

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методика измерений массовой концентрации  
1,1-диметилгидразина в крови  
спектрофотометрическим методом**

Методические указания по методам контроля  
МУК 4.1.003 - 13

Издание официальное

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России) (Власова Л.А., Захарова З.М.).

Генеральный директор - д.м.н., профессор К.В. Котенко  
Заместитель Генерального директора по науке и биофизическим технологиям, д.м.н., профессор Н.К. Шандала.

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, Свидетельство об аттестации № 222.0160/01.00258/2012

3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 09 февраля 2013 г. № С.Т.).

4. Утверждены и введены в действие заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «Сг» февраля 2013 г.

5. Введены взамен МУК 4.1.018-07 «Методика выполнения измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим 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 факторов среды обитания на человека, и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» /статья 1/.

«...Факторы среды обитания – биологические (вирусные, бактериальные, паразитарные и иные), химические, физические (шум, вибрация, ультразвук, инфразвук, тепловые, ионизирующие, неионизирующие и иные излучения), социальные (питание, водоснабжение, условия быта, труда, отдыха) и иные факторы среды обитания, которые оказывают или могут оказывать воздействие на человека и (или) на состояние здоровья будущих поколений...» /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>ПРЕДИСЛОВИЕ</b>	2
1	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ</b>	4
2	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ</b>	5
3	<b>ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ</b>	7
4	<b>ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ</b>	8
	4.1 Физико-химические и токсические свойства 1,1-диметилгидразина	8
	4.2 Метод измерений	9
	4.3 Требования к показателям точности измерений	9
5	<b>СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ</b>	10
	5.1 Средства измерений	10
	5.2 Вспомогательные устройства и материалы	11
	5.3 Реактивы	12
6	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ</b>	13
7	<b>ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ</b>	14
8	<b>ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ</b>	14
9	<b>ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ</b>	14
	9.1 Подготовка спектрофотометра к работе	14
	9.2 Приготовление растворов	14
10	<b>ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ</b>	16
11	<b>ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ</b>	16
	11.1 Проведение анализа	17
	11.2 Построение градуировочного графика	17
	11.3 Контроль стабильности градуировочного графика	18
12	<b>ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ</b>	20
13	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ</b>	20
14	<b>ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ</b>	21
15	<b>КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ</b>	22
	15.1 Контроль качества результатов измерений	22
	15.2 оперативный контроль процедуры измерений	22
	15.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности	22
	15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля	23
	<b>БИБЛИОГРАФИЯ</b>	23
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А. Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов 1,1-диметилгидразина</b>	25

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя Федерального  
 центра гигиены и эпидемиологии  
 Роспотребнадзора, главный государственный санитарный врач  
 Российской Федерации, руководитель территориальных  
 органов Роспотребнадзора по субъектам Российской Федерации,  
 организациям и учреждениям на территории



*В. В. Романов*  
 В. В. Романов

2013 г.

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом

#### Методические указания по методам контроля МУК 4.1.003 - 13

#### 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля распространяются на методики измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови.

1.2 В настоящих методических указаниях по методам контроля установлена методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в крови спектрофотометрическим методом.

1.3 Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазоне концентраций (1,0 – 10,0) мкг/см<sup>3</sup>. При концентрациях 1,1-диметилгидразина свыше 10 мкг/см<sup>3</sup> возможно разбавление проб.

Минимальное содержание 1,1-диметилгидразина в пробе – 0,1 мкг.

1.4 Методические указания по методам контроля предназначены для лабораторий Центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих исследования по определению содержания 1,1-диметилгидразина в крови, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы материалы из следующих нормативных документов:

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

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

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

ГОСТ 8.417-2002 ГСИ. Единицы величин

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. Взрывобезопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 334-73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые.

Общие технические условия

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18289-78 Реактивы. Натрий вольфраматовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 20903-75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 22261-94 Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ В 17803-72 Горючее несимметричный диметилгидразин. Технические условия

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

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

ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

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

Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

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

Р ФМБА России 15.45 – 2010 «Разработка, изложение, представление на согласование и утверждение нормативных и методических документов ФМБА России»

СТ ФГУ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8-1/8-2008 «Порядок разработки, аттестации и утверждения методик выполнения измерений»

СТО ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8.39/01-2010 «Общие требования к порядку метрологических исследований для аттестации методик (методов) измерений»

*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 И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем документе применяются следующие термины с соответствующими им определениями:

**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»/.

**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»/.

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

**показатель точности измерений:** - установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;

**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/.

## 4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

### 4.1 Физико-химические и токсические свойства 1,1-диметилгидразина [1]

Химическое название вещества по IUPAC: 1,1-Диметилгидразин

Синоним: Несимметричный диметилгидразин (НДМГ)

торговое название – гептил

Молекулярная масса - 60,1

Молекулярная формула –  $C_2H_8N_2$



Регистрационный номер по CAS: 57-14-7

1,1-Диметилгидразин - бесцветная или бледно-желтого цвета жидкость с резким специфическим запахом, характерным для органических аминов. Обладает относительно высокой летучестью и испаряемостью,  $t_{\text{кип.}} = 63^\circ \text{C}$  при 760 мм рт. ст., давление насыщенных паров - 122,4 мм рт. ст. при  $t = 20^\circ \text{C}$ .

С повышением температуры летучесть вещества значительно увеличивается. Плотность 1,1-диметилгидразина при  $20^\circ \text{C}$  - 0,787-0,795 г/см<sup>3</sup>,  $t_{\text{замерзания}}$  - ( $-57,2^\circ \text{C}$ ),  $t_{\text{вспышки}}$  -  $15^\circ \text{C}$ ,  $t_{\text{самовоспламенения}}$  -  $248,9^\circ \text{C}$ . Растворяется в воде, спиртах, углеводородах, аминах, эфирах, в водных растворах кислот. Водные растворы обладают щелочными свойствами.

По химической природе 1,1-диметилгидразин - органическое основание с сильно выраженными восстановительными свойствами, легко окисляется как кислородом воздуха и растворенным кислородом в воде, так и другими окислителями - оксидами азота, хлора, озоном и др. Особенно интенсивно 1,1-диметилгидразин реагирует с 98 % азотной кислотой и окислами азота. При окислении 1,1-диметилгидразина, в зависимости от условий (температура, продолжительность окисления, наличие каталитически активных веществ), образуются новые химические соединения: нитрозодиметиламин, тетраметилтетразен, формальдегид, диметиламин, метилендиметилгидразин и другие продукты окисления, многие из которых до настоящего времени не идентифицированы. При взаимодействии с кислотами 1,1-диметилгидразин образует соли. В водной среде вступает в реакцию с кетонами и различными ароматическими альдегидами, образуя соответствующие гидразоны, малорастворимые в воде и хорошо экстрагируемые неполярными растворителями.

1,1-Диметилгидразин относится к I классу опасности по ГОСТ 12.1.007-86. Оказывает токсическое действие при любых путях поступления в организм: через органы дыхания, желудочно-кишечный тракт, кожу, являясь антропогенным токсикантом.

В норме - не содержится в организме.

При острых отравлениях 1,1-диметилгидразином поражается центральная нервная система (ЦНС) и в меньшей степени - печень. При хроническом отравлении преобладают признаки поражения печени, а также других систем (ЦНС, сердечно-сосудистой, выделительной, кроветворной). Помимо общетоксического действия 1,1-диметилгидразин обладает отдаленными эффектами: возникновение опухолей (канцерогенный); нарушение репродуктивной функции организма в результате изменения половых клеток (гонадотоксический), влияние на плод и потомство (эмбриотоксический).

#### 4.2. Метод измерения

Измерения выполняются спектрофотометрическим методом.

Метод основан на взаимодействии НДМГ с 4-пиридинкарбоксальдегидом и образовании соответствующего продукта конденсации, имеющего максимум поглощения при  $\lambda=380$  нм. Фотометрия осуществляется на СФ-26 или любом другом спектрофотометре с аналогичными характеристиками в кюветах с  $l=10$ мм по сравнению с пустой кюветой.

Определению НДМГ в крови не мешает присутствие аминокислот, окси- и кетокислот, мочевины, креатинина, аденозинтрифосфата, углеводов, пиридиновых коферментов в концентрациях, превышающих физиологический уровень в 2-5 раза. Определению не мешают также нитрозодиметиламин, диацетилгидразин в количествах от 2 до 10 мкг в пробе.

Продолжительность выполнения измерения от отбора проб до получения информации о концентрации НДМГ в крови составляет примерно 3 часа.

#### 4.3 Требования к показателям точности измерений

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

**Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости и неопределенности результатов измерений проб крови**

Диапазон измерений 1,1-диметил- гидразина (НДМГ)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости).	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости).	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95),	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95),
мкг/см <sup>3</sup>	$\sigma_r$ , %	$\sigma_R$ , %	$\pm \delta_c$ , %	$\pm \delta$ , %
1,0 - 10,0	9	13	5	26

Значения показателя точности методики используют при:

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

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

### 5.1 Средства измерений

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ), вспомогательные устройства, материалы и реактивы (таблицы 2, 3, 4).

**Таблица 2 – Средства измерений, рекомендуемые при использовании методики**

Порядковый номер и наименование средства измерения	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают средства измерений	Метрологические, технические характеристики или ссылка на чертеж. Требования к качеству реактивов Наименование измеряемой физической величины
1	2	3
1. Спектрофотометр СФ-26 или другой спектрофотометр с аналогичными спектральными характеристиками	ТУ 3-3-1314-77, [2]	погрешность: 1%
2. Весы электронные SCOUT-2020, фирма «ОНАУС», США	ГОСТ 24104-2001, ГОСТ 53228-2008	грамм, погрешность: 0,01

1	2	3
3. Весы аналитические CAS CAUW 220D	ГОСТ 24104-2001, ГОСТ 53228-2008	миллиграмм, погрешность: 0,75
4. Пипетки мерные 4-2-1 4-2-2 6-2-5 6-2-10	ГОСТ 29227-91	см <sup>3</sup> , погрешность: ± 0,01 ± 0,02 ± 0,03 ± 0,05
5. Колбы мерные 2-25-2 2-50-2 2-100-2	ГОСТ 1770-74	см <sup>3</sup> , погрешность: ± 0,08 ± 0,12 ± 0,2
6. Цилиндры мерные 1-25 1-50 1-100	ГОСТ 1770-74	см <sup>3</sup> , погрешность: ± 0,5 ± 1,0 ± 1,0
7. Стаканы мерные В-1-50 ХС В-1-100 ХС В-1-200 ХС	ГОСТ 25336-82	см <sup>3</sup> , погрешность: ± 1,0 ± 1,0 ± 2,0
8. Пробирки П4-10-14/23 ХС П1-14-120 ХС	ГОСТ 25336-82	пред. отклон. ± 5,0 + 1,0
9. 1,1-Диметилгидразин (НДМГ). d=0,792 г/см <sup>3</sup> , массовая доля основного вещества - 99,8%,	ГОСТ В 17803-72	погрешность - 0,2%

## 5.2. Вспомогательные устройства и материалы

Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование вспомогательных устройств, материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают вспомогательные устройства, материалы и реактивы
Центрифуга лабораторная, настольная, типа ОПн-8	ТУ 5.375-4261-76 [3]
Плитка электрическая бытовая	ГОСТ 14919-83
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [4]

Штатив лабораторный ШЛ-02	ТУ 33.1-14310460-107-2001 [5]
Пробирки вместимостью 20, 25 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770-74
Воронки лабораторные В-36-50 ХС	ГОСТ 25336-82
Стакан лабораторный термостойкий вместимостью 50, 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336-82
Кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм	ГОСТ 20903-75
Штативы для пробирок на 40 гнезд	ТУ 64-1-2669-78 [6]
Фильтры обеззоленные «синяя лента» или другие для тонких осадков	ТУ 2642-001-13927158-2003[7]
Бумага масштабно-координатная марки ПЛН, арт. 0715	ГОСТ 334-73
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72
Бумага фильтровальная	ГОСТ 12026-76

### 5.3 Реактивы

Реактивы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Реактивы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают материалы и реактивы
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300-87
4-пиридинкарбоксихальдегид (пиридин-4-альдегид, 1-водный, изоникотиновый альдегид), $d=1,122 \text{ г/см}^3$	ТУ 6-09-50-2392-82 [8]
Серная кислота, х.ч., уд. вес $1,83 \text{ г/см}^3$	ГОСТ 4204-76
Натрий вольфрамвокислый, х.ч.	ГОСТ 18289-78
Уксусная кислота, ледяная, х.ч.	ГОСТ 61-75

*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**

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

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

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

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

Около работающего должны находиться:

- противогаз;
- средства тушения: песок, асбестовое одеяло, совок, огнетушитель любой марки;
- средства дегазации: силикагель, 10% раствор хлорного железа или хлорная известь.

На рабочем месте допускается хранение 1,1-диметилгидразина в количестве, не превышающем 10 см<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 собирают в специальную емкость, разбавляют водой и сливают в канализацию.

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

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

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

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

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

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта – химика со средним специальным образованием, знакомые с действующими правилами и техникой безопасности работы с 1,1-диметилгидразином.

## **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 проводятся следующие работы:

### **9.1 Подготовка спектрофотометра к работе**

Подготовка спектрофотометра 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 на электроплитке в течение 1,5–2-х часов для освобождения от аммиака, углекислоты и других летучих соединений. Сняв колбу с плитки, сразу закрывают ее пробкой.

#### **9.2.2 Приготовление 0,5М спиртового раствора 4-пиридинкарбоксальдегида (изоникотиновый альдегид).**

2,78 см<sup>3</sup> 4-пиридинкарбоксальдегида вносят в мерную колбу на 50 см<sup>3</sup>, приливают 30-40 см<sup>3</sup> этилового спирта, перемешивают. Затем раствор доводят объем до метки этиловым спиртом.

Раствор устойчив при хранении в холодильнике в склянке из темного стекла в течение 2-х месяцев.

#### **9.2.3 Приготовление 10% раствора вольфрамвокислого натрия**

Получают растворением 10 г вещества в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 9.2.4 Приготовление 0,667N раствора серной кислоты.

В мерную колбу на 1 дм<sup>3</sup> отмеривают 150-200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и добавляют 19 см<sup>3</sup> серной кислоты ( $d=1,83$ ), перемешивают и после охлаждения доводят до метки дистиллированной водой.

#### 9.2.5 Приготовление аттестованных растворов 1,1-диметилгидразина для построения градуировочного графика

##### 9.2.5.1 Приготовление исходного аттестованного раствора

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 15 см<sup>3</sup> дистиллированной (п. 9.2.1) или бидистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> 1,1-диметилгидразина и вновь взвешивают. Доводят объем до метки водой, тщательно перемешивают и рассчитывают массу навески 1,1-диметилгидразина по формуле:

$$m = (P_2 - P_1), \text{ мг,}$$

где:

$P_1$  - вес колбы с водой, мг;

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

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

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

где:

$\mu$  - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, %;  $\mu=99,8$  %;

$m$  - масса навески 1,1-диметилгидразина, взятой для приготовления исходного раствора, мг;  $m = (P_2 - P_1)$ ;

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

Исходный аттестованный раствор 1,1-диметилгидразина 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 с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>

Рассчитывают количество см<sup>3</sup> исходного раствора, необходимое для приготовления 100 см<sup>3</sup> основного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>.

Пипеткой отбирают рассчитанное количество  $\text{см}^3$  исходного аттестованного раствора и помещают в колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ . Объем раствора доводят до метки дистиллированной (п.9.2.1) или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Основной раствор устойчив в течение 10 дней.

#### 9.2.5.3 Приготовление рабочего аттестованного раствора с массовой концентрацией $1 \text{ мкг/см}^3$

Пипеткой отбирают  $1 \text{ см}^3$  основного аттестованного раствора и помещают в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Объем раствора доводят до метки дистиллированной (п.9.2.1) или бидистиллированной водой и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Рабочий аттестованный раствор готовится перед употреблением. Устойчив в течение рабочего дня.

#### *Примечание:*

1. Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций 1,1-диметилгидразина в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [9], приведены в Приложении.

2. Массовую концентрацию 1,1-диметилгидразина в продукте ( $\mu$ ) при необходимости можно определять титрованием исходного продукта йодноватокислым калием в соответствии с МУК 4.1.005-09 «Методика выполнения измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном продукте титриметрическим методом».

## 10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Из расчета на одно определение, для анализа в пробирки или пенициллиновые пузырьки помещают  $7 \text{ см}^3$  дистиллированной воды,  $1 \text{ см}^3$  крови и перемешивают. Анализ проводят не позднее, чем через 1 час после отбора пробы. При невозможности проведения анализа в эти сроки, пробы замораживают в морозильной камере. Срок хранения проб в морозильной камере составляет не более 2 суток.

При отборе проб составляют сопроводительный документ, где указывают цель анализа, место и дату отбора пробы, должность и фамилию отобравшего пробу.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируются не менее двух параллельных проб. При выполнении измерений проводят следующие работы:

### 11.1 Проведение анализа

В пробирки вносят по 7 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют по 1 см<sup>3</sup> крови, смешивают, через 3 минуты для осаждения белков в каждую пробирку добавляют медленно по 1 см<sup>3</sup> 0,667N раствора серной кислоты и 3-4 капли ледяной уксусной кислоты. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой, после чего медленно добавляют по 1 см<sup>3</sup> 10% вольфрамата натрия и снова тщательно перемешивают. Пробы оставляют на 5 минут, затем центрифугируют при 5000 об/мин в течение 15 минут или фильтруют через двойной фильтр. Полученный центрифугат или фильтрат тщательно доводят фильтрованием до прозрачного раствора.

Для анализа в пробирки с притертыми пробками вносят 1 см<sup>3</sup> безбелкового прозрачного центрифугата или фильтрата, 1,5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, по 0,5 см<sup>3</sup> спиртового раствора 4-пиридинкарбоксильдегида и по 1 капле ледяной уксусной кислоты. Оставляют на 15 минут при комнатной температуре, после чего фотометрируют на спектрофотометре относительно пустой кюветы. Одновременно готовят контрольные (холодые) пробы.

По градуировочному графику, построенному с использованием аттестованных растворов, находят концентрацию 1,1- диметилгидразина (НДМГ) в крови в мкг в зависимости от разности оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором ( $D_0 - D_k$ ).

### 11.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость величины массовой концентрации 1,1- диметилгидразина (НДМГ) в пробе (в мкг) от разности оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором ( $D_0 - D_k$ ), устанавливают по градуировочным растворам.

Для построения градуировочного графика используют раствор крови контрольных животных, которую получают прибавлением к 7 см<sup>3</sup> дистиллированной воды 1 см<sup>3</sup> крови контрольных животных. Градуировочные растворы обрабатывают аналогично пробам, согласно п. 11.1.

Для анализа в пробирки с притертыми пробками вносят 1 см<sup>3</sup> подготовленного безбелкового прозрачного центрифугата или фильтрата (п. 11.1.) и аттестованный раствор 1,1- диметилгидразина в количествах, указанных в таблице 5. Добавляют во все пробирки

1,5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,5 см<sup>3</sup> спиртового раствора 4-пиридинкарбоксихальдегида и по 1 капле ледяной уксусной кислоты и оставляют пробы на 15 минут при комнатной температуре.

Измерения начинают с контрольной пробы, а затем переходят к замерам каждого последующего раствора. Измеряют оптическую плотность проб на спектрофотометре в кюветках с толщиной слоя 10 мм при длине волны 380 нм против пустой кюветы. Измерения проводят в течение 0,5 часа.

Необходимо провести не менее 10 измерений каждой из 7-ми концентраций НДМГ в течение нескольких дней, готовя при этом новые рабочие аттестованные растворы.

По среднеарифметическим результатам строят градуировочный график. При этом по оси абсцисс откладывают значение концентраций НДМГ в мкг, а по оси ординат - разность оптических плотностей между градуировочным и контрольным раствором ( $D_0 - D_k$ ).

Таблица 5 - Шкала стандартов для построения градуировочного графика

Состав градуировочного раствора	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Вода дистиллированная, см <sup>3</sup>	1,5	1,4	1,3	1,2	1,0	0,8	0,5
Безбелковый центрифугат, см <sup>3</sup>	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Аттестованный раствор НДМГ с концентрацией 1 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7	1,0
Спиртовой раствор 4-пиридинкарбоксихальдегида, см <sup>3</sup>	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Уксусная ледяная кислота	По 1 капле в каждую пробирку						
Содержание НДМГ в пробе, в мкг	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7	1,0
Содержание НДМГ в пробе, в мкг/см <sup>3</sup>	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7	1,0

### 11.3 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 1,1-диметилгидразина, охватывающих весь диапазон измерений и анализируют, как описано выше в п. 11.2.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого раствора следующего условия:

$$X - C \leq \Delta_{гр}$$

где:

$X$  – результат измерения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе, мкг;

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе, мкг;

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

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

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина:

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

где:

$n$  – число измерений;

$X_i$  – результат измерения содержания 1,1-диметилгидразина в  $i$ -ой пробе градуировочного раствора, мкг.

- среднее квадратическое отклонение результата измерения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в градуировочном растворе:

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

- доверительный интервал:

$$\Delta X_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t,$$

где:

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

- точность (относительная погрешность) результата измерений концентрации:

$$\delta_{\varphi} = \frac{\Delta \bar{X}_i}{X_i} \cdot 100\%$$

$$\Delta_{гр} = 0,01 \delta_{гр} C, \text{ мкг.}$$

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию 1,1-диметилгидразина (НДМГ) в крови в каждой параллельной пробе ( $X_1$  и  $X_2$ ) в мкг/см<sup>3</sup> определяют по формуле:

$$X_{1,2} = g \cdot 10, \text{ мкг/см}^3,$$

где:

$g$  - количество НДМГ, содержащееся в 1 см<sup>3</sup> центрифугата, найденное по градуировочному графику и соответствующее разности оптической плотности фактической и контрольной проб, мкг;

10 - общий объем определяемой и обрабатываемой пробы, полученной из 1 см<sup>3</sup> крови, см<sup>3</sup>.

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 превышает предела повторяемости. Значения предела повторяемости ( $r$ ) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 6.

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 6 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при измерении проб при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений 1,1-диметилгидразина, мкг/см <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
1,0 - 10,0	25

## 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 1,1-диметилгидразина 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 измерения, 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 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. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 7.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-96.

Таблица 7 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений 1,1-диметилгидразина,	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений,
---	--

мкг/см <sup>3</sup>	полученных в разных лабораториях), R, %
1,0 - 10,0	36

## 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 1,1-диметилгидразина в пробе, полученных в условиях внутрिलाбораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрिलाбораторной прецизионности ( $R_n$ ), выраженного в единицах измеряемых содержаний

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01R_n \cdot \bar{X}, \quad (10)$$

где:

$X_1, X_2$  - результаты, полученные в условиях внутрिलाбораторной прецизионности;

$\bar{X}$  - среднееарифметическое значение результатов измерений, полученных в условиях внутрिलाбораторной прецизионности;

$R_n$  - значение предела внутрिलाбораторной прецизионности.

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

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

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

Если анализ рабочей пробы показал отсутствие 1,1-диметилгидразина (на уровне предела обнаружения методики), то, в соответствии с п. 5 РМГ 76 [10], введение в рабочую пробу добавки С, соответствующей диапазону действия методики, позволяет рабочую пробу с введенной добавкой рассматривать в качестве образца для контроля с аттестованным значением С. Образец для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают результат X и сравнивают его с аттестованным значением С. При этом результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывается по формуле:

$$K_k = [X - C] \quad (11)$$

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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:

$$K_k \leq K \quad (13)$$

При невыполнении условия (13) эксперименты повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

**16 БИБЛИОГРАФИЯ**

- [1] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник / под ред. В.В. Уйба, К.В. Котенко, В.С. Кушневой.- М., ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России, 2011.
- [2] ТУ 3-3-1314-77 Спектрофотометр СФ-26 или другой спектрофотометр с аналогичными спектральными характеристиками.
- [3] ТУ 5.375-4261-76 Центрифуга лабораторная, настольная, типа ОПн-8
- [4] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор (Аквадистиллятор) ДЭ-40.
- [5] ТУ 33.1-14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02.
- [6] ТУ 64-1-2669-78 Штативы для пробирок на 40 гнезд.
- [7] ТУ 2642-001-13927158-2003 Фильтры обеззолённые «Синяя лента», «Красная лента», «Белая лента».
- [8] ТУ 6-09-50-2392-82 4-Пиридинкарбоксихальдегид (пиридин-4-альдегид, 1-водный, изоникотиновый альдегид)
- [9] РМГ 60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.
- [10] РМГ 76-2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ  
1,1-ДИМЕТИЛГИДРАЗИНА**А1 Расчет метрологических характеристик исходного раствора****А1.1 Расчет аттестованного значения**

Приготовление исходного раствора и формула расчета аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в растворе описаны в п. 9.2.5.1.

**А1.2 Расчет характеристики погрешности**

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения исходного раствора производят по формуле:

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

где:

$\alpha_{\alpha}$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$\Delta\mu$  - характеристика погрешности установления массовой доли 1,1-диметилгидразина в продукте, %  $\Delta\mu = 0,2\%$ ;

$\mu$  - массовая доля 1,1-диметилгидразина в продукте, %;

$\Delta P_1$  - характеристика погрешности взвешивания колбы с водой при установлении массы навески 1,1-диметилгидразина для приготовления исходного аттестованного раствора, мг;

$P_1$  - вес колбы с водой, мг;

$\Delta P_2$  - характеристика погрешности взвешивания колбы с водой и 1,1-диметилгидразином при установлении массы навески 1,1-диметилгидразина для приготовления исходного аттестованного раствора, мг;

$P_2$  - вес колбы с водой и 1,1-диметилгидразином, мг;

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

$V$  - объем приготовленного исходного аттестованного раствора,  $\text{см}^3$ .

## A2 Расчет метрологических характеристик основного раствора

### 1,1-диметилгидразина с массовой концентрацией 100,0 $\text{мкг}/\text{см}^3$

#### A2.1 Расчет аттестованного значения

Основной раствор готовят, как описано в п. 9.2.5.2.

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

$$a_0 = a_* \frac{V_1}{V_2}, \text{ мкг}/\text{см}^3,$$

где:

$a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе,  $\text{мкг}/\text{см}^3$ ;  $a_0 = 100 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ;

$a_*$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в исходном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

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

$V_2$  - объем приготовленного основного раствора,  $\text{см}^3$ ;  $V_2 = 50 \text{ см}^3$ .

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе составляет 100  $\text{мкг}/\text{см}^3$ .

#### A2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения основного раствора производят по формуле:

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

где:

$a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$  ( $a_0 = 100 \text{ мкг}/\text{см}^3$ );

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

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

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

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

### А3 Расчет метрологических характеристик рабочего раствора

1,1-диметилгидразина с массовой концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>

#### А3.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор готовят, как описано в п. 9.2.5.3.

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

$$a_1 = a_0 \frac{V_3}{V_4}, \quad \text{мкг/см}^3,$$

где:

$a_0$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в основном растворе, мкг/см<sup>3</sup>;  $a_0 = 100$  мкг/см<sup>3</sup>;

$V_3$  - объем основного раствора, отобранного для приготовления рабочего раствора, см<sup>3</sup>;  $V_3 = 1$  см<sup>3</sup>;

$V_4$  - объем приготовленного рабочего раствора, см<sup>3</sup>;  $V_4 = 100$  см<sup>3</sup>.

Аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе составляет 1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

#### А3.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе производят по формуле:

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta_0}{a_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2}, \quad \text{мкг/см}^3,$$

где:

$a_1$  - аттестованное значение массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в рабочем растворе, мкг/см<sup>3</sup> ( $a_1 = 1,0$  мкг/см<sup>3</sup>);

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

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

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

$V_4$  - объем приготовленного рабочего аттестованного раствора, 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**

**№ 222.0160/01.00258/2012**

**Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в пробах крови  
использование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,  
спектрофотометрическим 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 «ФМБЦ им. А.И.Бурназяна» ФМБА России (123182, Москва,  
ул. Живописная, 46)**

**и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России  
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц  
"Методика измерений массовой концентрации 1,1-диметилгидразина в пробах крови  
спектрофотометрическим методом", год утверждения 2012, на 27стр.**

**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  
теоретических и (или) экспериментальных исследований  
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.**

**В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений  
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563  
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 № 222.0/0160.00258 / 2012  
об аттестации методики измерений массовой концентрации  
1,1-диметилгидразина в пробах крови спектрофотометрическим методом**

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

Диапазон измерений, мкг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{11}, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R1}, \%$	Показатель правильности (граница относительной систематической погрешности методики при доверительной вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta_{C}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности методики при доверительной вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta, \%$
от 1.0 до 10.0 вкл.	9	13	5	26

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

Диапазон измерений, мкг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r, \%$	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), $R, \%$
от 1.0 до 10.0 вкл.	25	36

**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 внутрилабораторной 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