МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ
И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____В.Ф.Костин
08 _____1995г.

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.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Протокол № 7 заседания НТС от 30.08.2004 г.

Директор  Г.М. Цветков

Разработчик:
Научно-исследовательский институт синтетического волокна с экспериментальным 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^3. 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^3 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^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_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 Цвет-500, снабженный пламенно-ионизационным детектором (ДИП), предел детектирования по пропану не превышает 2,5 × 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^3, погрешность 1 %.
Лупа (десятикратное увеличение, цена деления 0,1 мм) по ГОСТ 25706-83.
Металлическая линейка, кл.1 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.
Капролактам 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 $см^3$. 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 $см^3$ и растворяют в ацетоне (70 - 100 $см^3$). 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°С в течение 10-12 часов в токе газа-носителя, не присоединяя выход колонки к детектору. Затем колонку охлаждают, подсоединяют 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^3

Для приготовления основного градуировочного раствора капролактама с массовой концентрацией 400 мг/дм^3 навеску капролактама массой 0,040 г растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. 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^3 основного раствора капролактама помещают градуированными пипетками вместимостью 1, 2 и 5 см^3 в мерные колбы вместимостью 100 см^3. 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^3.

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^3 каждого градуировочного раствора, подготовленного по п.7 5.2, вводят в хроматограф и записывают хроматограммы в условиях:

температура, °С, колонки	170
испарителя	200
расход, $см^3$/мин, газа-носителя азота	60
водорода	50
воздуха	500
скорость диаграммной ленты, мм/ч	200
предел измерений, А	20×10^{-12}
объем анализируемой пробы, $мм^3$	5
ориентировочное время удерживания капролактама, с	775

Снимают пять хроматограмм для каждого градуировочного раствора.

Измеряют площадь пика, как произведение высоты пика на его ширину на половине высоты. Высоту пика измеряют линейкой с точностью до 0,1 см, ширину - измерительной лупой с точностью до 0,01 см.

Относительное расхождение максимального и минимального значений площади пика капролактама не должно превышать 40 %.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее значение площади пика.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию капролактама в миллиграммах на кубический дециметр, по оси ординат - соответствующее ей значение площади пика в квадратных сантиметрах. При компьютерной обработке данных градуировочного графика методом наименьших квадратов рассчитывают угловой коэффициент b′ уравнения вида $y = b'x$.

Градуировочный график проверяют один раз в смену или перед началом работы, а также после смены узлов хроматографа. Для этого в хроматограф вводят градуировочный раствор с минимальной концентрацией капролактама, подготовленный по 7.5.2 и выполняют измерения в точном соответствии с прописью методики. Результат анализа не должен отличаться от концентрации градуировочного раствора более, чем на 20%. При невыполнении этого условия прибор переградуируют.

Режим работы при проведении градуировки прибора и анализах должен быть одинаковым.

7.6 Подготовка пробы

7.6.1 Концентрирование

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

Упаривание на ротационном испарителе. В колбу ротационного испарителя вместимостью 500 см^3 помещают пипеткой 50, 100 см^3 пробы воды. Колбу присоединяют к испарителю, включают водоструйный насос и проводят упаривание пробы при температуре бани 60 - 65 °С досуха. По окончании упаривания в колбу пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят 5 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 см^3 помещают пипеткой 50, 100 см^3 сточной воды. Лампу закрепляют над стаканом на такой высоте, чтобы не происходило выкипания раствора. Упаривание проводят до объёма не менее 3 см^3. Упаренную пробу количественно переносят в градуированную пробирку, доводят водой до 5 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 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 (Х) 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

$$|X_1 - X_2| \le r(X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

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

Таблица 2

Значение предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	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^3	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 Δ - показатель точности методики. Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}30\,X$.

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

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

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

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

Примечание - 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 $К_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = |X'' + X' - X - C_д|$$

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,

$Сд$ - величина введённой добавки.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \sqrt{\Delta^2_{л.X} + \Delta^2_{л.X'} + \Delta^2_{л.X''}}$$

где $\Delta_{л.X}$, $\Delta_{л.X'}$, $\Delta_{л.X''}$ - 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.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0.84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$К_к \leq К \qquad (2)$$

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

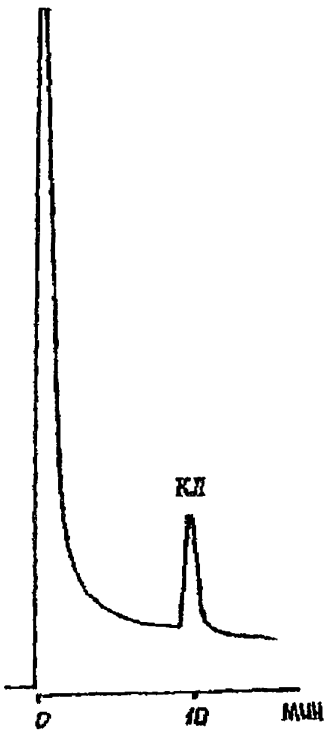


Рис.1.

Определение капролактама (КЛ) в сточных водах. (С=0,2 мг/дм^3,)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: paneva@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail: paneva@uniim.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^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_0$, %	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^3	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 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 среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.
Процедуры контроля стабильности результатов [illegible] 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. **МП.**

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская,4
тел.· (343) 350-26-18, факс· (343) 350-20-39. E-mail: unim@unim ru

ЕТРОН

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^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности[2] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,%
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^3	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» — О.В.Кочергина

gost.e-ecolog.ru

[2] соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k =2