

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

**Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах  
почвы фотометрическим методом**

**Методические указания по методам контроля  
МУК 4.1.016 - 11**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

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

2 Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии выдано Свидетельство об аттестации № 224.0168/01.00258/2010 от 25 октября 2010 г.

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

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

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

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

"Государственные санитарно-эпидемиологические правила и нормативы (далее - санитарные правила) - нормативные правовые акты, устанавливающие санитарно-эпидемиологические требования (в том числе критерии безопасности и (или) безвредности факторов среды обитания для человека, гигиенические и иные нормативы), несоблюдение которых создает угрозу для жизни или здоровью человека, а также угрозу возникновения и распространения заболеваний; санитарно-эпидемиологическое заключение - документ, удостоверяющий соответствие (несоответствие) санитарным правилам факторов среды обитания, хозяйственной и иной деятельности, продукции, работ и услуг, а также проектов нормативных актов, проектов строительства объектов, эксплуатационной документации" (статья 1).

"Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц" (статья 39).

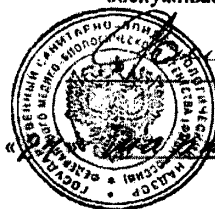
"За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность в соответствии с законодательством Российской Федерации" (статья 55).

## СОДЕРЖАНИЕ

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

**УТВЕРЖДАЮ**

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



В.В. Романов

2011 г.

**4.1. Методы контроля. Химические факторы**

**Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина  
в пробах почвы фотометрическим методом**

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.016-11

---

Дата введения – с момента утверждения

**1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

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

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

---

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

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

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 ГСИ. Единицы величин

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

ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы

ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ. Организация обучения безопасности труда

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

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

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

ГОСТ 61-75 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640-94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Натрий сернистый безводный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 5821-78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 17435-72 Линейка чертежная. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 24363-80. Каля гидроокись. Технические условия

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

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

*Примечание* – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими им определениями:

**3.1 аттестация методик (методов) измерений:** Исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям / Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» /.

**3.2 методика (метод) измерений:** Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности / Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»/.

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

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

**3.5 методические указания по методам контроля (МУК):** Документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/, [1, 2].

#### 4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

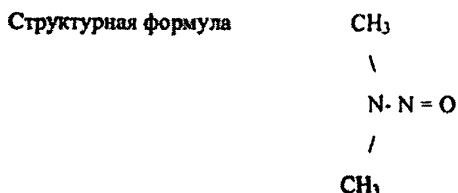
##### 4.1 Физико-химические и токсические свойства нитрозодиметиламина [3]

Нитрозодиметиламин.

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

Регистрационный номер по CAS – 62-75-9.

Молекулярная формула  $C_2H_5ON_2$ .



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 нитрозоаминовой группы. Вступает в реакцию окисления и восстановления. В зависимости от восстановителя реакция может протекать с образованием 1,1-диметилгидразина, диметиламина, аммиака, фор-

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

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

#### 4.2 Метод измерений

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

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

#### 4.3 Требования к показателям точности измерений

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

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

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

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;



- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

## 5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

### 5.1 Средства измерений

Таблица 2 - Средства измерений

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

**5.2 Вспомогательные устройства и материалы**

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

**5.3 Реактивы**

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

Цинк металлический, гранулированный  
Натрий хлористый, х.ч..  
Хлороформ, чда или х.ч.

ГОСТ 3640-94  
ГОСТ 4233-77  
ГОСТ 20015-88

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

## **6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

При выполнении измерений концентрации нитрозодиметиламина соблюдаются следующие требования:

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

Работы по подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории – ГОСТ 12.0.003, с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования – ГОСТ 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывоопасности, установленные ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Все работы с нитрозодиметиламином проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции в защитных очках и резиновых перчатках.

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

Около работающего должны находиться:

- противогаз;
- средства тушения (песок, асбестовое одеяло совков, 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.

## **7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта - химика со средним специальным образованием, ознакомленные с действующими правилами и техникой безопасности работы с нитрозодиметиламином.

## **8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, °С	+10...+35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	35 - 85
Напряжение в сети, В	220 ± 10

## **9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

### **9.1 Подготовка фотометра к работе**

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

## 9.2 Приготовление растворов

### 9.2.1 Подготовка дистиллированной воды

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

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

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

### 9.2.3 Приготовление гидроксида калия с массовой долей 30%

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

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

### 9.2.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:4 по объёму

В стакан на 500 см<sup>3</sup> вносят 400 см<sup>3</sup> дистиллированной или бидистиллированной воды и медленно приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты.

### 9.2.5 Приготовление аттестованных растворов нитрозодиметиламина для построения градуировочного графика

#### 9.2.5.1 Приготовление исходного аттестованного раствора

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

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

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

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

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

$V_1$  - объем приготовленного исходного раствора,  $\text{см}^3$ ;  $V_1= 50 \text{ см}^3$ ;

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

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

Исходный аттестованный раствор нитрозодиметиламина устойчив в течение одного месяца при хранении в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике.

### 9.2.5.2 Приготовление основного аттестованного раствора

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

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

### 9.2.5.3 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией

$100,0 \text{ мкг/см}^3$

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

Раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

### 9.2.5.4 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией

$10,0 \text{ мкг/см}^3$

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

Раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

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

### 9.2.6 Приготовление активированного цинка

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

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

### 9.2.7 Подготовка хлористого натрия

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

## 10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

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

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

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

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируются не менее двух параллельных проб.

При выполнении измерений массовых концентраций нитрозодиметиламина проводят следующие работы:

### 11.1 Подготовка почвы

#### 11.1.1 Подготовка почвы для построения градуировочного графика

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

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

### 11.1.2 Подготовка почвы к анализу

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

### 11.2 Проведение анализа

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



Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют на фотометре КФК-3 в кюветках с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 400 нм относительно контрольной пробы. Если оптическая плотность превышает 0,6, пробы переливают в кюветы с толщиной 1 мм и измерение повторяют.

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

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

### 11.3 Построение градуировочного графика

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

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

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

## Прибор для отгонки проб.

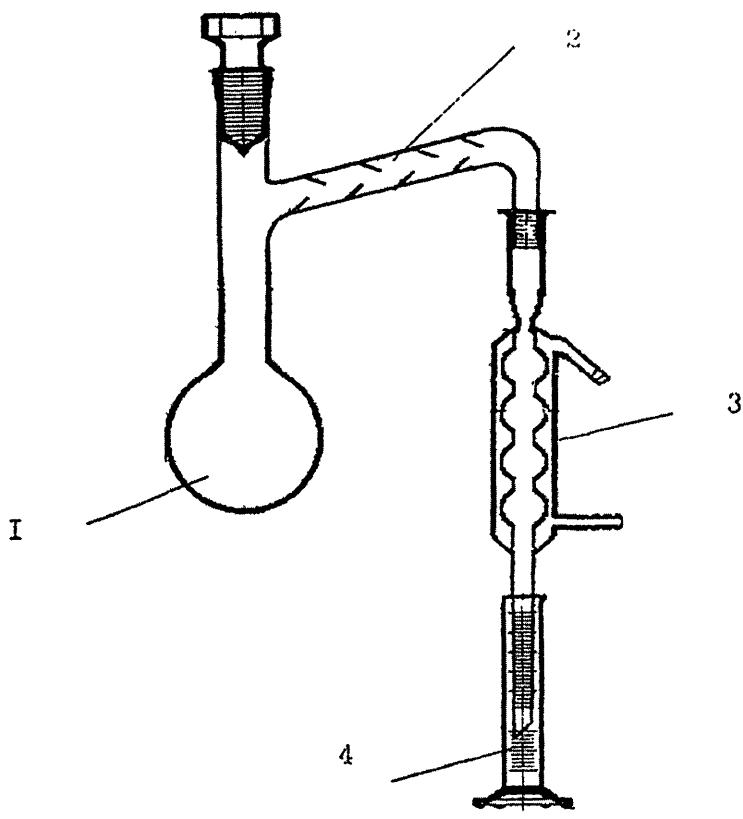


Рис. 1

1. Колба перегонная вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup>
2. Дефлегматор
3. Холодильник шариковый
4. Присмник - цилиндр

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

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

#### 11.4 Контроль стабильности градуировочного графика

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

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

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

$$X = C \pm \Delta_{гр} \quad (2)$$

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

$C$  - аттестованное значение содержания нитрозодиметиламина в градуировочном растворе, мкг;

$\Delta_{гр}$  - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мкг.

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

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (3)$$

где:  $n$  - число измерений

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

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

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_i)^2}{n-1}} \quad (4)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta \bar{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (5)$$

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

- точность (относительная погрешность) результата измерений:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta \bar{X}_i}{\bar{X}_i} \cdot 100\%; \quad \Delta_{гр} = 0,01 \delta_{гр} C \quad (6)$$

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

$$X_{1,2} = \frac{C_2 \cdot V \cdot K}{P_n \cdot V_1}, \text{ мг/кг}, \quad (7)$$

где:  $C_2$  - содержание нитрозодиметиламина в экстракте, мкг/пробе

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

$V$  - общий объем экстракта, см<sup>3</sup>

$V_1$  - объем экстракта, взятого на анализ, см<sup>3</sup>

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

$$K = \frac{P_B}{P_C}, \quad (8)$$

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

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

За результат анализа ( $\bar{X}$ ) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$  ( $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$ ), расхождение между которыми не превышает предела повторяемости. Значения предела повторяемости ( $r$ ) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 4.

При превышении предела повторяемости ( $r$ ) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

Таблица 4 - Значение пределов повторяемости при доверительной вероятности

$P=0,95$

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

### 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Значения  $\delta$  приведены в таблице 1.

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

где:  $\bar{X}$  - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_n$  - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_n = 0,84 \Delta$  с по-

следующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля результатов измерений.

#### **14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия присланы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

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

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

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

#### **15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**

##### **15.1 Контроль качества результатов измерений**

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной прецизионности, погрешности).

##### **15.2 Оперативный контроль процедуры измерений**

Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе контроля внутрिलाбораторной прецизионности и погрешности.

##### **15.3 Контроль внутрिलाбораторной прецизионности**

Контроль внутрिलाбораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой концентрации нитрозодиметиламина в пробе, полученных в

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений 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] Кушнев В.С., Горшкова Р.Б. Справочник по токсикологии и гигиеническим нормативам (ПДК) потенциально опасных химических веществ, М., Изд.АТ
- [4] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3
- [5] ТУ 3614-008-23050963-99 Перемешивающее устройство ПЭ 6410М
- [6] ТУ 64-12850-80 Бача водяная с электроподогревом
- [7] ТУ 2642-001-13927158-2003 Фильтры обеззоленные «Синяя лента», «Красная лента», «Белая лента»
- [8] ТУ 6-09-1181-76 Бумага универсальная для определения в интервале рН 1-10 и 7-14
- [9] ТУ 33.1-14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02
- [10] ТУ 9452-002-22213860-00 ДЭ-40. Дистиллятор (Аквадистиллятор)
- [11] ТУ 25-11-1592-81 Аппарат для дистилляции воды БС
- [12] ТУ 6-09-260-85 п-Нитробензальдегид. Технические условия
- [13] РМГ 60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- [14] РМГ 76-2004 ГСИ Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

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

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 R_d \cdot \bar{X}, \quad (9)$$

где:  $X_1, X_2$  - результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности;  
 $\bar{X}$  - среднее арифметическое значение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности;  
 $R_d$  - значение предела внутрилабораторной прецизионности.

Значение  $R_d$  может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики выполнения измерений в лаборатории.

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

#### 15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля

Если анализ рабочей пробы показал отсутствие нитрозодиметиламина (на уровне предела обнаружения методики), то, в соответствии с п. 5 РМГ 76 [14], введение в рабочую пробу добавки  $C$ , соответствующей диапазону действия методики, позволяет рабочую пробу с введенной добавкой рассматривать в качестве образца для контроля с аттестованным значением  $C$ . Образец для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают результат  $X$  и сравнивают его с аттестованным значением  $C$ . При этом результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывается по формуле:

$$K_k = [X - C] \quad (10)$$

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

где:  $\Delta$  - характеристика погрешности результата анализа, соответствующая аттестованному значению добавки:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot C$

Значение  $\delta$  приведены в таблице 1.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (12)$$

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



## ПРИЛОЖЕНИЕ

### РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ НИТРОЗОДИМЕТИЛАМИНА

#### 1 Расчет метрологических характеристик исходного раствора

##### 1.1 Расчет аттестованного значения

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

##### 1.2 Расчет характеристики погрешности

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

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

где:  $a_s$  - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в исходном растворе, мг/см<sup>3</sup>;  $a_s = 10,06$  мг/см<sup>3</sup> (п.9.4.1.1);

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

$\mu$  - массовая доля нитрозодиметиламина в продукте, %;  $\mu = 99,99\%$ ;

$\Delta V$  - характеристика погрешности установления объема V (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;  $\Delta V = \pm 0,01$  см<sup>3</sup>;

V - объем нитрозодиметиламина, отобранный для приготовления исходного раствора, см<sup>3</sup>; V = 0,5 см<sup>3</sup>;

$\Delta V_1$  - характеристика погрешности установления объема V<sub>1</sub> (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_1 = 0,1$  см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> - объем приготовленного исходного аттестованного раствора, см<sup>3</sup>; V<sub>1</sub> = 50 см<sup>3</sup>.

#### 2 Расчет метрологических характеристик основного раствора

##### 2.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление основного раствора описано в п. 9.2.5.2.

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

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

где: V<sub>2</sub> - объем исходного аттестованного раствора, отобранного для приготовления основного аттестованного раствора, см<sup>3</sup>; V<sub>2</sub> = 10 см<sup>3</sup>;

V<sub>3</sub> - объем приготовленного основного раствора, см<sup>3</sup>; V<sub>3</sub> = 100 см<sup>3</sup>.

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

## 2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения основного раствора производят по формуле:

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

где:  $a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации нитрозодиметиламина в основном растворе, мг/см<sup>3</sup> ( $a_0 = 1,0 \text{ мг/см}^3$ );

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

$V_2$  - объем исходного аттестованного раствора, отобранного для приготовления основного аттестованного раствора, см<sup>3</sup>;

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

$V_3$  - объем приготовленного основного аттестованного раствора, см<sup>3</sup>.

## 3 Расчет метрологических характеристик раствора нитрозодиметиламина с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> (рабочий раствор № 1)

### 3.1 Расчет аттестованного значения

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

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

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

где:  $V_4$  - объем основного аттестованного раствора взятого для приготовления рабочего раствора № 1, см<sup>3</sup>;  $V_4 = 10 \text{ см}^3$ ;

$V_5$  - объем приготовленного рабочего раствора № 1, см<sup>3</sup>;  $V_5 = 100 \text{ см}^3$ .

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

### 3.2 Расчет характеристики погрешности

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

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

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

$\Delta V_4$  - характеристика погрешности установления объема  $V_4$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;

$V_4$  - объем основного аттестованного раствора, отобранного для приготовления рабочего аттестованного раствора № 1, см<sup>3</sup>;  $V_4 = 9,9$  см<sup>3</sup>;

$\Delta V_5$  - характеристика погрешности установления объема  $V_5$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;

$V_5$  - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора № 1, см<sup>3</sup>.

#### 4 Расчет метрологических характеристик раствора

нитрозодиметиламина с массовой концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup> (рабочий раствор № 2)

##### 4.1. Расчет аттестованного значения

Приготовление рабочего раствора № 2 описано в п. 9.2.5.4.

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

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

где:  $V_6$  - объем рабочего аттестованного раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>;  $V_6=10$  см<sup>3</sup>;

$V_7$  - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>;  $V_7=100$  см<sup>3</sup>.

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

##### 4.2 Расчет характеристики погрешности

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

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

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

$\Delta V_6$  - характеристика погрешности установления объема  $V_6$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;

$V_6$  - объем рабочего аттестованного раствора № 1, отобранного для приготовления рабочего аттестованного раствора № 2, см<sup>3</sup>;  $V_6 = 10$  см<sup>3</sup>;

$\Delta V_7$  - характеристика погрешности установления объема  $V_7$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;

$V_7$  - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора № 2, см<sup>3</sup>.



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
(Росстандарт)**

**Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)**

**Государственный научный метрологический институт**

**СВИДЕТЕЛЬСТВО  
об аттестации методики (метода) измерений**

**№ 224.0168/01.00258/2010**

Методика измерений массовой доли нитрозодиметиламина  
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,  
в пробах почв фотоколориметрическим методом

объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений  
предназначенная для применения в лабораториях Центров Государственного санитарного  
эпидемиологического надзора Федерального медико-биологического агентства  
область использования

разработанная ФГУ «ФМБЦ им. А.И. Бурназяна» ФМБА России

(123182, г. Москва, ул. Живописная, 46)

наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России «Методика  
измерений массовой доли нитрозодиметиламина в пробах почв фотоколориметрическим  
методом»

обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод),  
год утверждения – 2010, на 29 стр.

год утверждения, число страниц

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений

и экспериментальных исследований

теоретические и (или) экспериментальные исследования

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует требованиям, предъявляемым

ГОСТ Р 8.563-2009

нормативно-правовой документ (при наличии), ГОСТ Р 8.563 и другие документы

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам.директора по научной работе

С.В.Медведевских

Зав.лабораторией

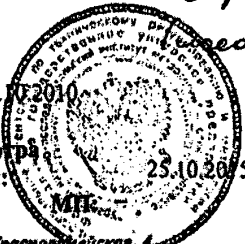
В.И.Панева

Дата выдачи:

25.10.2010

Рекомендуемый срок пересмотра  
методики (метода) измерений:

25.10.2015



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 № 224.0168/01.00258/2010  
об аттестации методики измерений массовой доли нитроэозиметиланина  
в пробах почв фотоколориметрическим методом**

На 1 листе

**1 Диапазон измерений, значения показателей точности<sup>\*/</sup>, повторяемости и воспроизводимости<sup>\*\*/</sup>**

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

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

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

**3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:**

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности)

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

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

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



Тоболкина Н.В.

<sup>\*/</sup> соответствует расширенной неопределенности  $U_{95}$  (в относительных единицах) при коэффициенте охвата  $k=2$ .

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