Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Методика измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.017 -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 (Иваницкая Л.И., Сенкевич Г.Я., Смирнова С.В.)

2 Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ РИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии и выдано Свидетельство об аттестации № 224.0165/01.00258/2010

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, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям « 24 » марта 2011 г.

5 Введены взамен МУК 4.1.014-04 «Нитрозодиметиламин. Фотоколориметрическое определение массовой концентрации в воздухе производственных помещений. Методика выполнения измерений»

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 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

	Стр.
1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	5
3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	7
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 УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ	9
5.1 Средства измерений	9
5.2 Вспомогательные устройства и материалы	9
5.3 Реактивы	10
6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	10
7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ	11
8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ	11
9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	12
9.1 Подготовка фотометра к работе	12
9.2 Подготовка пробоотборного устройства ПУ-4Э к работе	12
9.3 Приготовление растворов	12
9.4 Подготовка пробоотборника к работе	14
10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ	15
11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	16
11.1 Построение градуировочного графика	16
11.2 Контроль стабильности градуировочного графика	16
11.3 Проведение анализа	17
12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ	18
13 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ	19
14 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ	19
БИБЛИОГРАФИЯ	21
ПРИЛОЖЕНИЕ: Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов нитрозодиметиламина	22

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



В.В.Романов

«27» апреля 2011г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы.

Методика измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.0[illegible]- 11

Дата введения - с момента утверждения

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Методические указания устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в разовых пробах воздуха рабочей зоны в диапазоне концентраций (0,005 – 0,1) мг/м^3.

На результаты анализа не влияет присутствие в воздухе паров следующих соединений (в мг/м^3): 1,1-диметилгидразина - 0,05; первичных аминов –5; тетраметилтетразена – 0,5; формальдегида –1; углекислого газа –60000; окиси углерода –100.

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 воздуха рабочей зоны, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

---

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы:

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

ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организации. Общие положения

ГОСТ Р 1.5-92 ГСИ Общие требования к построению, изложению и содержанию стандартов

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 Р 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. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 ГСИ. Единицы величин

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

ГОСТ 12.0.003-74 (СТ СЭВ 709-77) «ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация»

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда

ГОСТ 12.1.004-91 Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 12.1.010-76 (СТ СЭВ 3517-81) «ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования»

ГОСТ 12.1.016-79 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам, измерение концентраций, порядок веществ

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

ГОСТ 12.4.007-74 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Метод определения температуры вдыхаемого воздуха

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Гидроокись натрия, ч.д.а

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4658-79 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5777-84 Калий марганцовокислый технический. Технические условия

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

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками

ГОСТ 6702-79 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия

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

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 измерений, 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]

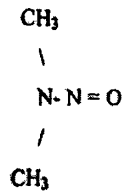
Нитрозодиметиламин.

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, формальдегида 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 улавливании нитрозодиметиламина из воздуха, восстановлении его в кислой среде амальгамой цинка до 1,1-диметилгидразина и взаимодействии последнего с 4-пиридинальдегидом с образованием окрашенного комплекса, имеющего максимум поглощения при длине волны 380 нм. Избирательность определения нитрозодиметиламина в присутствии 1,1-диметилгидразина обеспечивается путем извлечения последнего из воздуха с помощью пробоотборника, заполненного гранулированным стеклом, импрегнированным пленкообразующим раствором.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Данная методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей величин, указанных в таблице 1.

Таблица 1- Диапазон измерений, значения показателей точности методики, стадии отбора аналитической пробы и аналитической стадии*/

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности методики), ± δ,%	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы $\sigma_{от}$, %	Показатель точности аналитической стадии $\pm\delta_{а}$, %
от 0,005 до 0,1 вкл.	25	10	23

*/ Методика условно разделена на две стадии: отбора аналитической пробы и аналитическую. 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 методики применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

5.1 Средства измерений

Таблица 2 – Средства измерений

Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр фотоэлектрический, типа КФК-3 ТУ 3- 3.2164-89 [4]	оптическая плотность	3 %
Весы аналитические типа ВЛР-200 ГОСТ 24104-2001	миллиграмм	0,75
Пипетки мерные: ГОСТ 29227-91 4-2-1 4-2-5 6-2-10	кубический сантиметр	 ±0,01 ±0,02 ±0,05
Устройство ПУ (для отбора проб воздуха) ТУ 4215-000-11696625-98 [5]	кубический метр	5 %

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Воронка делительная вместимостью 100-200 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Стакан лабораторный термостойкий вместимостью 50,500,1000 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Пробирки с притертыми пробками типа ПКМ-25 КШ 14/23 или ПКМ-15-КШ 14/23	ГОСТ 25336-82
Сетка проволочная полутомпаковая 0,25	ГОСТ 6613-86
Вода дистиллированная	ГОСТ 6702-79
Бидистиллятор БС	ТУ 25-11-1592-81 [6]
Дистиллятор (Аквадистиллятор)	ТУ 9452-002-22213860-00 [7]

5.3 Реактивы

Нитрозодиметиламин	
4-пиридинальдегид	ТУ 6-16-05-001-79 [8]
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ 18300-87
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118-77
Силикагель марки КСКГ, 0,4-0,6 мм.	ГОСТ 3956-76
Цинк металлический гранулированный	ТУ 6-09-5294-86 [9]
Натрия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 4328-77
Этиленгликоль, ч.д.а.	ГОСТ 19710-83
Калий марганцовокислый, х.ч.	ГОСТ 5777-84
Кислота уксусная	ГОСТ 61-75
Ртуть марки Р-3,	ГОСТ 46-58-79

Примечание: Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ. 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 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 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.

Работа с ртутью. В лабораторных условиях необходимо хранить ртуть в толстостенной стеклянной посуде с притертыми пробками под слоем подкисленного раствора перманганата калия. При обнаружении в рабочих помещениях паров ртути необходимо приступить к очистке помещения от ртути.

После механической очистки (сбора ртути в емкость) необходимо провести химическую обработку загрязненных участков 20% раствором хлорного железа, затем произвести влажную уборку помещения с целью тщательного удаления продуктов реакции ртути с химическими реагентами. Категорически запрещается брать ртуть незащищенными руками или проводить отсасывание ее ртом.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию лаборанта-химика, ознакомленного с действующими правилами безопасности работы с нитрозодиметиламином.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, ^{0}C	+ 10^0... +35^0;
Атмосферное давление мм рт. ст.,	630 – 800;
Относительная влажность воздуха, %	65±15;
Напряжение в сети, В	220 ± 22.
Частота питающей сети, Гц	50±0,5

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся 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 Подготовка пробоотборного устройства ПУ-4Э к работе

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

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Приготовление исходного аттестованного раствора нитрозодиметиламина

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 10-15 см^3 раствора 30% уксусной кислоты, взвешивают, добавляют 1 см^3 нитрозодиметиламина и вновь взвешивают. Доводят объем до метки раствором 30% уксусной кислоты, перемешивают и рассчитывают массовую концентрацию нитрозодиметиламина в исходном аттестованном растворе по формуле:

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

где: μ - массовая доля основного вещества (нитрозодиметиламина) в нитрозодиметиламине, %. Значение μ приводится в сертификате на продукт.

m - масса навески нитрозодиметиламина, взятой для приготовления исходного раствора, мг;

V - объём приготовленного исходного раствора, см^3.

Исходный аттестованный раствор нитрозодиметиламина устойчив в течение 1 месяца.

9.3.2 Приготовление основного аттестованного раствора нитрозодиметиламина

Соответствующим разведением исходного раствора 30% уксусной кислотой готовят основной аттестованный раствор с массовой концентрацией нитрозодиметиламина 1 мг/см^3. Основной аттестованный раствор устойчив в течение 1 недели при хранении в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике.

9.3.3 Приготовление рабочего аттестованного раствора нитрозодиметиламина

Рабочий аттестованный раствор с массовой концентрацией 0,001 мг/см^3 готовят соответствующим разбавлением основного раствора 30% уксусной кислотой.

Рабочий аттестованный раствор готовят непосредственно перед употреблением. Раствор устойчив в течение рабочего дня.

Расчет характеристик погрешности аттестованных значений смеси нитрозодиметиламина приведен в Приложении.

9.3.4 Приготовление спиртового раствора 4-пиридинальдегида молярной концентрации 0,5 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 6,25 г 4-пиридинальдегида, приливают 70-80 см^3 этилового спирта и нагревают на водяной бане при температуре 60-70°С до полного растворения навески. После охлаждения до комнатной температуры доводят объем этиловым спиртом до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в темном месте при комнатной температуре два месяца.

9.3.5 Приготовление раствора уксусной кислоты с объемной долей 30%

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают ~ 100-150 см^3 бидистиллированной воды, добавляют 75 см^3 уксусной кислоты и доводят до метки водой. Срок хранения раствора при комнатной температуре - 6 месяцев.

9.3.6 Приготовление раствора серной кислоты с объемной долей 2 %

В стакан из термостойкого стекла наливают 490 см^3 бидистиллированной воды, вносят пипеткой 10 см^3 концентрированной серной кислоты (d = 1,84 г/см^3) и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Срок хранения неограничен в склянке с притертой пробкой.

9.3.7 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 1 моль/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 70-80 см^3 бидистиллированной воды и вносят пипеткой 5,4 см^3 концентрированной серной кислоты (d = 1,84 г/см^3). Содержимое колбы тщательно перемешивают, после чего объем в колбе доводят до метки водой и вновь перемешивают. Срок хранения не ограничен.

9.3.8 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 30%

В стакан из термостойкого стекла емкостью 500 см^3 помещают 150 г гидрооксида натрия и медленно, перемешивая стеклянной палочкой, добавляют 350 см^3 бидистиллированной воды. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения 3 месяца.

9.3.9 Приготовление раствора соляной кислоты с объемной долей 20%

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 800 см^3 бидистиллированной воды, приливают 200 см^3 концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают. Срок хранения не ограничен.

9.3.10 Приготовление амальгамы цинка

В круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 4 г цинка, промывают его сначала эфиром, затем 2% раствором серной кислоты, добавляют 200 г (14,8 см^3) ртути, 2 см^3 раствора серной кислоты и нагревают на водяной бане при температуре 70-80^{0}С в течение 40 минут при постоянном помешивании. Образовавшуюся амальгаму цинка промывают несколько раз раствором серной кислоты, помещают в делительную воронку и отделяют от твердых частиц, сливая через кран жидкую амальгаму цинка. Хранят амальгаму цинка в склянке с притертой пробкой под слоем раствора 30% уксусной кислоты в течение 4-х месяцев.

9.4. Подготовка пробоотборника к работе

9.4.1 Приготовление адсорбента

100 г силикагеля марки КСКГ помещают в стакан вместимостью 500см^3, заливают его 300см^3 раствора соляной кислоты и кипятят в течение 3-х часов на водяной бане. Затем кислоту сливают, силикагель промывают горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции промывной воды (pH=5-7). Замеряют оптическую плотность промывной воды в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 380 нм относительно дистиллированной воды. Если оптическая плотность более 0,005, отмывку силикагеля продолжают. Отмытый силикагель сушат при температуре 150-200^{0}С в течение пяти часов. Хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения неограничен.

9.4.2 Регенерация отработанного силикагеля

Отработанный силикагель промывают горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции (pH=5-7), затем замеряют оптическую плотность промывной воды и сушат силикагель как в п. 9.3.

9.4.3 Подготовка исходного стекла

Навеску стеклянных гранул (100-150 г) фракции 0.8-1,0 мм помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$ и многократно промывают дистиллированной водой, сливая воду путем декантации. После достижения нейтральной реакции промывной воды pH=6±1, измеряют ее оптическую плотность на фотометре КФК-2 при длине волны λ=400 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно воздуха. Измеренная величина не должна отличаться от оптической плотности дистиллированной воды, измеренной относительно воздуха более чем на 0,004 ед. В противном случае отмывку стекла продолжают. Промытое стекло сушат при температуре 100^0С и хранят в закрытых банках. Срок хранения не ограничен.

9.4.4 Регенерация отработанного стекла

Отработанный адсорбент промывают дистиллированной водой 2-3 раза, заливают небольшой порцией хромовой смеси, выдерживают 2 часа и многократно промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывной воды.

9.4.5 Приготовление пленкообразующего раствора

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ этилового спирта, 1$см^3$ концентрированной серной кислоты, 1,5 $см^3$ этиленгликоля, перемешивают, доводят объем до метки этиловым спиртом и вновь перемешивают.

9.4.6 Импрегнирование стекла

Взвешивают по 20г сухого стекла и помещают в чашки Петри. Заливают в каждую по 6 $см^3$ пленкообразующего раствора, подсушивают стекло на воздухе в течение 1 часа до исчезновения запаха этилового спирта. Импрегнированное стекло хранят в банке с притертой крышкой. Срок годности адсорбента 3 дня.

9.4.7 Сборка пробоотборника

Пробоотборник заполняют адсорбентом на всю высоту фторопластового вкладыша, слегка уплотняя силикагель постукиванием о твердую поверхность. Навинчивают на пробоотборник крышку. Затем также готовят пробоотборник для улавливания 1,1- диметил-

гидразина, заполняя пробоотборник гранулированным стеклом, импрегнированным пленкообразующим раствором, соединяют два пробоотборника силиконовым шлангом.

При отборе проб пробоотборник с гранулированным стеклом ставится впереди пробоотборника с силикагелем. Пробоотборник с силикагелем присоединяется к аспиратору силиконовым шлангом.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воздуха производят в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Для анализа следует отобрать не менее 40 дм^3 воздуха со скоростью 10 дм^3/мин. Сразу после отбора проб, пробоотборник закрывают с двух сторон заглушками и маркируют. Одновременно составляют сопроводительный документ (акт отбора проб), где указывают цель анализа, место и дату отбора, должность и фамилию отобравшего пробу.

Химический анализ желательно проводить в день отбора. При невозможности выполнения анализа в день отбора пробоотборники хранят в прохладном месте (холодильник) не более 2-х суток.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Построение градуировочного графика

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

Для построения градуировочного графика в ряд пробирок с притертыми пробками вносят аликвоты аттестованных рабочих растворов нитрозодиметиламина и раствор уксусной кислоты в количествах, указанных в таблице 3 и дальнейший анализ проводят так же, как при анализе проб.

Оптическую плотность рабочих градуировочных растворов ($Д_{гр}$) и нулевых ($Д_0$) растворов измеряют на фотометре КФК-3 в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно дистиллированной воды при длине волны 380 нм.

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

Состав градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией нитрозодиметиламина 1 мкг/см^3, см^3	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,8	1,0	1,5	2,0

продолжение таблицы 3

Раствор уксусной кислоты, см^3	2,0	1,9	1,8	1,7	1,5	1,2	1,0	0,5	0
Амальгама цинка, см^3	Во все пробирки по 0,3								
Гидроксид натрия, см^3	Во все пробирки по 0,3								
4-пиридинальдегид, см^3	Во все пробирки по 0,5								
Содержание нитрозодиметиламина в пробе, мкг	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,8	1,0	1,5	2,0

Каждую точку градуировочного графика находят как среднее арифметическое десяти параллельных определений.

При замене реактивов и средств измерения градуировочный график строят заново.

11.2 Контроль стабильности градуировочного графика

Стабильность градуировочного графика проверяется один раз в год, не менее чем по трем точкам.

Для проверки стабильности градуировочного графика берут не менее трех градуировочных растворов вещества и анализируют как описано в методике измерений.

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

$$X - C \le \Delta_{гр}, \qquad (2)$$

где: X - результат измерения содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, (мкг; мкг/см^3);

C - аттестованное значение содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, (мкг; мкг/см^3);

$\Delta_{гр}$ - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, (мкг; мкг/см^3).

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

- среднее арифметическое значение результатов измерений:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)}, \qquad (3)$$

где: n - число измерений;

X_i - результат измерения содержания нитрозодиметиламина в i-ой пробе градуировочного раствора, (мкг; мкг/см^3);

- среднеквадратическое отклонение результата измерения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}}, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)}; \qquad (4)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t \text{, (мкг; мкг/см}^3\text{)}, \qquad (5)$$

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

- точность (относительная погрешность) измерений:

$$\delta_{пр} = \frac{\Delta\overline{X}_i}{\overline{X}_i} \cdot 100\%; \qquad \Delta_{пр} = 0{,}01\delta_{пр} \cdot C \text{, (мкг; мкг/см}^3\text{)} \qquad (6)$$

11.3 Проведение анализа

Содержимое пробоотборника переносят в пробирки с притертыми пробками, добавляют 4см^3 30% раствора уксусной кислоты, осторожно встряхивают в течение 1 минуты. Отбирают 2см^3 и вносят в пробирку с притертой пробкой, куда предварительно добавляют 0,3 см^3 амальгамы цинка. Восстанавливают пробы, энергично встряхивая содержимое в течение 3-х минут. Для отделения амальгамы от аналитических растворов осторожно наклоняют пробирку, сливают амальгаму, а восстановленную пробу сливают в сухие пробирки с притертыми пробками, добавляют по 0,3см^3 раствора гидроксида натрия, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 0,5см^3 4-пиридинальдегида и выдерживают в течение 20 минут при комнатной температуре. С помощью одной порции амальгамы можно восстановить 50 проб. После восстановления каждой пробы амальгаму цинка промывают раствором уксусной кислоты.

Одновременно с пробами анализируют холостые пробы. Для этого содержимое трех неэкспонированных пробоотборников переносят в пробирки с притертыми пробками и дальнейшую обработку проводят так же, как описано выше при анализе пробы.
Отработанный адсорбент регенерируют.

Оптическую плотность анализируемой ($Д_{пр}$) и холостых ($Д_х$) проб измеряют на фотометре КФК-3 в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 380 нм относительно дистиллированной воды.

За результат измерения оптической плотности холостых проб принимают среднее арифметическое результатов параллельных измерений ($Д_х^1$, $Д_х^2$ и $Д_х^3$): $Д_х=[(Д_х^1+Д_х^2+Д_х^3)/3]$. Результат параллельного наблюдения считается годным, если выполняется условие $Д_х^{1,2,3} - Д_х \leq 0{,}003$. В противном случае заново готовят холостые пробы.

Для каждой проанализированной пробы рассчитывают величину оптической плотности ($\Delta Д_{пр}$) по формуле:

$$\Delta Д_{пр} = Д_{пр} - Д_х. \qquad (7)$$

12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.

Массовую концентрацию нитрозодиметиламина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot V_p}{V_a \cdot V_0} \text{ мг/м}^3, \quad (8)$$

где: **m - масса нитрозодиметиламина, найденная по градуировочному графику в объеме раствора, взятого на анализ, мкг;**

V_p- общий объем раствора пробы, см^3;

V_a- объем раствора, взятый на анализ, см^3;

V_0 - объем отобранной пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, (давление 760 мм рт. ст., температура 20^0 С), дм^3;

Объем отобранной пробы воздуха приводят к нормальным условиям по формуле:

$$V_0 = G\frac{P}{273+T}ut, \quad (9)$$

где: P - атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм. рт. ст.;

T- температура воздуха при отборе пробы (на входе в ротаметр), ^{0}С;

u - расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;

t - длительность отбора пробы, мин;

G- коэффициент пересчета, равный 0,383 (для воздуха рабочей зоны).

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в следующем виде:

результат анализа X мг/м^3, характеристика погрешности δ %, P=0,95 или

X±Δмг/м^3, P=0,95, где Δ=δ X/100 мг/м^3

Значение δ приведены в таблице 1.

13 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 результата может быть использовано их общее среднее значение. Значения показателей повторяемости и воспроизводимости, предела воспроизводимости приведены в таблицах 4 и 5.

Таблица 4- Диапазон измерений, значения показателей повторяемости и воспроизводимости (для аналитической стадии методики)

Диапазон измерений, мкг/пробе	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), δ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), δ_R,%
от 0,1 до 2,0 вкл	9	11

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

Диапазон измерений, мкг/пробе	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,1 до 2,0 вкл	31

14 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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).

Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля.

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X - C, \quad (10)$$

где: X - результат контрольного измерения массовой концентрации нитрозодиметиламина в образце для контроля;

C - аттестованное значение образца для контроля.

В качестве образца для контроля используют аттестованную смесь нитрозодиметиламина, известное количество которой вводят в неэкспонированный пробоотборник с адсорбентом и далее проводят через весь ход анализа.

Норматив контроля *К* рассчитывают по *формуле:*

$$К = Δ, \quad (11)$$

где: $Δ = 0,01 * δ * С$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия: $К_к \leq К$. (12)

При невыполнении этого условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

Периодичность контроля исполнителем процедуры стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются 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 (типа КФК-3)

[5] ТУ 4215-000-11696625-95 Устройство ПУ-4Э (для отбора проб воздуха)

[6] ТУ 25-11-1592-81 Бидистиллятор БС

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

[8] ТУ 6-16-05-001-79 4-пиридинальдегид

[9] ТУ 6-09-5294-86 Цинк металлический гранулированный

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ НИТРОЗОДИМЕТИЛАМИНА

Расчет аттестованных значений массовых концентраций нитрозодиметиламина и характеристик погрешности аттестованных значений производится в соответствии с РМГ 60 [10].

1 Расчет аттестованного значения и характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе

1.1. Расчет аттестованного значения

Исходный раствор готовят, как описано в п.9.2.1.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации вещества в исходном растворе производят по формуле:

$$a = \frac{\mu \cdot m}{100\% \cdot V}, \text{ мг/см}^3,$$

где: a - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, измеренное в весовых единицах на см^3, (мг/см^3);

μ - массовая доля нитрозодиметиламина в продукте, %. Значение μ берется из сертификата (паспорта) на продукт;

m - масса навески нитрозодиметиламина, в весовых единицах (мг, мкг); Значение массы рассчитывается как разность $(P_2 - P_1) = m$;

V - объем приготовленного исходного раствора, см^3.

1.2 Расчет характеристики погрешности

Характеристика погрешности рассчитывается по процедуре приготовления исходного раствора с учетом погрешности установления массовой доли основного вещества (нитрозодиметиламина) в продукте, погрешности взвешивания и предела допускаемой погрешности вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

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

где: Δa - характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, мг/см^3;

$\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли нитрозодиметиламина в продукте, %; $\Delta\mu = (100 - \mu)\%$;

ΔP_1 - характеристика погрешности взвешивания колбы без нитрозодиметил-амина (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

ΔP_2 - характеристика погрешности взвешивания колбы с нитрозодиметил-амином (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

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

P_1 - вес мерной колбы с дистиллированной водой, г; мг;

P_2 - вес мерной колбы с дистиллированной водой и нитрозодиметиламином, г; мг;

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

2 Расчет аттестованного значения и характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе

2.1 Расчет аттестованного значения

Основной раствор готовят, как показано в п.9.2.2.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе (a_o) производят по формуле:

$$a_o = \frac{a \cdot V_1}{V_2}, \text{ мг/см}^3;$$

где: a - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, $мг/см^3$;

V_1 - объем исходного раствора, взятый для приготовления основного раствора, $см^3$;

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

2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности производится по процедуре приготовления основных растворов с учетом погрешности аттестованного значения концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, пределов допускаемой погрешности объема пипетки и вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

$$\Delta a_o = a \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \text{ мг/см}^3,$$

где: a_o - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, $мг/см^3$;

a - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, $мг/см^3$;

V_1 - объем исходного раствора, взятый для приготовления основного раствора, $см^3$;

V_2 - объем приготовленного основного раствора, $см^3$;

Δa_o - характеристика погрешности установления массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3;

Δa - характеристика погрешности массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, мг/см^3;

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

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

3 Расчет аттестованного значения и характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе

3.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий аттестованный раствор готовят, как показано в п.9.2.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в рабочем растворе (a_p) производят по формуле:

$$a_p = \frac{a_o \cdot V_2}{V_3}, \text{ мг/см}^3;$$

где: a_o - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3;

V_2- объем основного раствора, взятый для приготовления рабочего раствора, см^3;

V_3 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3.

3.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности производится по процедуре приготовления рабочих растворов с учетом погрешности аттестованного значения концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, пределов допускаемой погрешности объема пипетки и вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

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

где: a_p - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3;

a_o - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3;

V_2 - объем основного раствора, взятый для приготовления рабочего раствора, см^3;

V_3 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3;

Δa_0 - характеристика погрешности установления массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см^3;

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

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

Во всех случаях аттестованные значения массовых концентраций веществ в растворах и характеристики погрешности аттестованных значений должны выражаться в одной и той же размерности и иметь одинаковое количество знаков после запятой.

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

№ 224.0165/01.00258/2010

Методика измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
в воздухе рабочей зоны фотометрическим 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 концентрации нитрозодиметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом»,
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод),
год утверждения – 2010, на 25 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: uniim@uniim.ru

Приложение к свидетельству № 224.0165/01.00258/2010
об аттестации методики измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

На 1 листе

1 Диапазон измерений, значения показателей точности методики, стадии отбора аналитической пробы и аналитической стадии *)

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель точности **) (границы относительной погрешности методики), ±δ, %	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы, $\pm\delta_{отб}$, %	Показатель точности аналитической стадии $\pm\delta_а$, %
от 0.005 до 0.1 вкл.	25	10	23

2 Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и предела воспроизводимости (для аналитической стадии методики)

Диапазон измерений, мкг в пробе	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости ***) (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, P=0.95), R, %
от 0.1 до 2.0 вкл.	9	11	31

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- контроль исполнителем процедуры выполнения аналитической стадии методики;
- контроль стабильности результатов измерений при реализации аналитической стадии методики (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритмы контроля исполнителем процедуры выполнения аналитической стадии приведены в документе на методику измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений при реализации аналитической стадии методики регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

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

*) Методика условно разделена на две стадии: отбора аналитической пробы и аналитическую.

**) соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k=2.

***) казателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=5).

gost.e-ecolog.ru