

**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ  
И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Министра

В. Ф. Костин

08 1995 г.



**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАПРОЛАКТАМА  
В СТОЧНЫХ ВОДАХ  
МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

**ПНД Ф 14.1.9-95**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 1995 г.  
(издание 2004 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом  
ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторин-  
га окружающей среды МПР России».

Протокол № 7 заседания НТС от 30.08.2004 г.

Директор



Г.М. Цветков

Разработчик:

Научно-исследовательский институт синтетического волокна с экс-  
периментальным заводом (ФГУП «ВНИИСВ»).

Адрес: 170032, г. Тверь, Московское шоссе, 157

Телефоны: (0822) 34-30-85; 49-25-57

Факс: (0822) 34-30-85

Методика предназначена для определения массовой концентрации капролактама в сточных водах в интервале массовых концентраций от 0,25 до 16,0 мг/дм<sup>3</sup>. При концентрации капролактама в пробе выше верхней границы диапазона проба разбавляется таким образом, чтобы концентрация соответствовала указанному диапазону. При концентрации капролактама в пробе ниже 4 мг/дм<sup>3</sup> проба концентрируется с помощью инфракрасной лампы или роторного испарителя.

Определению не мешают олигомеры капролактама, бензол, производные циклогексана, диметилацетамид, диметилформамид, этиленгликоль, акрилонитрил, бутанол, тетрагидрофуран, метанол.

## 1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЁ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta_c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %
От 0,25 до 16,00 вкл.	9	12	18	30

## 2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

### 2.1 Средства измерений

Газовый хроматограф типа Цвег-500, снабженный пламенно-ионизационным детектором (ДИИ), предел детектирования по пропану не превышает  $2,5 \times 10^{-8}$  мг/с, в комплекте с электронным автоматическим потенциометром типа КСП-4 (предел измерений 0-1 мВ, класс точности 0,5) или компьютером.

Колонка металлическая длиной 1 м с внутренним диаметром 3 мм -2 шт.  
Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833.106, вместимостью 10 мм<sup>3</sup>, погрешность 1 %.

Лупа (десятикратное увеличение, цена деления 0,1 мм) по ГОСТ 25706-83.

Металлическая линейка, кл. I по ГОСТ 427-75, верхний предел измерений 30 см

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, например ВЛР-200.

Гири по ГОСТ 7328-2001.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетка с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169-91.

Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169-91

Пипетка 2-2-100 по ГОСТ 29169-91

Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-1 по ГОСТ 29227-91.

Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-2 по ГОСТ 29227-91.

Пипетка градуированная 1(2,3)-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.

Пробирка градуированная П-2-10-0,1 по ГОСТ 1770-74

## 2.2 Вспомогательное оборудование

Испаритель ротационный ИР 1М2 по ТУ 25-1173.102-84.

Колба круглодонная К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336-82.

Насадка Н-1-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336-82.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336-82.

Пенициллиновая склянка по ТУ 64-2-10-68.

Стекловолокно или стекловата по ГОСТ 10727-74

Лампа накаливания инфракрасная, тип ИКЗ

## 2.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Капролактан по ГОСТ 7850-86, марка А.

Твёрдый носитель - хромосорб W-AW (60-80 меш) или хроматон N-AW (0,16-0,20 мм).

Неподвижная фаза - полиэтиленгликольадипинат, для хроматографии, чда, по ТУ 6-09-10-1309-78.

Ацетон, чда, по ГОСТ 2603-79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.

Растворители: бензол по ГОСТ 5955-75 или толуол по ГОСТ 5789-78.

Газ-носитель - азот из баллона по ГОСТ 9293-74.

Водород технический по ГОСТ 3022-80, марка Б.

Сжатый воздух для питания детектора по ГОСТ 17433-80.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным в настоящей методике.

### 3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Для измерения массовой концентрации капролактама в пробах воды используют метод газовой хроматографии с детектированием по ионизации в пламени.

### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

**4.1** При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

**4.2** Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

**4.3** Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

**4.4** Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

**4.5** При эксплуатации баллонов и установок со сжатыми газами требуется соблюдать "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" ПБ 10-115-96, утвержденные постановлением Госгортехнадзора России от 18.04.95 № 20.

### 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, изучивших методику выполнения измерений и владеющих техникой работы на используемых при этом средствах измерений и оборудовании.

### 6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5) °С.
- относительная влажность не более 85 % при t = 25 °С.
- атмосферное давление (84 - 106) кПа.
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.
- напряжение в сети (220 ± 22) В.
- содержание агрессивных веществ в воздухе рабочего помещения не должно превышать санитарные нормы.

## 7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 7.1 Отбор и хранение проб воды

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб". Пробы отбираются в стеклянную посуду с притертой стеклянной или тефлоновой пробкой. Объем пробы не менее 500 см<sup>3</sup>. Отобранные пробы воды сохраняются в холодильнике не более суток.

### 7.2 Подготовка сорбента

Взвешивают необходимое для заполнения хроматографических колонок количество (7 - 10 г) твердого носителя - хромосорба W-AW или хроматона N-AW. Неподвижную фазу (полиэтиленгликольадипинат) в количестве 20 % от массы твердого носителя взвешивают, переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в ацетоне (70 - 100 см<sup>3</sup>). Затем в колбу с раствором жидкой фазы высыпают взвешенный твердый носитель. С помощью насадки присоединяют колбу к водоструйному насосу и удаляют растворитель, непрерывно перемешивая сорбент осторожным встряхиванием. Растворитель полностью выпаривают до сыпучего состояния сорбента, нагревая колбу на водяной бане.

### 7.3 Подготовка колонок

Металлические колонки промывают бензолом или толуолом, затем ацетоном или этиловым спиртом и сушат в токе сухого инертного газа или воздуха.

Хроматографическую колонку заполняют небольшими порциями приготовленного сорбента, присоединив конец колонки с пробочкой из стекловаты к насосу. Для лучшего уплотнения сорбента колонку постукивают деревянной палочкой.

Заполненную колонку кондиционируют в термостате хроматографа при температуре 180°C в течение 10-12 часов в токе газа-носителя, не присоединяя выход колонки к детектору. Затем колонку охлаждают, присоединяют к детектору, выводят хроматограф на рабочий режим и проверяют стабильность нулевой линии.

Для оценки качества заполнения колонки рассчитывают ее эффективность по формуле

$$N = 5,54(t_{уд}/W_{1/2})^2$$

где N - число теоретических тарелок, определяющее эффективность колонки;

$t_{уд}$  - время удерживания капролактама (расстояние от точки ввода пробы до максимума пика), мм;

$W_{1/2}$  - ширина пика капролактама на половине его высоты, мм.

Для расчета используют хроматограмму градуировочного раствора с концентрацией, соответствующей первой точке градуировочного графика. Эффективность колонки должна быть не менее 550.

#### **7.4 Подготовка хроматографа**

Хроматограф готовят к работе согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

#### **7.5 Градуировка хроматографа**

##### ***7.5.1 Приготовление основного градуировочного раствора капролактама с массовой концентрацией 400 мг/дм<sup>3</sup>***

Для приготовления основного градуировочного раствора капролактама с массовой концентрацией 400 мг/дм<sup>3</sup> навеску капролактама массой 0,040 г растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Содержимое доводят до метки водой и перемешивают.

##### ***7.5.2 Приготовление градуировочных растворов***

Для градуировки прибора готовят градуировочные растворы капролактама в дистиллированной воде из приготовленного по п.7.5.1 основного раствора капролактама.

Для этого 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> основного раствора капролактама помещают градуированными пипетками вместимостью 1, 2 и 5 см<sup>3</sup> в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Доводят содержимое колб до метки дистиллированной водой. Получают серию растворов с массовой концентрацией капролактама 4,0; 8,0; 16,0; 20,0 и 40,0 мг/дм<sup>3</sup>.

##### ***7.5.3 Построение градуировочного графика***

Градуировка состоит в построении градуировочного графика зависимости площади пика от массовой концентрации капролактама в градуировочном растворе. С этой целью 5 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора, приготовленного по п.7.5.2, вводят в хроматограф и записывают хроматограммы в условиях:





## 7.6 Подготовка пробы

### 7.6.1 Концентрирование

Хроматографическое определение капролактама при его содержании в пробе в количестве  $4 \text{ мг/дм}^3$  проводят после концентрирования раствора путем упаривания.

Упаривание на ротационном испарителе. В колбу ротационного испарителя вместимостью  $500 \text{ см}^3$  помещают пипеткой  $50, 100 \text{ см}^3$  пробы воды. Колбу присоединяют к испарителю, включают водоструйный насос и проводят упаривание пробы при температуре бани  $60 - 65^\circ\text{C}$  досуха. По окончании упаривания в колбу пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$  вносят  $5 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, осторожно и тщательно обмывают стенки и дно колбы. Полученный раствор при необходимости фильтруют через бумажный фильтр и дозируют в хроматограф.

Упаривание под инфракрасной лампой. В стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают пипеткой  $50, 100 \text{ см}^3$  сточной воды. Лампу закрепляют над стаканом на такой высоте, чтобы не происходило выпаривания раствора. Упаривание проводят до объема не менее  $3 \text{ см}^3$ . Упаренную пробу количественно переносят в градуированную пробирку, доводят водой до  $5 \text{ см}^3$  и хроматографируют.

### 7.6.2 Разбавление

Хроматографическое определение капролактама, содержащегося в пробе в количестве выше диапазона измерения, проводят после разбавления раствора таким образом, чтобы концентрация соответствовала указанному диапазону. С этой целью аликвоту сточной воды помещают в мерную колбу и доводят дистиллированной водой до метки. Однократное разбавление не должно превышать 200 раз.

## 8 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

$5 \text{ мм}^3$  пробы воды, подготовленной по 7.6, вводят в хроматограф микрошприцом через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму пробы в условиях п. 7.5.3.

Образец хроматограммы приведен на рис. 1 (Приложение А).

## 9 ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Вычисляют площадь пика и по полученному значению площади пика по градуировочному графику находят массовую концентрацию (X) капролактама в анализируемой пробе в миллиграммах на кубический дециметр.

Результат измерения следует выражать двумя значащими цифрами. При промежуточных вычислениях результат выражают тремя значащими цифрами.

За результат анализа ( $X$ ) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$

$$X = 1/2(X_1 + X_2),$$

для которых выполняется следующее условие

$$|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2) / 200 \quad (1)$$

где  $r$  — предел повторяемости, значения которого приведены в табл. 2

Таблица 2

Значение предела повторяемости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) $r$ , %
От 0,25 до 16 вкл.	26

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значение предела воспроизводимости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$ , %
От 0,25 до 16 вкл.	34

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

## 10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа  $X$  в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X \pm \Delta$ ,  $P=0,95$ , где  $\Delta$  - показатель точности методики. Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,30 X$ .

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$X \pm \Delta_n$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_n < \Delta$ , где

$X$  - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

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

**П р и м е ч а н и е** - При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

## 11 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

### **Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы**

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X'' + X' - X - C_0|$$

где  $X$  - результат анализа массовой концентрации капролактама в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9;

$X'$  - результат анализа массовой концентрации капролактама в пробе, разбавленной в два раза - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9,

$X''$  - результат анализа массовой концентрации капролактама в пробе, разбавленной в два раза с добавкой капролактама - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9,

$C_0$  - величина введенной добавки.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,х}^2 + \Delta_{л,х'}^2 + \Delta_{л,х''}^2}$$

где  $\Delta_{л,х}$ ,  $\Delta_{л,х'}$ ,  $\Delta_{л,х''}$  - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации капролактама в исходной пробе, в разбавленной пробе и в разбавленной пробе с добавкой соответственно.

**П р и м е ч а н и е** - Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_n = 0.84 \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

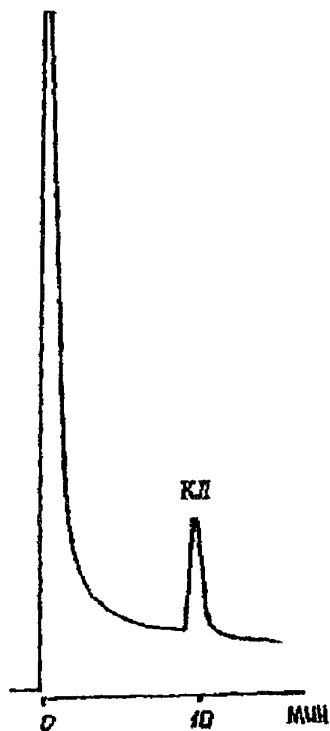


Рис. 1.

Определение капролактама (КЛ) в сточных водах. ( $C=0,2 \text{ мг/дм}^3$ .)

# ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620219, Екатеринбург,  
ГСП-824,  
ул. Космонавтов, 4, каб. 224

Факс: (3432) 502-117  
Телефон: (3432) 502-295  
E-mail: [rapova@nauim.ru](mailto:rapova@nauim.ru)

«THE URALS RESEARCH  
INSTITUTE FOR  
METROLOGY» -  
STATE SCIENTIFIC  
METROLOGICAL CENTRE

Dept. 224, 4, Kosmonavtyskaya Str.,  
620219, GSP-824, Ekaterinburg,  
Russia

Факс: (3432) 502-117  
Phone: (3432) 502-295  
E-mail: [rapova@nauim.ru](mailto:rapova@nauim.ru)

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.191 / 2004

## CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации капролактама в сточных водах методом газо-жидкостной хроматографии, разработанная ФГУП «ВНИИСВ» (г. Тверь).

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_R$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta_p$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta$ , %
от 0.25 до 16.00 вкл.	9	12	18	30

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.25 до 16.00 вкл.	26	34

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 среднее квадратического отклонения повторяемости, среднее квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

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

4. Дата выдачи свидетельства 11.06.2004 г.

Срок действия до 11.06.2009 г.

Зам. директора по научной работе



И.Е.Добровинский



2733

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

**СВИДЕТЕЛЬСТВО**

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.11.149/2009

Методика выполнения измерений

массовой концентрации капролактама в

наименование измеряемой величины, объекта

сточных водах методом газо-жидкостной хроматографии,

и метода измерений

разработанная ФГУП «ВНИИСВ» (г. Тверь),

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов

по разработке методики выполнения измерений

вид работ метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

С.В. Медведевских

Зав. лабораторией

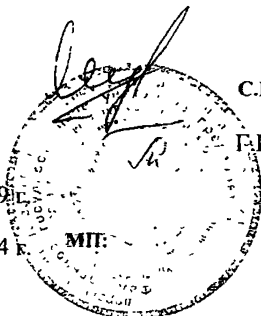
Г.И. Терентьев

Дата выдачи:

12.11.2009 г.

Срок действия:

12.11.2014 г.



**Приложение к свидетельству № 223.1.01.11.149/2009  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой концентрации капролактама в сточных водах  
методом газо-жидкостной хроматографии**

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель точности <sup>2</sup> (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta, \%$
От 0,25 до 10 включ.	12	15	30
Св. 10 до 16 включ.	10	12,5	25

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r, \%$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $R, \%$
От 0,25 до 10 включ.	34	42
Св. 10 до 16 включ.	28	35

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 оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

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

Старший научный сотрудник  
лаборатории 223  
ФГУП «УНИИМ»

*Погорелая*

О.В.Кочергина

<sup>2</sup> соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата  $k=2$