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:

$$K_к = [X-C] \quad (10)$$

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta, \quad (11)$$

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:

$$K_к \le K \quad (12)$$

При невыполнении условия (12) эксперименты повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ
РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ НИТРОЗОДИМЕТИЛАМИНА

1 Расчет метрологических характеристик исходного раствора

1.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление исходного раствора и формула расчета аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в растворе описаны в п. 9.2.5.1.

1.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе производят по формуле:

$$\Delta_a = a_a \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2}, \text{мг/см}^3,$$

где: a_a - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, мг/см^3; a_a = 10,06 мг/см^3 (п.9.4.1.1);

$\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли нитрозодиметиламина в продукте, % ; $\Delta\mu$ = 0,01%;

μ - массовая доля нитрозодиметиламина в продукте, %; μ =99,99% ;

ΔV - характеристика погрешности установления объема V (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3; $\Delta V = \pm 0{,}01$ см^3;

V - объем нитрозодиметиламина, отобранный для приготовления исходного раствора, см^3; V = 0,5 см^3;

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_1 = 0,1 см^3;

V_1 - объем приготовленного исходного аттестованного раствора, см^3; V_1 = 50 см^3.

2 Расчет метрологических характеристик основного раствора

2.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление основного раствора описано в п. 9.2.5.2.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе рассчитывают по формуле:

$$a_0 = a_a \frac{V_2}{V_3}, \text{мг/см}^3,$$

где: V_2 - объем исходного аттестованного раствора, отобранного для приготовления основного аттестованного раствора, см.^{3}; V_2= 10 см^3;

V_3 - объем приготовленного основного раствора, см^3; V_3=100 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе составляет 1,01 мг/см^3.

2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения основного раствора производят по формуле:

$$\Delta_0 = a_0\sqrt{\left(\frac{\Delta u}{a_0}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}\ ,\text{мг/см}^3,$$

где: a_0 - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3 (a_0=1,0 мг/см^3);

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

V_2 - объем исходного аттестованного раствора, отобранного для приготовления основного аттестованного раствора, см^3;

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

V_3 - объем приготовленного основного аттестованного раствора, см^3.

3 Расчет метрологических характеристик раствора нитрозодиметиламина с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 (рабочий раствор № 1)

3.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление рабочего раствора № 1 готовят, как описано в п. 9.2.5.3.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 1 рассчитывают по формуле:

$$a_1 = a_0\frac{V_4}{V_5}\ ,\ \text{мкг/см}^3,$$

где: V_4 - объем основного аттестованного раствора взятого для приготовления рабочего раствора № 1, см^3; V_4=10 см^3;

V_5 - объем приготовленного рабочего раствора № 1, см^3; V_5=100 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 1 составляет 0,10 мг/см^3 или 100,0 мкг/ см^3.

3.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 1 производят по формуле:

$$\Delta_1 = a_1\sqrt{\left(\frac{\Delta_0}{a_0}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_5}{V_5}\right)^2}\ ,\text{мкг/см}^3,$$

где: a_1 - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 1, мкг/см^3 (a_1=100,0 мкг/см^3);

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

V_4 - объем основного аттестованного раствора, отобранного для приготовления рабочего аттестованного раствора № 1, см^3; V_4 = 9,9 см^3;

ΔV_5 - характеристика погрешности установления объема V_5 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3;

V_5 - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора № 1, см^3.

4 Расчет метрологических характеристик раствора нитрозодиметиламина с массовой концентрацией 10 мкг/см^3 (рабочий раствор № 2)

4.1. Расчет аттестованного значения

Приготовление рабочего раствора № 2 описано в п. 9.2.5.4.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 2 рассчитывают по формуле:

$$a_2 = a_1\frac{V_6}{V_7}\ ,\ \text{мкг/см}^3,$$

где: V_6 - объем рабочего аттестованного раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см^3; V_6=10 см^3;

V_7 - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см^3; V_7=100 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 10,00 мкг/см^3.

4.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения рабочего раствора № 2 производят по формуле:

$$\Delta_2 = a_2\sqrt{\left(\frac{\Delta_0}{a_0}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_6}{V_6}\right)^2+\left(\frac{\Delta V_7}{V_7}\right)^2}\ ,\text{мкг/см}^3,$$

где: a_2 - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе № 2, мкг/см^3 (a_2=10,0 мкг/см^3);

ΔV_6 - характеристика погрешности установления объема V_6 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3;

V_6 - объем рабочего аттестованного раствора № 1, отобранного для приготовления рабочего аттестованного раствора № 2, $см^3$; $V_6 = 10$ $см^3$;

ΔV_7 - характеристика погрешности установления объема V_7 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), $см^3$;

V_7 - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора № 2, $см^3$.

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

№ 224.0168/01.00258/2010

Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
в пробах почв фотоколориметрическим методом ,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений
предназначенная для применения в лабораториях Центров Государственного санитарного эпидемиологического надзора Федерального медико-биологического агентства,
область использования
разработанная ФГУ «ФМБЦ им. А.И. Бурназяна» ФМБА России,
(123182, г. Москва, ул. Живописная, 46)
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России «Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почв фотоколориметрическим методом»,
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод),
год утверждения – 2010, на 29 стр.
год утверждения, число страниц

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 разработке методики измерений
и экспериментальных исследований
теоретические и (или) экспериментальные исследования

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует требованиям, предъявляемым
ГОСТ Р 8.563-2009
нормативно-правовой документ (при наличии), ГОСТ Р 8.563 и другие документы

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам.директора по научной работе **С.В.Медведевских**

Зав.лабораторией **В.И.Панева**

Дата выдачи: 25.10.2010

Рекомендуемый срок пересмотра методики (метода) измерений: 25.10.2015

МП

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

Приложение к свидетельству № 224.0168/01.00258/2010
об аттестации методики измерений массовой доли нитрозодиметиламина
в пробах почв фотоколориметрическим методом

На 1 листе

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

Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %
от 0.02 до 0.5 вкл.	14	25	50
св. 0.5 до 5.0 вкл.	12	22	44
св. 5.0 до 30.0 вкл.	10	20	40

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.02 до 0.5 вкл.	39	70
св. 0.5 до 5.0 вкл.	34	62
св. 5.0 до 30.0 вкл.	28	56

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- 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)

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

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

Старший научный сотрудник ФГУП «УНИИМ», к.х.н., эксперт-метролог (сертификат № RUM 02.33.00221) Тоболкина Н.В.

*/ соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k=2.
**/ Значение показателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=5)

gost.e-ecolog.ru