Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. Методы контроля. Химические факторы.

Методика измерений массовой концентрации диметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.018 - 11

Федеральное медико-биологическое агентство
Москва 2011 г

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (Л.И. Иваницкая)

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 и выдано Свидетельство об аттестации № 224.0164/01.00258/2010

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

5 Введены взамен МУК 4.1.026-02 «Диметиламин. Фотоколориметрическое определение массовой концентрации в пробах воздуха 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).

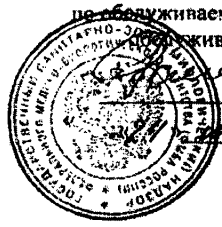
СОДЕРЖАНИЕ

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

МУК 4.1.018-11

УТВЕРЖДАЮ

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



_____ В. В. Романов

«24» марта 2011 г.

4.1Методы контроля. Химические факторы.

Методика измерений массовой концентрации диметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.018-11

Дата введения - с момента утверждения

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Методические указания устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации диметиламина в разовых пробах воздуха рабочей зоны в диапазоне концентраций (0,5 - 4,0) мг/м^3.

Определению диметиламина на уровне ПДК и выше не мешает присутствие примесей в пробе не более: НДМГ - 2мг/м^3, ТМТ - 2мг/м^3, формальдегида - 10 мг/м^3, НДМА - 40 мг/м^3, ионы аммония - 5 мг/м^3, нитрит-ионы - 1,5 мг/м^3.

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

НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы:

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

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

ГОСТ 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) 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 Пожарные безопасности. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Общие санитарные 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. Элекробезопасность. 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 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись Технические условия

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

ГОСТ 6702-79 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 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 2536-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные

ГОСТ 29227-91 Пипетки мерные

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная

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 аттестованной 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 диметиламина

Диметиламин - бесцветное газообразное вещество с запахом, напоминающим запах селёдки. Растворим в воде, спирте, эфире и прочих органических растворителях.

Химическое название по IUPAC-N-метилметанамин

Регистрационный номер по CAS 134-40-3

Молекулярная формула - $NH(CH_3)_2$

Температура кипения - 6,9 ^{0}C

Точка плавления - 92,2 ^{0}C

Плотность - 0,68 г/см^3

Молекулярная масса - 45,1

Диметиламин относится к 2 классу опасности с пометкой «Требуется специальная защита кожи и глаз». Характерными признаками острого отравления являются раздражение верхних дыхательных путей, возбуждение нервной системы, сменяющееся угнетением, учащение дыхания и признаки удушья.

Порог восприятия запаха человеком колеблется от 0.03 до 2,5 мг/м^3

4.2 Метод измерений

Метод определения основан на измерении оптической плотности окрашенного комплекса при взаимодействии диметиламина с 1,2 - нафтохинон-4-сульфонатом натрия (НХСН) при длине волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Данная методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей значений, представленных 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), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы $\pm\delta_c$, %	Показатель точности аналитической стадии ± δ, %
от 0,5 до 4,0 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 измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении методики применяются следующие средства измерений, вспомогательные устройства и 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 КФК-3 ТУ 3- 3.2164-89 [3]	оптическая плотность	3,00%
Весы аналитические электронные, модели AP 250 D OHAUS	миллиграмм	0,01
Устройство для отбора проб (ПУ-4Э) ТУ 4215-000-11696625 -95[4]	кубический метр	5 %
Пипетки: мерные, ГОСТ 29227-91 4-2-1 4-2-2 6-2-10	кубический сантиметр	± 0,01 ± 0,02 ± 0,05
Колбы: мерные, ГОСТ 1770-74 2-50-2 2-100-2	кубический сантиметр	±0,12 ±0,2

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Стаканы лабораторные термостойкие	ГОСТ 25336-82
вместимостью 500,1000 $см^3$	ГОСТ 29251-91
Воронки делительные	ГОСТ 25336-82
Пробирки с притертыми пробками типа ПКМ-25-КШ 14/23	ГОСТ 6709-72
Вода дистиллированная	ТУ 6-09-1426-76[5]
Поглотители с пористой пластинкой № 2	ГОСТ 17435-72
Линейка чертежная	ТУ 6-09-1181-76[6]
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 9452-002-22213860-00
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [7]

5.3 Реактивы

Dimethylammoniym chlorid (CH3)2NH·HCl (диметиламин гидрохлорид),массовая доля основного вещества 99,9%, погрешность 0,1%	Merck-Schuchardt
1,2- нафтохинон-4-сульфонат натрия (НХСН), ч.д.а,	ТУ 6-09-07-938-77[8]
Хлороформ х.ч.	ГОСТ 20015-88
Натрий гидрооксид, хч	ГОСТ 4328-77
Соляная кислота, хч	ГОСТ 3118-77

Примечание: Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОЛРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентраций диметиламина соблюдают следующие требования:

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

Работы по подготовке и проведения 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 диметиламином 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 диметиламина 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 диметиламина собирают в специальную емкость, разбавляют водой и сливают в канализацию.

При случайных проливах диметиламин засыпают песком, собирают в совок 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 диметиламина 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.

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.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, ^0C	$+ 10^0 +35^0$;
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 основного аттестованного раствора диметиламина с концентрацией 1 мг/см^3

На аналитических весах взвешивают 180,8 мг диметиламин гидрохлорида, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 50-60 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и вновь тщательно перемешивают. Раствор хранят в колбе с притлифованной пробкой в холодильнике один месяц.

9.3.2 Приготовление рабочего аттестованного раствора диметиламина с массовой концентрацией 10 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 1 см^3 основного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня.

Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений диметиламина в основном и рабочем растворах, проводимого в соответствии с РМГ 60 [9] по процедуре приготовления, приведены в Приложении.

9.3.3 Приготовление раствора 1,2-нафтохинон-4-сульфоната натрия

На аналитических весах взвешивают 0,130 г 1,2-нафтохинон-4-сульфоната натрия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, в которую предварительно наливают около 60-70 см^3 дистиллированной воды. После полного растворения вещества доливают

до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день анализа, устойчив он в течение рабочего дня.

9.3.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3

В стакан из термостойкого стекла помещают 250 - 300 см^3 дистиллированной воды, приливают 86 см^3 концентрированной соляной кислоты, перемешивают, доводят объем до метки водой. Срок хранения не ограничен.

9.3.5 Приготовление раствора гидрооксида натрия с массовой долей 40 %

4 г гидрооксида натрия растворяют в дистиллированной воде, затем объем доводят до 100 см^3. Срок хранения раствора в полиэтиленовом сосуде - 2 месяца.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб проводят согласно ГОСТ 12.1.005. Для отбора разовой пробы исследуемый воздух аспирируют со скоростью 1 дм^3/мин в поглотительный прибор с пористой пластинкой № 2, заполненный 5 см^3 0,1н раствора соляной кислоты.

Для определения диметиламина следует отобрать не менее 10 дм^3 воздуха.

Одновременно составляют сопроводительный документ (акт отбора проб), где указывают цель анализа, место и дату отбора, должность и фамилию отобравшего пробу. Анализировать пробы желательно в день отбора.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности от концентрации диметиламина устанавливают по шести градуировочным растворам (таблица № 3).

В делительные воронки вместимостью 250 см^3 вносят пипетками аттестованный раствор с концентрацией 10 мкг/см^3 в количествах: 0,5; 1; 2; 3; 4; 4,5 см^3. Добавляют до 50 см^3 дистиллированной воды, подщелачивают раствором едкого натра по универсальной индикаторной бумаге до pH 8-9 и после этого дополнительно вводят 0,2 см^3 раствора едкого натра. Прибавляют по 10 см^3 раствора 1,2-нафтохинон-4-сульфоната натрия (НХСН), по истечении 10 минут вносят по 10 см^3 хлороформа и содержимое воронок встряхивают в течение 2 мин.

Хлороформный слой (экстракт) после отстаивания в течение 3-5 мин сливают в пробирку через ватный тампон, помещенный в воронку для фильтрования. Экстракт из

пробирки переносят в кювету и измеряют оптическую плотность на фотометре при длине волны 440 нм в кюветах с толщиной рабочего слоя 20 мм на фоне дистиллированной воды. Измеряют оптическую плотность раствора сравнения и вычитают её из оптической плотности анализируемых растворов. Для приготовления раствора сравнения в делительную воронку вносят 50 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,2 $см^3$ раствора едкого натра, 10 $см^3$ раствора 1,2-нафтохинон-4-сульфоната натрия, спустя 10 мин вносят 10 $см^3$ хлороформа и проводят все операции, как описано выше.

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

Состав градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Рабочий раствор с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/$см^3$, $см^3$	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	4,5
Дистиллированная вода, $см^3$	50	49,5	49,0	48,0	47,0	46,0	45,5
Гидрооксид натрия, $см^3$	по 0,2 во все пробы						
Раствор НХСН, $см^3$	по 10 во все пробы						
Хлороформ, $см^3$	по 10 во все пробы						
Содержание диметиламина в пробе, мкг	0	5,0	10,0	20,0	30,0	40,0	45,0

Каждую точку градуировочного графика находят как среднее арифметическое 10 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 полгода не менее, чем по трем точкам.

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

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

$$X - C \le \Delta_{гр}, \qquad (1)$$

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

С - аттестованное значение содержания диметилдмина 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 рассчитывают по соответствующим формулам:

- среднеарифметическое значение результатов измерений:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \text{ мкг;} \qquad (2)$$

где: n - число измерений;

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

- среднеквадратическое отклонение результата измерения:

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

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t \text{ мкг;} \qquad (4)$$

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

- точность (относительная погрешность) измерений:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta\overline{X_i}}{\overline{X_i}} \cdot 100\%; \qquad \Delta_{гр}=0{,}01\delta_{гр}\,C, \text{ мкг;} \qquad (5)$$

11.3 Проведение анализа

Содержимое поглотительного прибора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, поглотитель промывают 3 раза дистиллированной водой и промывные воды переносят в тот же сосуд. Объём раствора доводят дистиллированной водой до метки и переносят в делительную воронку. Содержимое нейтрализуют раствором едкого натра по универсальной индикаторной бумаге до pH 8-9 и после этого вводят дополнительно 0,2 $см^3$ гидрохлорида натрия. Затем прибавляют 10 $см^3$ раствора 1,2-нафтохинон-4-сульфонат натрия (НХСН). По истечении 10 мин в воронку вносят 10 $см^3$ хлороформа и содержимое встряхивают в течение 2 мин. Экстракт переливают в мерные пробирки, измеряют оптическую плотность на фотометре КФК-3 при длине волны 440 нм в кюветах с толщиной

рабочего слоя 20 мм на фоне дистиллированной воды. Содержание диметиламина в экстракте определяют по градуировочному графику.

12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Массовую концентрацию диметиламина в воздухе (X мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot Vp}{Va \cdot Vo}, \quad \text{мг/м}^3, \qquad (6)$$

где: **m** - содержание диметиламина, найденное в анализируемом объёме поглотительного раствора, мкг;

V_p - объём поглотительного раствора, взятый для анализа, см^3; Vp = 5см^3;

V_a- общий объём поглотительного раствора, см^3; Va = 5 см^3;

V_0 - объём воздуха, отобранный для анализа, приведённый к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20^0 С), дм^3:

$$V_0 = G\frac{P}{273+T}ut, \qquad (7)$$

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 $X \pm \Delta$ мг/м^3, P = 0,95,

где: $\Delta = \delta X/100$ мг/м^3;

Значение δ представлено в таблице 1.

Результат должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность.

Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерения, а при необходимости, руководителем организации, подпись которого заверяется печатью.

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. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 5:

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

Диапазон измерений мкг в пробе	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), δ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), δ_R, %
от 5 - до 45 вкл.	7	11

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

Диапазон измерений, мкг в пробе	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях). R,%
от 5 - до 45 вкл	12

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

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 внутри лабораторной прецизионности, погрешности)

Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля (для аналитической стадии методики)

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:

$$K_к = X - C, \quad (8)$$

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

С - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в образце для контроля.

В качестве образца для контроля используют аттестованный раствор диметиламина, известное количество которого вносят в поглотитель и далее проводят через весь ход анализа.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta, \quad (9)$$

где: $\Delta = 0{,}01\ \delta\ C,$

Значение δ приведены в таблице 1;

С - величина добавки диметиламина.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K \quad (10)$$

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

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые 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] ТУ 3- 3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3

[4] ТУ 421500011696625-95 Устройство для отбора проб (типа ПУ-4Э)

[5] ТУ 6-09-1426-76 Поглотители «кипящего слоя»

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

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

[8]6-09-07-938-77 1,2- нафтохинон-4-сульфосульфокислоты натриевая соль. Реактив Фолина

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДИМЕТИЛАМИНА

Расчет аттестованных значений массовых концентраций веществ и характеристик погрешности аттестованных значений производится в соответствии с РМГ 60.

1 Расчет аттестованного значения и характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в основном растворе

1.1 Расчет аттестованного значения

Основной раствор готовят, как описано в п. 9.2.1.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в основном растворе рассчитывают по формуле:

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

где: а - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в основном растворе, измеренное в весовых единицах на $см^3$;

μ = 99,9%, значение берется из сертификата паспорта диметиламина гидрохлорида;

m - масса навески диметиламина гидрохлорида, взятого для приготовления основного раствора $(P_2..P_1)$= m, мг;

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

1.2 Расчет характеристики погрешности

Характеристика погрешности рассчитывается по процедуре приготовления основного раствора с учетом погрешности установления массовой доли основного раствора с учетом погрешности установления массовой доли основного вещества 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 диметиламина в основном растворе, $мг/см^3$;

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

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

ΔP_2 - характеристика погрешности взвешивания колбы с диметиламином (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 веществом, г; мг;

V - объем приготовленного основного раствора, см^3.

2 Расчет аттестованного значения и характеристик и погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе

2.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор готовят, как описано в п. 9.2.2.

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

$$a_p = \frac{a \cdot V_1}{V_2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: a - аттестованное значение массовой концентрации вещества в основном растворе, мг/см^3; мкг/см^3;

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

V_2 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3.

2.2 Расчет характеристики погрешности

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

Расчет производят по формуле:

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

где: a_p - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе, мкг/см^3;

a - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в основном растворе, мкг/см^3;

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

V_2 - объем приготовленного рабочего раствора, см^3;

Δa_p - характеристика погрешности установления массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе, мкг/см^3;

Δa - характеристика погрешности массовой концентрации диметиламина в основном растворе, мкг/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.

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

№ 224.0164/01.00258/2010

Методика измерений массовой концентрации диметиламина
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 диметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом»,
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод),
год утверждения – 2010, на 20 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: unilm@unilm.ru

Приложение к свидетельству № 224.0164/01.00258/2010
об аттестации методики измерений массовой концентрации диметиламина 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 0.5 до 4.0 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 5 до 45 вкл.	7	11	12

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.

[***] зателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=5).

gost.e-ecolog.ru