Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. Методы контроля. Химические факторы.

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.020 - 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 (С.В. Смирнова, 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 № 224.0163/01.00258/2010

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 4.1.017-06 «Методика выполнения измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в воздухе рабочей зоны 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 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 1,1-диметилгидразина	7
4.2 Метод измерений	9
4.3 Требования к показателям точности измерений	9
5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ	10
5.1 Средства измерений	10
5.2 Вспомогательные устройства и материалы	10
5.3 Реактивы	10
6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	11
7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ	12
8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ	12
9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	12
9.1 Подготовка фотометра к работе	13
9.2 Подготовка пробоотборнооого устройства ПУ-4Э к работе	13
9.3 Приготовление растворов	13
9.4 Приготовление адсорбента	15
10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ	16
11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	16
11.1 Построение градуировочного графика	16
11.2 Контроль стабильности градуировочного графика	17
11.3 Проведение анализа	18
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 1,1-диметилгидразина	22

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



Г.В.Романов

30 марта 2011г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы.

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.020- 11

Дата введения - с момента утверждения

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Методические указания устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в разовых пробах воздуха рабочей зоны в диапазоне концентраций (0,05 - 2,5) мг/м^3.

Допустимо присутствие в воздухе рабочей зоны следующих веществ (в мг/м^3): диметиламин - 10, тетраметилтетразен-10, нитрозодиметиламин -10, азотный тетраоксид -15, формальдегид -100, аммиак -20, сернистый газ -7, углекислый газ -1000, окись углерода-80, хлористый водород -30, ацетон -1000.

1.2 Методика предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих оценку соответствия гигиеническому нормативу содержания 1,1-диметилгидразина в пробах воздуха рабочей зоны, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (зарегистрировано Минюстом России 9 мая 2003 года, регистрационный № 4568)

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 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 12.0.004-90 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 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

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

ГОСТ 6702-79 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ В-17803-72 Гептил

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 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 № 102 «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 № 102 «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: Установленные характеристики погрешности и ее составляющих для любого из совокупности результатов 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

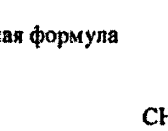
4.1 Физико-химические свойства 1,1-диметилгидразина [3]

1,1-диметилгидразин

Химическое название по IUPAC – 1,1-диметилгидразин; торговое название - гептил.

Молекулярная формула $C_2H_8N_2$

Структурная формула



Регистрационный номер по CAS 57-14-7

Молекулярная масса 60,1

1,1-диметилгидразин - бесцветная или бледно-желтого цвета жидкость с резким специфическим запахом, характерным для органических аминов. Обладает относительно высокой летучестью и испаряемостью, о чем свидетельствует низкая температура кипения 63°С при 760 мм рт.ст. и высокое давление насыщенных паров (при t=20°С, 122,4 мм. рт. ст.) С повышением температуры летучесть вещества значительно увеличивается. Плот-

ность 1,1-диметилгидразин при 20°С - 0,787-0,795 г/см^3, Т замерзания - 57,2°С, Т вспышки 15°С, Т самовоспламенения 248,9°С. Растворяется в воде, спиртах, углеводородах, аминах, эфирах, в водных растворах кислот. Водные растворы обладают щелочными свойствами.

По химической природе 1,1-диметилгидразин представляет собой органическое основание с сильно выраженными восстановительными свойствами, легко окисляется как кислородом воздуха и растворенным кислородом в воде, так и другими окислителями – оксидами азота, хлора, озоном и др. Особенно интенсивно 1,1-диметилгидразин реагирует с 98 % азотной кислотой и окислами азота. Это реакция положена в основу применения обоих компонентов в качестве ракетного топлива.

При окислении 1,1-диметилгидразина, в зависимости от условий (температура, продолжительность окисления, наличие каталитически активных веществ), образуются новые химические соединения: нитрозодиметиламин, тетраметилтетразен, формальдегид, диметиламин, метилендиметилгидразин и другие продукты окисления, многие из которых до настоящего времени не идентифицированы. В почве разлагается, в основном, до тетраметилтетразена, нитрозодиметиламина, диметиламина, формальдегида, нитратов, нитритов.

При взаимодействии с кислотами 1,1-диметилгидразин образует соли. В водной среде вступает в реакцию с кетонами и различными ароматическими альдегидами, образуя соответствующие гидразоны, малорастворимые в воде и хорошо экстрагируемые неполярными растворителями. Эта реакция положена в основу большинства фотоколориметрических, спектрофотометрических, газохроматографических методик определения 1,1-диметилгидразина в различных средах.

1,1-диметилгидразин относится к I классу опасности (чрезвычайно опасное вещество в плане развития острых смертельных отравлений при комнатной температуре и нормальном атмосферном давлении). Оказывает токсическое действие при любых путях поступления в организм – через органы дыхания, желудочно-кишечный тракт, кожу.

При острых отравлениях 1,1-диметилгидразином на первый план выступают симптомы поражения центральной нервной системы и в меньшей степени - печени. При хроническом отравлении преобладают признаки поражения печени, а также других систем (центральной нервной, сердечно-сосудистой, выделительной, кроветворной). Попав в организм 1,1-диметилгидразин через 20 – 60 минут определяется в крови. По органам распределяется, практически, равномерно. Наибольшее содержание его определяется в почках, печени и селезенке.

Выделение 1,1-диметилгидразина из организма происходит как через органы дыхания с выдыхаемым воздухом, так и через почки с мочой. По данным разных авторов в первые сутки с мочой выделяются от 13 до 50% 1,1-диметилгидразина в неизменном виде.

Помимо общетоксического действия, 1,1-диметилгидразин обладает отдаленными эффектами: возникновение опухолей (канцерогенный); нарушение репродуктивной функции организма в результате изменения половых клеток (гонадатоксический), влияние на плод и потомство (эмбриотоксический).

Предельно допустимая концентрация 1,1-диметилгидразина в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м^3, относится к веществам 1-го класса опасности (ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны»).

4.2 Метод измерений

Метод определения основан на измерении оптической плотности окрашенного комплекса при взаимодействии 1,1-диметилгидразина с п-нитробензальдегидом при длине волны 400 нм на КФК-3 в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов 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), ± δ,%	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы ± δот,%	Показатель точности аналитической стадии ± δа,%
от 0,05 до 2,5 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

5.1 Средства измерений

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

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	0,5 %
Весы аналитические типа ВЛР-200 ГОСТ 24104-2001	миллиграмм	0,75
Устройство для отбора проб (типа ПУ-4Э) ТУ 29.01 -46-81 [5]	кубический метр	5 %
Пипетки мерные: ГОСТ 29227-91		
4-2-1	кубический сантиметр	±0,01
4-2-5		±0,02
6-2-10		±0,05
Колбы мерные: ГОСТ 1770-74		
2-50-2	кубический сантиметр	±0,12
2-100-2		± 0,2

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Стаканы лабораторные термостойкие вместимостью 50; 500,1000 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Пробирки с притертыми пробками типа ПКМ-25-КШ 14/23	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ9452-002-22213860-00 [6]
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72

5.3 Реактивы

1,1- диметилгидразин, плотность при 20^{0}С 0,794 г/$см^3$, массовая доля основного вещества 99,4 %,	ГОСТ В-17803-72

погрешность 0,6%	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Пара-нитробензальдегид	ТУ 6-09-260-85 [7]
Кислота уксусная ледяная, х .ч	ГОСТ 61-75
Этиленгликоль, ч.д.а	ГОСТ 19710-83
Кислота серная, х.ч	ГОСТ 4204-77
Спирт этиловый ректификат	ГОСТ 18300-87
Стекло гранулированное	
(стеклянные шарики марки А 0,8-1,0мм)	ТУ 21 ЭССР 119-79 [8]
Вата хирургическая	ГОСТ 5556-81

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 ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

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

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

Работы по подготовке и 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 1,1-диметилгидразином проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции в защитных очках и резиновых перчатках.

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

Около работающего должны находиться:

-противогаз;

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

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

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

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

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

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

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

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

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

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, ^0C	+10 ...+35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	30 ± 85
Напряжение в сети, В	220 ± 20
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 фотомстра 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 1,1 - диметилгидразина

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 50 $см^3$ вносят 15 - 20 $см^3$ дистиллированной воды, взвешивают (P_1), затем прибавляют в колбу микропипеткой 0,13 $см^3$ 1,1- диметилгидразина и снова взвешивают (P_2). Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и рассчитывают массу навески 1,1- димстилгидразина по формуле:

$$m = (P_2 - P_1),\ мг,$$

где: P_1 - вес колбы с водой, мг;

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

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1- диметилгидразина в исходном растворе ($a_и$) рассчитывают по формуле:

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

где: μ - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, % (значение μ приводится в сертификате на продукт); μ = 99,4%;

m - масса навески 1,1-диметилгидразина, взятая для приготовления исходного раствора, мг;

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

Исходный аттестованный раствор устойчив в течение двух недель.

9.3.2 Приготовление основного аттестованного раствора 1,1 - диметилгидразина

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

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают расчетное количество исходного аттестованного раствора 1,1-диметилгидразина и доводят до метки дистиллированной водой.

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

$$a_o = a_и V_1 / V_2, мкг/см^3, \quad (2)$$

где: V_1 - объем исходного раствора, отобранный для приготовления основного раствора, $см^3$;

V_2 - объем приготовленного раствора, $см^3$; $V_2 = 100$ $см^3$.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе составляет 100 $мкг/см^3$. Основной аттестованный раствор устойчив в течение двух недель.

9.3.3 Приготовление рабочего аттестованного раствора 1,1-диметилгидразина

10 $см^3$ основного аттестованного раствора разбавляют до 100 $см^3$ в мерной колбе дистиллированной водой.

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

$$a_p = a_o V_2 / V_3, мкг/см^3, \quad (3)$$

где: V_2- объем основного раствора, отобранный для приготовления рабочего раствора, $см^3$; $V_2 = 10$ $см^3$.

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

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1- диметилгидразина в рабочем растворе составляет 10 $мкг/см^3$.

Рабочий аттестованный раствор готовится перед употреблением и устойчив в течение рабочего дня.

Характеристики погрешности аттестованных значений массовых концентраций 1,1-диметилгидразина в растворах рассчитывают по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [9]. Формулы расчета представлены в Приложении.

9.3.4 Приготовление 0,05 м раствора п-нитробензальдегида

3,75 г ± 0,01 п-нитробензальдегида помещают в мерную колбу на 500$см^3$, вносят 200 $см^3$ этиленгликоля и перемешивают до полного растворения, затем доводят объем до метки этиленгликолем и вновь перемешивают.

Раствор пригоден к работе в течение 30 дней при условии хранения в темном месте при нормальных климатических условиях.

9.3.5 Приготовление уксусной кислоты с объемной долей 30%

В мерную колбу, вместимостью 100 см^3, вносят 70 см^3 дистиллированной воды. Затем мерным цилиндром добавляют 30 см^3 ледяной уксусной кислоты. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

9.4 Приготовление адсорбента

9.4.1 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-3 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^{0}С и хранят в закрытых банках. Срок хранения не ограничен.

9.4.2 Регенерация отработанного адсорбента

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.

9.4.3 Приготовление исходного пленкообразующего раствора

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят 10-15 см^3 этилового спирта, 0,25 см^3 этиленгликоля, 0,25 см^3 концентрированной серной кислоты перемешивают, доводят объем до метки этиловым спиртом и вновь тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение суток.

9.4.4 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.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воздуха производят согласно ГОСТ 12.1.005.

Для отбора разовой пробы исследуемый воздух аспирируют со скоростью 10 $дм^3$/мин на пробоотборник, заполненный адсорбентом, приготовленным описанным выше способом. Между адсорбентом и крышкой пробоотборника прокладывают тонкий слой ваты. Для определения 0,5 величины гигиенического норматива следует отобрать не менее 40 $дм^3$ воздуха.

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 анализа в день отбора, пробоотборники с отобранными пробами хранят в холодильнике не более суток.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности растворов 1,1- диметилгидразина от его концентрации, строят по восьми градуировочным растворам.

В пробирки с пришлифованными пробками вносят пипетками компоненты градуировочных растворов в последовательности и количествах, указанных в таблице 2. Пробирки с приготовленными растворами после тщательного перемешивания помещают на 5 минут в кипящую водяную баню, затем охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Измеряют оптическую плотность растворов ($Д_{пр}$) на фотометре в кюветах с толщиной рабочего слоя 10 мм при длине волны 400 нм относительно дистиллированной воды. Для градуировочных растворов (2-7) вычисляют значения $\Delta Д_{пр}$.($\Delta Д_{пр} = Д_{пр.} - Д_{х}$), где $Д_{х}$ -оптическая плотность нулевого раствора (плотность градуировочного раствора №1).

Таблица - 3 Алгоритм приготовления градуировочных растворов 1,1-диметилгидразина для построения градуировочного графика

Состав градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
1. Рабочий аттестованный раствор с массовой концентрацией 1,1-диметилгидразина, 10,26мкг/$см^3$, $см^3$	0	0,05	0,2,	0,4	0,6	0,8	1,0
2. Вода дистиллированная, $см^3$	5,0	4,95	4,8	4,6	4,4	4,2	
3.Уксусная ледяная кислота	Во все пробы по 2 капли						
4.0,05 М р-р п-нитробензальдегида	Во все пробы по 5 $см^3$						
Содержание 1,1-диметилгидразина, мкг	0	0,5	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Строят график зависимости ΔД пробы от содержания в ней 1,1-диметилгидразина, откладывая на оси абсцисс концентрацию 1,1-диметилгидразина, а на оси ординат – плотность ($\Delta Д_{пр}$).

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 год, не менее чем по трем точкам. Для проверки стабильности градуировочного графика берут не менее трех градуировочных растворов 1,1-диметилгидразина и анализируют, как описано в методике выполнения измерений.

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

$$X - C \le \Delta_{гр}, \qquad (4)$$

где: X - результат измерения содержания 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе, (мкг; мкг/см^3);

C - аттестованное значение содержания 1,1-диметилгидразина 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:

- среднеарифметическое значение результатов измерений:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)}, \qquad (5)$$

где: n - число измерений;

X_i - результат измерения содержания 1,1-диметилгидразина в i-ой пробе градуировочного раствора, (мкг; мкг/см^3);

- среднее квадратическое отклонение результата измерения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}}, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)}; \qquad (6)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t \text{, (мкг; мкг/см}^3\text{);} \qquad (7)$$

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

- точность (относительная погрешность) измерений:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta\overline{X}_i}{X_i} \cdot 100\% \qquad \Delta_{гр} = 0{,}01\delta_{гр} \cdot C, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)} \qquad (8)$$

11.3 Проведение анализа

После отбора проб воздуха, адсорбент вместе с тонким слоем ваты, использующейся в качестве прокладки между адсорбентом и крышкой пробоотборника, переносят в стакан вместимостью 50 см^3. Прибавляют 10 см^3 0,05 М раствора п-нитробензальдегида и выдерживают 20 мин. По истечении этого времени отбирают 5 см^3 раствора, добавляют 2 капли 30 % уксусной кислоты и нагревают в течение 5 мин на кипящей водяной бане. Охлаждают до комнатной температуры на воздухе и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной рабочего слоя 10 мм относительно дистиллированной воды при длине волны 400 нм.

12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Массовую концентрацию 1,1-диметилгидразина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot Vp}{Va \cdot Vo} \quad \text{мг/м}^3\text{,} \qquad (9)$$

где: V_p - общий объем раствора пробы, см^3;

m - масса 1,1-диметилгидразина, найденная по градуировочному графику в объеме раствора, взятого на анализ, мкг;

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

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

$$V_0 = G\frac{P}{273 + T}ut\text{,} \qquad (10)$$

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, представлять 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 $\Delta = \delta \cdot X / 100$ мг/м^3.

Значения δ приведены 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.

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 0,5 до 10 вкл	7	10

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 0,5 до 10 вкл	28

14 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- 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).

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:

$$K_к = |X - C|, \quad (11)$$

где: X - результат контрольного измерения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в образце для контроля;

С - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина образца для контроля.

В качестве образца для контроля используют аттестованный раствор 1,1-диметилгидразина, известное количество которого наносят на адсорбент и далее проводят через весь ход анализа.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta, \quad (12)$$

где: $\Delta = 0{,}01\ \delta_л\ C$,

Значение δ приведены в таблице 1;

С - величина добавки массовой концентрации 1,1-диметилгидразина;

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия: $K_к \leq K$ (13)

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

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля 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 9452-002-22213860-00 ДЭ-40 Дистиллятор (Аквадистиллятор)

[7] ТУ 6-09-45-17-77 Пара-нитробензальдегид

[8] ТУ 21 ЭССР 119-79 Стекло гранулированное (стеклянные шарики марки А 0,8-1,0мм)

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ 1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА

Расчет аттестованных значений массовых концентраций 1,1-диметилгидразина и характеристик погрешности аттестованных значений производится в соответствии с РМГ 60 [9].

1 Расчет аттестованного значения и характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе

1.1 Расчет аттестованного значения

Исходный раствор готовят, как описано в п. 9.2.1.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе производят по формуле:

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

где: a - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, измеренное в весовых единицах на см^3, (мг/см^3);

μ - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, %. Значение μ берется из сертификата (паспорта) на продукт;

m - масса навески1,1-диметилгидразина, 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 (1,1-диметилгидразина) в продукте, погрешности взвешивания и предела допускаемой погрешности вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

$$\Delta a = a\sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta P_1}{P_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta P_2}{P_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2}, \text{ мг/см}^3,$$

где: Δa - характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, мг/см^3;

$\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли 1,1-диметилгидразина в продукте, %; $\Delta\mu=(100-\mu)\%$;

ΔP_1 - характеристика погрешности взвешивания колбы без 1,1-диметилгидразина (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

ΔP_2 - характеристика погрешности взвешивания колбы с 1,1-диметилгидразином (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

ΔV_1 - 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 и1,1-диметилгидразином, г; мг;

V_1 - объем приготовленного исходного раствора, см^3.

2 Расчет аттестованного значения и характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации 1,1- диметилгидразина в основном растворе

2.1 Расчет аттестованного значения

Основной раствор готовят, как описано в п.9.2.2.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина 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 1,1-диметилгидразина 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 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, пределов допускаемой погрешности объема пипетки и вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

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

где: a_o - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе, мг/см^3;

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

Δa - характеристика погрешности массовой концентрации1,1-диметилгидразина 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 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе

3.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий аттестованный раствор готовят, как показано в п.9.2.3.

Расчет аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина 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 1,1-диметилгидразина 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 1,1-диметилгидразина в основном растворе, пределов допускаемой погрешности объема пипетки и вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

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

где: a_p - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе, мг/см^3;

a_o - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина 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_o - характеристика погрешности установления массовой концентрации 1,1-диметилгидразина 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

№ 224.0163/01.00258/2010

Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина
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 1,1-диметилгидразина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом»,
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод),
год утверждения – 2010, на 22 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 № 224.0163/01.00258/2010
об аттестации методики измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина 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 0.05 до 2.5 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 0.5 до 10 вкл.	7	10	28

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.

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

[illegible] показателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=5).

gost.e-ecolog.ru