

**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**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1 Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (Иванник Л.И., Сенкевич Г.Я., Смирнова С.В.)

2 Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 обслуживающим 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).

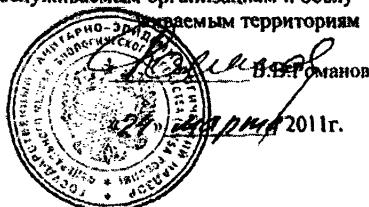
«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность, в соответствии с законодательством Российской Федерации (статья 55).

## СОДЕРЖАНИЕ

|   | Стр. |
|---|------|
| <b>1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ</b> .....   | 4    |
| <b>2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ</b> .....   | 5    |
| <b>3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ</b> .....  | 7    |
| <b>4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ</b> .....  | 7    |
| 4.1 Физико-химические и токсические свойства нитрозодиметиламина.....                                     | 7    |
| 4.2 Метод измерений.....  | 8    |
| 4.3 Требования к показателям точности измерений.....  | 8    |
| <b>5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ</b> .....                       | 9    |
| 5.1 Средства измерений.....   | 9    |
| 5.2 Вспомогательные устройства и материалы.....   | 9    |
| 5.3 Реактивы.....   | 10   |
| <b>6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ</b> .....   | 10   |
| <b>7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ</b> .....                                       | 11   |
| <b>8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....  | 11   |
| <b>9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....  | 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   |
| <b>10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ</b> .....   | 15   |
| <b>11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....  | 16   |
| 11.1 Построение градуировочного графика.....  | 16   |
| 11.2 Контроль стабильности градуировочного графика.....   | 16   |
| 11.3 Проведение анализа.....  | 17   |
| <b>12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ</b> .....  | 18   |
| <b>13 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ</b> .....                  | 19   |
| <b>14 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ</b> .....             | 19   |
| <b>БИБЛИОГРАФИЯ</b> .....   | 21   |
| <b>ПРИЛОЖЕНИЕ: Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов нитрозодиметиламина</b> ..... | 22   |

**УТВЕРЖДАЮ**

Заместитель руководителя Федерального  
медицинско-биологического агентства  
Главный государственный санитарный врач  
по обслуживаемым организациям и обслуж-  
иваемым территориям



#### **4.1. Методы контроля. Химические факторы.**

#### **Методика измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом**

##### **Методические указания по методам контроля**

---

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)  $\text{мг}/\text{м}^3$ .

На результаты анализа не влияет присутствие в воздухе паров следующих соединений (в  $\text{мг}/\text{м}^3$ ): 1,1-диметилгидразина – 0,05; первичных аминов – 5; тетраметилтетразена – 0,5; формальдегида – 1; углекислого газа – 60000; окси 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 июля 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, измерениям 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 выхлопного 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 ректифицированный 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 к правилам 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]

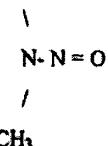
Нитрозодиметиламин.

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

Регистрационный номер по CAS – 62-75-9.

Молекулярная формула C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>ON<sub>2</sub>.

Структурная формула CH<sub>3</sub>



Молекулярная масса 74,08

Точка кипения 152-153°C

Плотность 1,006 г/см<sup>3</sup>

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 линии 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<sup>1</sup>

| Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup> | Показатель точности (границы относительной погрешности методики), $\pm 6\%$ | Показатель точности стадии отбора аналитической пробы | Показатель точности аналитической стадии $\pm \delta_{\text{к.}} \%$ |
|---------------------------------------|---|---|--|
| от 0,005 до 0,1 вкл.                  | 25  | 10  | 23   |

<sup>1</sup> 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, реагенты.

### 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<br>ТУ 3- 3.2164-89 [4]          | оптическая плотность             | 3 %                     |
| Весы аналитические типа ВЛР-200<br>ГОСТ 24104-2001                     | миллиграмм                       | 0,75                    |
| Пипетки мерные: ГОСТ 29227-91<br>4-2-1<br>4-2-5<br>6-2-10              | кубический сантиметр             | ±0,01<br>±0,02<br>±0,05 |
| Устройство ПУ (для отбора проб воздуха)<br>ТУ 4215-000-11696625-98 [5] | кубический метр                  | 5 %                     |

### 5.2 Вспомогательные устройства и материалы

|  |                             |
|--|-----------------------------|
| Воронка делительная вместимостью 100-200 см <sup>3</sup>                     | ГОСТ 25336-82               |
| Стакан лабораторный термостойкий<br>вместимостью 50,500,1000 см <sup>3</sup> | ГОСТ 25336-82               |
| Пробирки с притертymi пробками типа<br>ПКМ-25 КШ 14/23 или ПКМ-15-КШ 14/23   | ГОСТ 25336-82               |
| Сетка проволочная полуторомпаковая 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 ректифицированный    | ГОСТ 18300-87         |
| Кислота серная, х.ч.                | ГОСТ 4204-77          |
| Кислота соляная, х.ч.               | ГОСТ 3118-77          |
| Силикагель марки КСКГ, 0,4-0,6 меш. | 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 по 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<sup>3</sup>, 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, °C | + 10 <sup>0</sup> ... +35 <sup>0</sup> ; |
| 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<sup>3</sup> вносят 10-15 см<sup>3</sup> раствора 30% уксусной кислоты, взвешивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> нитрозодиметиламина и вновь взвешивают. Доводят объем до метки раствором 30% уксусной кислоты, перемешивают и рассчитывают массовую концентрацию нитрозодиметиламина в исходном аттестованном растворе по формуле:

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

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

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

$V$  - объем приготовленного исходного раствора, см<sup>3</sup>.

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  $\text{мг}/\text{см}^3$ . 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  $\text{мг}/\text{см}^3$  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-пиридиниальдегида молярной концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$  вносят 6,25 г 4-пиридиниальдегида, приливают 70-80  $\text{см}^3$  этилового спирта и нагревают на водяной бане при температуре 60-70°C 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  $\text{см}^3$  помещают ~ 100-150  $\text{см}^3$  бидистиллированной воды, добавляют 75  $\text{см}^3$  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  $\text{см}^3$  бидистиллированной воды, вносят пипеткой 10  $\text{см}^3$  концентрированной серной кислоты ( $d = 1,84 \text{ г}/\text{см}^3$ ) 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<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 70-80 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и вносят пипеткой 5,4 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты ( $d = 1,84 \text{ г/см}^3$ ). 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<sup>3</sup> помещают 150 г гидрооксида натрия и медленно, перемешивая стеклянной палочкой, добавляют 350 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 800 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают 200 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают. Срок хранения не ограничен.

### 9.3.10 Приготовление амальгамы цинка

В круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 4 г цинка, промывают его сначала эфиром, затем 2% раствором серной кислоты, добавляют 200 г (14,8 см<sup>3</sup>) ртути, 2 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают на водяной бане при температуре 70-80°C 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 500 см<sup>3</sup>, заливают его 300 см<sup>3</sup> 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 ( $\text{pH}=5-7$ ). 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°C в течение пяти часов. Хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения не ограничен.

#### 9.4.2 Регенерация отработанного силикагеля

Отработанный силикагель промывают горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции (рН=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<sup>3</sup> и многократно промывают дистиллированной водой, сливая воду путем декантации. После достижения нейтральной реакции промывной воды рН=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°C 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<sup>3</sup> вносят 50 см<sup>3</sup> этилового спирта, 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, 1,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воздуха со скоростью 10 дм<sup>3</sup>/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 отбравшего 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 притертymi пробками вносят аликовты 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 ( $D_{rp}$ ) и нулевых ( $D_0$ ) 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 <sup>3</sup> , см <sup>3</sup> | 0                              | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,5 | 0,8 | 1,0 | 1,5 | 2,0 |

продолжение таблицы 3

|   |     |     |     |     |     |     |                        |     |     |
|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------------------------|-----|-----|
| Раствор уксусной кислоты, см <sup>3</sup>   | 2,0 | 1,9 | 1,8 | 1,7 | 1,5 | 1,2 | 1,0                    | 0,5 | 0   |
| Амальгама цинка, см <sup>3</sup>            |     |     |     |     |     |     | Во все пробирки по 0,3 |     |     |
| Гидроксид натрия, см <sup>3</sup>           |     |     |     |     |     |     | Во все пробирки по 0,3 |     |     |
| 4-пиридинальдегид, см <sup>3</sup>          |     |     |     |     |     |     | 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 реагентов 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:

$$X - C \leq \Delta_{tr}, \quad (2)$$

где:  $X$  - результат измерения содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, (мкг; мкг/см<sup>3</sup>);

$C$  - аттестованное значение содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, (мкг; мкг/см<sup>3</sup>);

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

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

- среднее арифметическое значение результатов измерений:

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

где:  $n$  - число измерений;

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

- среднеквадратическое отклонение результата измерения:

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

- доверительный интервал:

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

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

- точность (относительная погрешность) измерений:

$$\delta_{np} = \frac{\Delta \bar{X}_t}{\bar{X}_t} \cdot 100\%; \quad \Delta_{np} = 0,01 \delta_{np} \cdot C, \text{ (мкг; мкг/см}^3\text{)} \quad (6)$$

### 11.3 Проведение анализа

Содержимое пробоотборника переносят в пробирки с притертными пробками, добавляют 4 см<sup>3</sup> 30% раствора уксусной кислоты, осторожно встряхивают в течение 1 минуты. Отбирают 2 см<sup>3</sup> и вносят в пробирку с притертой пробкой, куда предварительно добавляют 0,3 см<sup>3</sup> 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 притертными пробками, добавляют по 0,3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> 4-пиридиниальдегида 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 притертными пробками и дальнейшую обработку проводят так же, как описано выше при анализе пробы.

Отработанный адсорбент регенерируют.

Оптическую плотность анализируемой ( $D_{np}$ ) и холостых ( $D_x$ ) 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 ( $D_x^1$ ,  $D_x^2$  и  $D_x^3$ ):  $D_x = [(D_x^1 + D_x^2 + D_x^3)/3]$ . Результат параллельного наблюдения считается годным, если выполняется условие  $D_x^{1,2,3} \cdot D_x \leq 0,003$ . В противном случае заново готовят холостые пробы.

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

$$\Delta D_{np} = D_{np} - D_x. \quad (7)$$

## 12 ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.

Массовую концентрацию нитрозодиметиламина в пробе рассчитывают по формуле:

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

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

$V_p$  - общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_s$  - объем раствора, взятый на анализ, см<sup>3</sup>;

$V_0$  - объем отобранный пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, (давление 760 мм рт. ст., температура 20<sup>0</sup> С), дм<sup>3</sup>;

Объем отобранный 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), <sup>0</sup>С;

$u$  - расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/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<sup>3</sup>, характеристика погрешности  $\delta$  %,  $P=0,95$  или

$X \pm \Delta$  мг/м<sup>3</sup>,  $P=0,95$ , где  $\Delta = \delta X / 100$  мг/м<sup>3</sup>

Значение  $\delta$  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), $\delta_t, \%$ | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\delta_d, \%$ |
|-------------------------------|--|--|
| 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 результатов отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X - C, \quad (10)$$

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 незэкспонированный пробоотборник с адсорбентом и далее проводят через весь ход анализа.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

где:

$$\Delta = 0,01 * \delta * C$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:  $K_k \leq K$ . (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 международной стандартизации. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ НИТРОЗОДИМИТИЛАМИНА

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  $\text{см}^3$ , ( $\text{мг/см}^3$ );

$\mu$  - массовая доля нитрозодиметиламина в продукте, %. Значение  $\mu$  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,  $\text{см}^3$ .

##### 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:  $\Delta a$  - характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе,  $\text{мг/см}^3$ ;

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

$\Delta P_1$  - характеристика погрешности взвешивания колбы без нитрозодиметил-амина (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

$\Delta P_2$  - характеристика погрешности взвешивания колбы с нитрозодиметил-амином (предел допускаемой погрешности взвешивания), г; мг;

$\Delta V$  - характеристика погрешности установления объема  $V$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>.

$P_1$  - 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<sup>3</sup>.

## 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 ( $a_0$ ) производят по формуле:

$$a_0 = \frac{a \cdot V_1}{V_2}, \text{ мг/см}^3;$$

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

$V_1$  - объем исходного раствора, взятый для приготовления основного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем приготовленного основного раствора, см<sup>3</sup>.

### 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:

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

где:  $a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

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

$V_1$  - объем исходного раствора, взятый для приготовления основного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем приготовленного основного раствора, см<sup>3</sup>;

$\Delta a_o$  - характеристика погрешности установления массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$\Delta a$  - характеристика погрешности массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$\Delta V_1$  - характеристика погрешности установления объема  $V_1$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки),  $\text{см}^3$ ;

$\Delta V_2$  - характеристика погрешности установления объема  $V_2$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы),  $\text{см}^3$ .

### 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:

$$a_p = \frac{a_o \cdot V_1}{V_3}, \text{ мг}/\text{см}^3;$$

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

$V_1$  - объем основного раствора, взятый для приготовления рабочего раствора,  $\text{см}^3$ ;

$V_3$  - объем приготовленного рабочего раствора,  $\text{см}^3$ .

#### 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:

$$\Delta a_p = a_o \sqrt{\left(\frac{\Delta a_o}{a_o}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \text{ мг}/\text{см}^3,$$

где:  $a_p$  - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$a_o$  - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$V_1$  - объем основного раствора, взятый для приготовления рабочего раствора,  $\text{см}^3$ ;

$V_3$  - объем приготовленного рабочего раствора,  $\text{см}^3$ ;

$\Delta a_0$  - характеристика погрешности установления массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$\Delta V_2$  - характеристика погрешности установления объема  $V_2$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;

$\Delta V_3$  - характеристика погрешности установления объема  $V_3$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>.

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, 16)

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

  
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: [unim@unim.ru](mailto:unim@unim.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 <sup>3</sup> | Показатель точности <sup>1</sup> (границы относительной погрешности методики), $\pm\delta$ , % | Показатель точности стадии отбора аналитической пробы, $\pm\delta_{\text{от}}$ , % | Показатель точности аналитической стадии $\pm\delta_a$ , % |
|---------------------------------------|--|--|--|
| 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), $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизводимости <sup>2</sup> (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_b$ , % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученным в разных лабораториях, $R=0.95$ ), 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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

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

Тоболеина Н.В.

<sup>1</sup> Методика условно разделена на две стадии: отбора аналитической пробы и аналитическую.

<sup>2</sup> Соответствует расширенной неопределенности  $U_{\text{от}}$  (в относительных единицах) при коэффициенте охвата  $k=2$ .

<sup>3</sup> Значение показателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента ( $L=5$ ).