

**4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Методика измерений массовой концентрации  
диметиламина в пробах питьевых, природных, очищенных сточных  
и талых (снег) вод фотометрическим методом**

Методические указания по методам контроля  
МУК 4.1.0С.Р – 13

### ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением Государственный научный центр Российской Федерации - «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна) (Л.П.Болтромаев, Т.В.Рябова).
- 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 № 222.0164/01.00258/2012 от 17.07.2012 г.
- 3 Утверждены и введены в действие заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям (протокол от «08» февраля 2013 г. № 07).
- 4 Введены взамен МУК 4.1.017-07 «Методика выполнения измерения массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод фотокolorиметрическим методом».

Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ

“О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения”

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие среды обитания на человека и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» (статья 1).

«Критерии безопасности и (или) безвредности для человека водных объектов, в том числе предельно допустимые концентрации в воде химических, биологических веществ, микроорганизмов, уровень радиационного фона устанавливаются санитарными правилами» (статья 18).

«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> .....   | 9    |
| 4.1 Физико-химические и токсические свойства диметиламина.....                                     | 9    |
| 4.2 Метод измерений.....   | 10   |
| 4.3 Приписанные характеристики погрешности измерений и её составляющих.....                        | 10   |
| <b>5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ</b> .....                | 11   |
| 5.1 Средства измерений.....  | 11   |
| 5.2 Вспомогательные устройства и материалы.....  | 11   |
| 5.3 Реактивы.....  | 12   |
| <b>6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ</b> .....                                    | 12   |
| <b>7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ</b> .....                                | 14   |
| <b>8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....  | 14   |
| <b>9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....   | 14   |
| 9.1 Подготовка фотометра к работе.....   | 14   |
| 9.2 Приготовление растворов.....   | 14   |
| <b>10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ</b> .....  | 17   |
| <b>11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....   | 17   |
| 11.1 Ход измерений.....  | 17   |
| 11.1.1 Проведение анализа.....   | 17   |
| 11.1.2 Построение градуировочного графика.....   | 18   |
| 11.1.3 Контроль стабильности градуировочного графика.....  | 18   |
| <b>12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....  | 21   |
| <b>13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ</b> .....   | 21   |
| <b>14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ</b> .....           | 22   |
| <b>15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ</b> .....      | 22   |
| <b>БИБЛИОГРАФИЯ</b> .....  | 23   |
| <b>ПРИЛОЖЕНИЕ: расчет метрологических характеристик аттестованных растворов диметиламина</b> ..... | 25   |

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя Федерального  
научно-исследовательского санитарно-гигиенического агентства  
Роспотребнадзора по Республике Татарстан  
государственный санитарный  
надзор в отношении отдельных  
поднадзорным организациям и  
территориям



В. В. Романов

2013 г.

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### **Методика измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом**

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.008 - 13

---

#### **I ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод в диапазоне (0,03 – 10,0) мг/дм<sup>3</sup>.

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

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» (зарегистрированы в Министерстве юстиции Российской Федерации 19 мая 2003 г., регистрационный № 4568)

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

ГОСТ 8.207-76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 12.0.003-74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

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

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010-76 Система стандартов безопасности труда. Взрывоопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.004-74 Система стандартов безопасности труда. Респираторы фильтрующие противогазовые РПГ-67. Технические условия

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

ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения

- ГОСТ 17.1.3.08-82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод
- ГОСТ 17.1.3.13-86 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнения
- ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная, цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия
- ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электропанетки и жарочные электрошкафы, бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий
- ГОСТ 22153-76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-8) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения
- ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения
- ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений
- ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ Р ИСО 5725(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
- Примечание* - При пользовании методикой целесообразно проверять 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 ссылаемый документ заменён (изменён), то при пользовании методикой следует руководствоваться замещающим (изменённым) документом. Если ссылаемый 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 настоящих методических указаниях применяются следующие термины с соответствующими определениями:

- **методика измерений**: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности;
- **результат измерений**: Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/;
- **аттестация методик выполнения измерений**: Исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям;
- **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];
- **показатель точности измерений**: Установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;
- **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь)**; **АС**: Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величины, характеризующих состав смеси /РМГ 60/ [3];
- **метрологические характеристики АС**: Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценивания погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- **аттестуемая характеристика АС:** Величина, характеризующая содержание определенного компонента вещества (материала) АС, значение которой подлежит установлению при аттестации АС /РМГ 60/ [3];
- **аттестованное значение АС:** Значение аттестуемой характеристики АС, установленное при аттестации АС /РМГ 60/ [3];
- **погрешность аттестованного значения АС (погрешность АС):** Отклонение аттестованного значения АС от истинного значения аттестуемой характеристики экземпляра;
- **метрологические характеристики АС:** Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценки погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];
- **природная вода:** Воды Земли с содержащимися в них твердыми, жидкими и газообразными веществами /ГОСТ 19179/;
- **поверхностные воды:** Воды, находящиеся на поверхности суши в виде различных водных объектов /ГОСТ 19179/;
- **сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная):** Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека /ГОСТ 17.1.1.01/;
- **нормативно-очищенные сточные воды:** Сточные воды, отведение которых после очистки в водные объекты не приводит к нарушению норм качества воды в контролируемом створе /ГОСТ 17.1.1.01/;
- **питьевая вода:** Вода по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека либо для производства продукции, потребляемой человеком /ГОСТ 30813/;
- **проба воды:** Определенный объем воды, отобранный для исследования её состава и свойств /ГОСТ 30813/;
- **вода водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования:** Подземные и поверхностные водоносчики, используемые для централизованного и нецентрализованного водоснабжения населения, для рекреационного и культурно-бытового водопользования, а также питьевая вода и вода в системах горячего водоснабжения /ГН 2.1.5.1315/;
- **предельно допустимая концентрация (ПДК) химического вещества в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования:**



Максимальная концентрация вещества в воде, которая при поступлении в организм в течение всей жизни не должна оказывать прямого или опосредованного влияния на здоровье населения в настоящем и последующем поколениях, в том числе в отдаленные сроки жизни, а также не ухудшать гигиенические условия водопользования /ГН 2.1.5.1315/;

- предельно допустимая концентрация веществ в воде: Концентрация веществ в воде, выше которой вода непригодна для одного или нескольких видов водопользования /ГОСТ 27065/.

#### 4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

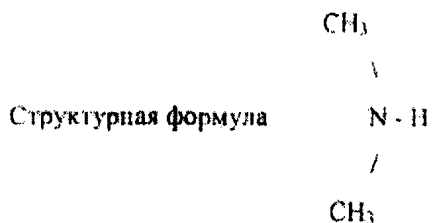
##### 4.1 Физико-химические и токсические свойства диметиламина [4]

Диметиламин

Химическое название по IUPAC – N – метилметанамин

Регистрационный номер по CAS 124-40-3

Молекулярная формула  $NH(CH_3)_2$



Температура кипения при 760 мм рт. ст. 6,9°C.

Температура плавления 92,2°C.

Плотность  $d_4^{20} = 0,6540 \text{ г/см}^3$

$d_4^0 = 0,6804 \text{ г/см}^3$

Молекулярная масса 45,09.

Диметиламин – бесцветное газообразное вещество с аммиачным запахом. Хорошо растворим в воде, спирте и в органических растворителях, характеризуется основными свойствами. С минеральными кислотами дает аммиачные соли. Вступает в реакцию ацилирования, в присутствии окислов азота является основным источником образования нитрозодиметиламина в воздухе. Встречается в природе как продукт гниения белковых веществ.

Диметиламин относится к веществам II класса опасности с пометкой «Требуется специальная защита кожи и глаз» [4]. При ингаляционном пути поступления в организм диметиламин является высокотоксичным веществом. Клиническая картина отравления характеризуется симптомами резкого раздражения верхних дыхательных путей и глаз,

одышкой, цианозом, возбуждением нервной системы с последующим ее угнетением, нарушением нейроэндокринной, сердечно – сосудистой, дыхательной систем и печени.

При повторном поступлении в организм кумулятивные свойства выражены слабо.

Диметиламин обладает выраженным действием – при попадании на кожу вызывает некроз.

Порог восприятия запаха колеблется от 0,03 до 2,5 мг/м<sup>3</sup>; порог раздражающего действия – 50 мг/м<sup>3</sup>.

Предельно допустимая концентрация диметиламина в воде водных объектов 0,1 мг/дм<sup>3</sup>. (Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»).

#### 4.2 Метод измерений

Метод измерения основан на отгонке диметиламина из щелочной среды с парами воды и анализе по реакции с 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты натриевой соли с образованием окрашенного соединения, имеющего максимум поглощения при длине волны 440 нм.

#### 4.3 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Методика измерений обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, представленных в таблице 1.

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

| Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup> | Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости),<br>$\sigma_r, \%$ | Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости),<br>$\sigma_R, \%$ | Показатель правильности (граница систематической погрешности методики при доверительной вероятности $P=0,95$ ),<br>$\pm \delta_s, \%$ | Показатель точности (граница относительной погрешности методики при доверительной вероятности $P=0,95$ ),<br>$\pm \delta, \%$ |
|--|---|---|---|---|
| от 0,03 до 10,0 вкл.                   | 8   | 12  | 9   | 25  |

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 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

При выполнении измерений применяются средства измерений (СИ) согласно таблице 2.

Таблица 2-Средства измерений

| Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)          | Наименование измеряемой величины | Погрешность |
|--|----------------------------------|-------------|
| Фотометр фотоэлектрический КФК-3, ТУ 3-3.2164-89 [5]                           | оптическая плотность             | 3 %         |
| Весы лабораторные ВЛР-200, 2-го класса, ГОСТ Р 53228-2008, ГОСТ 24104-2001 [6] | миллиграмм                       | 0.75        |
| Весы электронные Scout SC «ОНАУС», 4-го класса, ГОСТ 24104-2001 [6]            | грамм                            | 0.01        |
| Пипетки мерные, ГОСТ 29227-91  | кубический сантиметр             |             |
| 2-1-2-1  |                                  | ± 0.01      |
| 2-1-2-5  |                                  | ± 0.05      |
| 2-1-2-10   | ± 0.05                           |             |
| Колбы мерные, ГОСТ 1770-74   | кубический сантиметр             |             |
| 2-100-2  |                                  | ± 0,2       |
| Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74   | кубический сантиметр             |             |
| 2-100  |                                  | ± 0,5       |

### 5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Прибор для отгонки проб, состоящий из следующих деталей:

–колба круглодонная тип ККШ вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup>, 29/32 ТС с дефлегматором 14/23

–холодильник типа ХШ 200 14/23

–цилиндр мерный (присемник) 1-25,3-25 или мерный стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>

Рисунок

ГОСТ 25336-82

ГОСТ 25336-82

ГОСТ 1770-74

ГОСТ 25336-82

|   |                                 |
|---|---------------------------------|
| Плитка электрическая бытовая                      | ГОСТ 14919-83                   |
| Пробирки химические П 2-16-150ХС;<br>П 2-19-150ХС | ГОСТ 25336-82                   |
| Воронки лабораторные                              | ГОСТ 25336-82                   |
| Воронки В-75-110ХС                                | ГОСТ 25336-82                   |
| Колбы конические КН-1-500 29/32                   | ГОСТ 25336-82                   |
| Стаканчик СН-60/14                                | ГОСТ 25336-82                   |
| Эксикатор 2-190(100)                              | ГОСТ 25336-82                   |
| Штатив лабораторный ШЛ-02                         | ТУ У 33.14310460-107-2001 [7]   |
| Штативы для пробирок на 40 гнезд                  | ТУ У 25.2-14307481-046:2008 [8] |
| Стакан В-1-600ТС, В-1-1000ТС                      | ГОСТ 25336-82                   |
| Дистиллятор ДЭ-40                                 | ТУ 9452-002-22213860-00 [9]     |
| Линейка чертежная                                 | ГОСТ 17435-72                   |

### 5.3 Реактивы

|  |                              |
|--|------------------------------|
| Вода дистиллированная  | ГОСТ 6709-72                 |
| Dimethylammonium chlorid, $(\text{CH}_3)_2\text{NH}\cdot\text{HCl}$<br>(диметиламин гидрохлорид), массовая доля<br>основного вещества 99,9 %, погрешность 0,1% | Merck-Schuchardt             |
| Диметиламин, ч, 33%  | ТУ 6-09-1426-84 [10]         |
| Натрия гидроксид, хч   | ГОСТ 4328-77                 |
| Хлороформ, ч.д.а или хч  | ГОСТ 20015-88                |
| Кислота соляная, 0,1 моль/дм <sup>3</sup> (0,1н), стандарт титр  | ТУ 2642-001-33813273-97 [11] |
| Метиловый красный водорастворимый, ч.  | ТУ 6-09-5169-75 [12]         |
| Натрий хлористый, хч   | ГОСТ 4233-77                 |
| Соляная кислота, хч  | ГОСТ 3118-77                 |
| 1,2-Нафтохинон-4-сульфокислоты натриевая<br>соль (НХСН), ч.  | ТУ 6-09-07-938-77 [13]       |

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

## 6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

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

Работы при 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 Р 12.1.019.

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

Все работы с диметиламином проводят в вытяжном шкафу, при включенной вентиляции в спецодежде: халат, защитные очки, резиновые перчатки.

В комнате во время проведения работы не должно быть источника открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться средства тушения пожара: песок, асбестовое одеяло, совок, углекислотный огнетушитель. Поблизости должны быть противогаз и средства дегазации.

При работе и хранении запрещается размещать ёмкости с продуктом рядом с легкоокисляющимися веществами, концентрированными кислотами и органическими соединениями.

Хранить диметиламин разрешается в стеклянной таре с хорошо закрытой пробкой, вдали от огня, избегать трения, ударов.

На рабочем месте продукт хранить в вытяжном шкафу в опечатанном ящике, сейфе. Норма хранения на рабочем месте не более 1 г.

После окончания работ провести дегазацию рабочего места, посуды, средств защиты с помощью большого количества воды.

При проливах растворы продукта собираются в отдельную посуду для отходов, а загрязненное место промывают большим количеством воды.

При попадании продукта в глаза и на кожу, промыть большим количеством воды или слабым раствором бикарбоната натрия (сода).

Основной исходный раствор хранится в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более месяца. Рабочий аттестованный раствор хранится в колбе с притертой пробкой в холодильнике в течение недели.

Отработанные растворы сливают в специальную емкость.

В случае пролива продукта, необходимо надеть респиратор «Лепесток», собрать его в металлическую емкость, загрязненную поверхность тщательно промыть водой, смывные воды также собрать в емкость. Разбавить содержимое емкости до величины гигиенического норматива (ГН.2.1.5. 1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования») 0,1 мг/л и слить в канализацию.

## 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, знакомые с действующими правилами и техникой безопасности работы с диметиламином.

## 8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

|                                     |           |
|-------------------------------------|-----------|
| Температура окружающего воздуха, °С | +10...+35 |
| Атмосферное давление, мм рт.ст.     | 630 – 800 |
| Относительная влажность воздуха, %  | 30 – 85   |
| Напряжение в сети, В                | 220 ± 20  |

## 9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 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 Приготовление аттестованных растворов диметиламина для построения градуировочного графика с использованием диметиламин гидрохлорида

##### 9.2.1.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией диметиламина 1 мг/см<sup>3</sup>

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

##### 9.2.1.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см<sup>3</sup>

Пипеткой отбирают 1 см<sup>3</sup> основного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор используют в течение одного дня.

### 9.2.1.3 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см<sup>3</sup>

Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня.

## 9.2.2 Приготовление аттестованных растворов диметиламина для построения градуировочного графика с использованием 33% диметиламина

### 9.2.2.1 Приготовление основного раствора

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 15-20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 3,5-4,0 см<sup>3</sup> диметиламина, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 1 каплю раствора метилового красного (п.9.2.7) и титруют, добавляя из бюретки раствор соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Конечную точку титрования устанавливают по переходу окраски раствора из желтой в розовую. Записывают количество см<sup>3</sup> соляной кислоты, пошедшей на титрование. Одновременно титруют не менее трех параллельных проб. За результат берут среднее арифметическое результатов параллельных титрований ( $V_0$ ), расхождение между которыми не превышает значений предела допускаемой погрешности объема бюретки (см<sup>3</sup>).

Расчет концентрации диметиламина в основном растворе производят по формуле:

$$a_0 = \frac{V_0 \cdot m}{V_1}, \text{ мг/см}^3, \quad (1)$$

где:  $V_0$  – количество раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса диметиламина, рассчитанная по стехиометрическому соотношению продуктов реакции и эквивалентная 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, мг;  $m \approx 4,5$  мг (4,5 мг/см<sup>3</sup>);

$V_1$  – объем пробы, взятой на титрование, см<sup>3</sup>.

Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в холодильнике один месяц.

### 9.2.2.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см<sup>3</sup>

Пипеткой отбирают такое количество см<sup>3</sup> основного раствора, чтобы получить раствор с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Количество см<sup>3</sup> основного раствора, необходимое для приготовления рабочего аттестованного раствора № 1, рассчитывают по формуле:

$$V_3 = \frac{a_1 \cdot V_2}{a_0} \text{ см}^3, \quad (2)$$

где:  $a_1$  - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе, мкг/см<sup>3</sup>;  $a_1 = 10$  мкг/см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем приготовленного рабочего раствора, см<sup>3</sup>;  $V_2 = 100$  см<sup>3</sup>;

$V_3$  - объем основного раствора, взятого для приготовления рабочего раствора; см<sup>3</sup>;

$a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в основном растворе, мкг/см<sup>3</sup>.

Раствор устойчив в течение одного дня.

#### 9.2.2.3 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см<sup>3</sup>

Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение одного дня

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций формальдегида в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [3], приведены в Приложении.

#### 9.2.3 Приготовление раствора натриевой соли 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты

На аналитических весах взвешивают 0,130 г 1,2-нафтохинон-4-сульфокислоты натриевой соли (НХСН), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в которую предварительно наливают ~60-70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. После полного растворения НХСН доливают до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. Растворы НХСН готовят в день анализа, устойчивы в течение рабочего дня.

#### 9.2.4 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 40%

В стакан из термостойкого стекла помещают 250-300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и медленно, перемешивая стеклянной палочкой, добавляют 200 г гидроксида натрия. После полного растворения добавляют воды до 500 см<sup>3</sup>. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения – 3 месяца.

#### 9.2.5 Натрий хлористый

Натрий хлористый нагревают более двух часов в термостате при температуре 150–



160°C. Охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием. Хранят в склянке с притертой пробкой.

#### 9.2.6 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>

4 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде, затем объем доводят до 100 см<sup>3</sup>. Срок хранения раствора в полиэтиленовом сосуде – 2 месяца.

#### 9.2.7 Раствор метилового красного, 0,2%

0,2 г метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, куда предварительно добавлено 50-60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. После растворения объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

### 10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб питьевой воды производится по ГОСТ Р 51593, проб из источников водоснабжения и сточных вод - по ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ Р 51592. Объем отобранной пробы 100-150 см<sup>3</sup>. Срок хранения – не более суток при температуре не более 10°C.

### 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

#### 11.1 Ход измерений

Одновременно анализируют две параллельные пробы.

##### 11.1.1 Проведение анализа

В колбу прибора для отгона проб (рис.), помещают 25 см<sup>3</sup> анализируемой пробы добавляют 3 см<sup>3</sup> 40% гидроксида натрия, (п.9.2.4), подсоединяют к холодильнику, отгоняют 15 см<sup>3</sup> пробы в мерный цилиндр или мерный стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в которые предварительно наливают 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. На мерном стакане предварительно ставят метку, соответствующую общему объему отгона в 25 см<sup>3</sup>.

15 см<sup>3</sup> отгона помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (п. 9.2.6), 10 см<sup>3</sup> раствора НХСН (п.9.2.3) и перемешивают содержимое колбы. Через 3-5 минут прибавляют 12 см<sup>3</sup> хлороформа, закрывают колбу пробками (корковыми), энергично встряхивают в течение пяти минут и переносят все в делительную воронку. После расслоения нижний хлороформный слой сливают в сухую пробирку. При недостаточно тщательном разделении слоев отмечается незначительная муть, мешающая фотометрированию. В этом случае пробирку необходимо опустить на несколько секунд в теплую воду или добавить на кончике скальпеля хлористый натрий (п. 9.2.5) и встряхнуть содержимое.

Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют на фотометре КФК-3 в кюветках с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 440 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше при анализе проб.

### 11.1.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности от концентрации диметиламина, устанавливают по восьми растворам для градуировки.

Для построения градуировочного графика в ряд колб приборов для отгонки проб вносят указанные в таблице 2 количества рабочих аттестованных растворов диметиламина и дистиллированной воды, прибавляют по 3 см<sup>3</sup> 40% раствора гидроксида натрия (п.9.2.4), отгоняют 15 см<sup>3</sup> в приемник с 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, отбирают (после перемешивания) 15 см<sup>3</sup> отгона и в дальнейшем проводят все операции, как описано выше при анализе проб (п.11.1.1).

Таблица 2-Алгоритм приготовления градуировочных растворов диметиламина для построения градуировочного графика

| Состав градуировочных растворов  | Номер градуировочного раствора |      |      |      |      |      |      |      |       |
|--|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
|  | 0                              | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8     |
| Аттестованный раствор с массовой концентрацией диметиламина 1 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>  | 0                              | 0,5  | 1,0  | 2,0  |      |      |      |      |       |
| Аттестованный раствор с массовой концентрацией диметиламина 10 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup> |                                |      |      |      | 0,5  | 1,0  | 2,0  | 5,0  | 15,0  |
| Вода дистиллированная, см <sup>3</sup>   | 25,0                           | 24,5 | 24,0 | 23,0 | 24,5 | 24,0 | 23,0 | 20,0 | 10,0  |
| Масса диметиламина в пробе, мкг  | 0                              | 0,5  | 1,0  | 2,0  | 5,0  | 10,0 | 20,0 | 50,0 | 150,0 |
| Массовая концентрация диметиламина, мг/дм <sup>3</sup>   | 0                              | 0,03 | 0,07 | 0,13 | 0,33 | 0,67 | 1,33 | 3,33 | 10,0  |

При замене реактивов и средств измерения градуировочный график строят заново.

### 11.1.3 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед

выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов диметиламина и анализируют как описано выше.

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

$$X - C \leq \Delta_{гр}, \text{ мг/дм}^3, \quad (3)$$

где:  $X$  - результат измерения массовой концентрации диметиламина в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{гр}$  - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мг/дм<sup>3</sup>.

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 диметиламина:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (4)$$

где:  $n$  - число измерений;

$X_i$  - результат измерения содержания диметиламина в  $i$ -ой пробе градуировочного раствора, мг/дм<sup>3</sup>.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (5)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta \bar{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (6)$$

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

- относительную погрешность результата измерения:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta \bar{X}_i}{\bar{X}_i} \cdot 100\%; \quad \Delta_{гр} = 0,01 \delta_{гр} \cdot C, \text{ мг/дм}^3. \quad (7)$$

- среднее квадратическое отклонение результата измерения:

## Прибор для отгонки проб

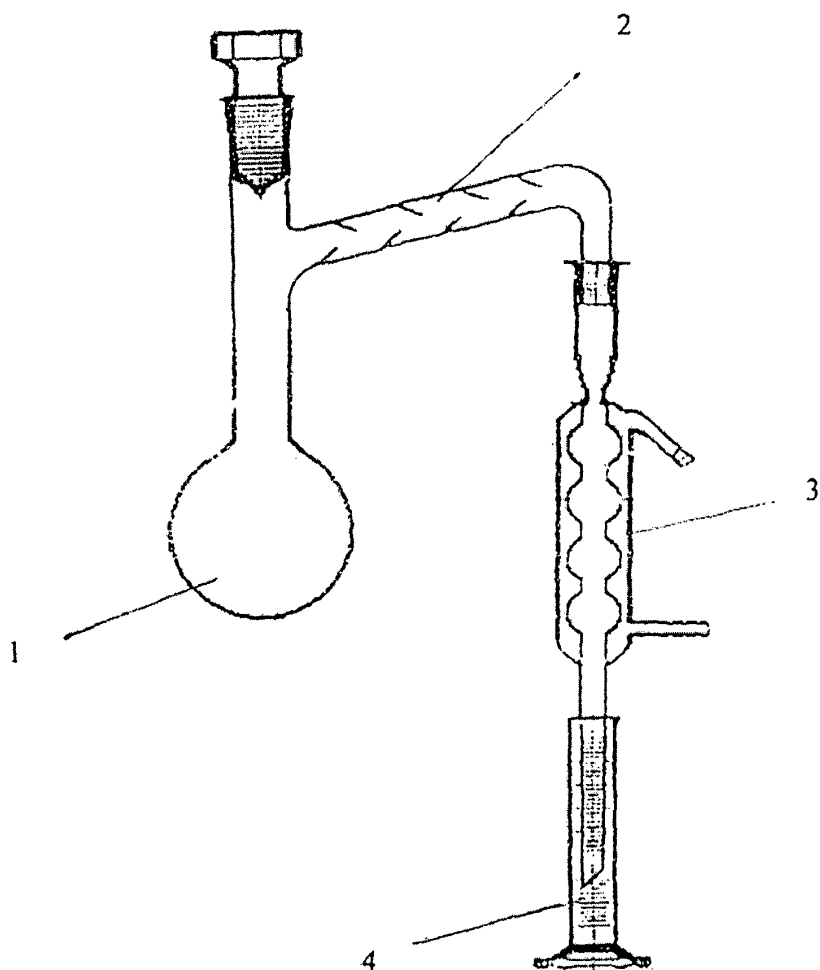


Рис.

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

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию диметиламина в каждой параллельной пробе в  $\text{мг/дм}^3$  находят по градуировочному графику. Если пробы предварительно разбавлялись, учитывают разведение.

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 должно превышать предела повторяемости. Значение предела повторяемости ( $r$ ) для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 3.

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 3-Диапазон измерений, значение предела повторяемости при доверительной вероятности  $P=0,95$

| Диапазон измерений,<br>$\text{мг/дм}^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений).<br>г, % |
|---|---|
| от 0,03 до 10,0 вкл                     | 22  |

## 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 диметиламина в пробе).

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:  $\Delta_r = 0,84 \Delta$  с последующим 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 приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 4.

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

Таблица 4-Диапазон измерений, значение предела воспроизводимости при доверительной вероятности  $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup> | Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, % |
|--|---|
| от 0,03 до 10,0 вкл                    | 33  |

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

##### 15.1 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).

##### 15.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K_n$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = | \bar{X}' - \bar{X} - C |, \quad (8)$$

где:  $\bar{X}'$  - результат контрольного измерения массовой концентрации диметиламина в пробе с известной добавкой;

$\bar{X}$  - результат контрольного измерения массовой концентрации диметиламина в рабочей пробе;

C - величина добавки.

Норматив контроля  $K_d$  рассчитывают по формуле:

$$K_d = \sqrt{(\Delta_{\text{ра}})^2 + (\Delta_{\text{пр}})^2}, \quad (9)$$

где:  $\Delta_{\text{ра}}$ ,  $\Delta_{\text{пр}}$  - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации диметиламина в пробе с добавкой и в рабочей пробе, соответственно.

$\Delta_{\text{ра}} = 0,01 \delta_{\text{ра}} \bar{X}$  ( $\bar{X}$  - массовая концентрация диметиламина в пробе);

$\Delta_{\text{пр}} = 0,01 \delta_{\text{пр}} \bar{X}'$  ( $\bar{X}'$  - массовая концентрация диметиламина в пробе с добавкой). Значения  $\delta_{\text{ра}}$ , ( $\delta_{\text{пр}}$ ) установлены в лаборатории.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K_d \quad (10)$$

При невыполнении условия (10) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ 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] РМГ60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- [4] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник. Под общей редакцией проф., д.м.н. В.В. Уйба. Москва, 2011 г.
- [5] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3
- [6] ТУ 25-7713-89 Весы лабораторные электронные 4-го класса модели ВЛЭ 134
- [7] ТУ У 33.14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02
- [8] ТУ У 25.2-14307481-046:2008 Штативы для пробирок П-10, П-20, П-40
- [9] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор ДЭ-40
- [10] ТУ 6-09-1426-84 Диметиламин, ч. 33%
- [11] ТУ 2642-001-33813273-97 Стандарт титры
- [12] ТУ 6-09-5169-84 Метиловый красный, индикатор (метилрот)
- [13] ТУ 6-09-07-938-77 1.2-Нафтохинон-4-сульфокислоты натриевая соль. Реактив Фолина



## ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ  
РАСТВОРОВ ДИМЕТИЛАМИНА

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

### 1 Расчет значений массовых концентраций диметиламина и характеристик погрешности аттестованных растворов при использовании диметиламин гидрохлорида

#### 1.1 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1

##### 1.1.1 Расчет аттестованного значения

Основной и рабочий раствор № 1 готовят, как описано в п.п.9.2.1.1 и 9.2.1.2.

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

$$a_1 = \frac{\mu \cdot m \cdot V_3 \cdot 1000}{100\% \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 1,808}, \quad \text{мкг/см}^3.$$

где:  $\mu$  - массовая доля основного вещества (диметиламин гидрохлорида) в продукте,

%;  $\mu = 99,9\%$  (значение  $\mu$  приводится в сертификате на продукт)

$m$  - масса навески диметиламин гидрохлорида, взятой для приготовления основного раствора, мг;  $m = 180,8$  мг;

$V_1$  - объем приготовленного основного раствора,  $\text{см}^3$ ;  $V_1 = 100 \text{ см}^3$ ;

$V_2$  - объем основного раствора, взятого для приготовления аттестованного рабочего раствора,  $\text{см}^3$ ;  $V_2 = 1 \text{ см}^3$ ;

$V_3$  - объем приготовленного аттестованного рабочего раствора,  $\text{см}^3$ ;  $V_3 = 100 \text{ см}^3$ ;

1,808 - коэффициент пересчета массы диметиламин гидрохлорида на диметиламин.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет  $10,0 \text{ мкг/см}^3$ .

##### 1.1.2 Расчет характеристики погрешности

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

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \quad \text{мкг/см}^3.$$

где:  $\Delta\mu$  - характеристика погрешности установления массовой доли диметиламина в продукте, % [ $\Delta\mu = (100 - \mu)\%$ ];  $\Delta\mu = 0,1$ ;

$\Delta m$  - характеристика погрешности взвешивания при установлении массы диметиламина для приготовления основного раствора, мг;  $\Delta m = 0,75$  мг;

$\Delta V_1$  - характеристика погрешности установления объема  $V_1$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_1 = 0,2$  см<sup>3</sup>;

$\Delta V_2$  - характеристика погрешности установления объема  $V_2$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_2 = 0,01$  см<sup>3</sup>;

$\Delta V_3$  - характеристика погрешности установления объема  $V_3$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_3 = 0,2$  см<sup>3</sup>.

Характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет 0,0427 мкг/см<sup>3</sup> или 0,43%.

## 1.2 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2

### 1.1.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор № 2 готовят, как описано в п.9.2.1.3.

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

$$a_2 = a_1 \frac{V_4}{V_3}, \text{ мкг/см}^3.$$

где:  $V_4$  - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>;

$V_3$  - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>.

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

### 1.2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 производят по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:  $\Delta V_4$  - характеристика погрешности установления объема  $V_4$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_4 = 0,05$  см<sup>3</sup>;

$\Delta V_5$  – характеристика погрешности установления объема  $V_5$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы),  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_5 = 0,2 \text{ см}^3$ .

Характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет  $0,0069 \text{ мкг/см}^3$  или  $0,69\%$ .

## 2 Расчет значений массовых концентраций диметиламина и характеристик погрешности аттестованных растворов при использовании 33% диметиламина

### 2.1 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1

#### 2.1.1 Расчет аттестованного значения

Основной и рабочий раствор № 1 готовят, как описано в п.п.9.2.2.1 и 9.2.2.2.

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

$$a_1 = \frac{a_0 \cdot V_2}{V_3} = \frac{V_0 \cdot m \cdot V_2}{V_3 \cdot V_1}, \text{ мг/см}^3 \text{ или мкг/см}^3,$$

где:  $V_0$  - количество соляной кислоты, пошедшее на титрование,  $\text{см}^3$ ;

$m$  - масса диметиламина, эквивалентная  $1 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты мг,  $m = 4,5 \text{ мг}$ . ( $405 \text{ мг/см}^3$ );

$V_1$  - объем пробы, взятой на титрование,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  - объем приготовленного рабочего раствора № 1,  $\text{см}^3$ ;

$V_3$  - объем основного раствора, взятого для приготовления рабочего раствора № 1,  $\text{см}^3$ .

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 1 составляет  $10,0 \text{ мкг/см}^3$ .

#### 2.1.2 Расчет характеристики погрешности

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

$$\Delta = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_0}{V_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2}, \text{ мг/см}^3 \text{ или}$$

$\text{мкг/см}^3$ ,

где:  $\Delta m$  - характеристика погрешности расчета массы диметиламина, эквивалентной  $1 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты, мг;  $\Delta m = 0$ ;

$\Delta V_0$  - характеристика погрешности установления объема  $V_0$  (предел допускаемой погрешности объема бюретки),  $\text{см}^3$ ;

$\Delta V_1$  - 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),  $\text{см}^3$ ;

$\Delta V_3$  - характеристика погрешности установления объема  $V_3$  (предел допускаемой погрешности вместимости пипетки),  $\text{см}^3$ .

## 2.2 Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2

### 2.2.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор № 2 готовят, как описано в п.9.2.2.3.

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

$$a_2 = a_1 \frac{V_4}{V_5}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:  $\Delta V_4$  - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2,  $\text{см}^3$ ;

$\Delta V_5$  - объем приготовленного рабочего раствора № 2,  $\text{см}^3$ .

Аттестованное значение массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 составляет 1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

### 2.2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации диметиламина в рабочем растворе № 2 производят по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_5}{V_5}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:  $\Delta V_4$  - характеристика погрешности установления объема  $V_4$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки),  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_4 = 0,05 \text{ см}^3$ ;

$\Delta V_5$  - характеристика погрешности установления объема  $V_5$  (предел допускаемой вместимости колбы),  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_5 = 0,2 \text{ см}^3$ .



**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**

**№ 222.0164/01.00258/2012**

**Методика измерений массовой концентрации диметиламина в пробах питьевых,  
природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом,  
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений**

**предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских  
организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России,**

**разработанная ФГУ «ФМБИ им. А.И.Бурназяна» ФМБА России (123182, Москва,  
ул. Живописная, 46)**

**и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России  
«Методика измерений массовой концентрации диметиламина в питьевых природных,  
очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом», год утверждения 2012,**

**на 28 стр.**

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.**

**В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений  
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.**

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе

  
С.В.Медведевских

Зав. лабораторией

О.Б. Пономарева

Дата выдачи

17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра  
методики измерений:

17.07.2017

М.П.

**Приложение к свидетельству № 222.0164/01.00258 / 2012  
об аттестации методики измерений массовой концентрации  
диметиламина в пробах питьевых, природных, очищенных  
сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом**

**1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости**

| Диапазон измерений,<br>мг/дм <sup>3</sup> | Показатель<br>повторяемости<br>(относительное<br>среднеквадратическое<br>отклонение<br>повторяемости)<br>$\sigma_{п}, \%$ | Показатель<br>воспроизводи-<br>мости<br>(относительное<br>среднеквадратическое<br>отклонение<br>воспроизводи-<br>мости)<br>$\sigma_{в}, \%$ | Показатель<br>правильности<br>(границы<br>относительной<br>систематической<br>погрешности<br>методики при<br>доверительной<br>вероятности<br>$P=0.95), \pm \delta_{с}, \%$ | Показатель<br>точности<br>(границы<br>относительной<br>погрешности<br>методики при<br>доверительной<br>вероятности<br>$P=0.95), \pm \delta, \%$ |
|---|---|---|--|---|
| от 0.03 до 10.0 вкл.                      | 8   | 12  | 9  | 25  |

**2 Значения предела повторяемости, предела воспроизводимости при вероятности  $P=0.95$**

| Диапазон измерений,<br>мг/дм <sup>3</sup> | Предел<br>повторяемости<br>(относительное значение<br>допускаемого расхождения между<br>двумя результатами параллельных<br>определений), $r, \%$ | Предел воспроизводимости<br>(относительное значение допускаемого<br>расхождения между двумя результатами,<br>полученными в разных<br>лабораториях), $R, \%$ |
|---|--|---|
| от 0.03 до 10.0 вкл.                      | 22   | 33  |

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

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

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

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

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,  
эксперт-метролог  
(сертификат RUM 02.33.00219-2)

Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012