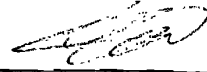


УТВЕРЖДАЮ

Зам. Генерального директора ЗАО "РОСА"



А.В.ЧАМАЕВ

" 23 " ноября 199 9 г.

ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

№ 2

Отдел: Физико-химических методов анализа
Сектор: Хроматографии
Шифр НД на МВИ: НДП 30.2:3.2-95
Наименование НД на МВИ: Методика выполнения измерений концентраций капролактама в природных и сточных водах методом ГХ.

Вносимые изменения:

- Введение (стр. 2) — 1-й абзац изложить в следующей редакции: "Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них содержания капролактама в диапазоне концентраций от 0,1 до 5,0 мг/л.
- п.1. (разд. "Нормы точности измерений") — изложить в следующей редакции: "Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений с погрешностью в диапазоне концентраций от 0,1 до 1,0 мг/л $\pm 26\%$, от 1,0 до 5,0 мг/л $\pm 20\%$ при доверительной вероятности 0,95.
- п.8.4. (разд. "Приготовление аттестованных растворов") — 4-й абзац изложить в следующей редакции: "Градуировочные растворы капролактама с концентрациями 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 мг/л готовят разбавлением рабочего градуировочного раствора бидистиллированной водой. Для этого в 6 мерных колб вместимостью 100 мл отбирают соответственно 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 мл рабочего градуировочного раствора и доводят объем до метки".
- п.8.5 (разд. "Установление градуировочной характеристики") — 4-й абзац изложить в следующей редакции: "Процедуру градуировки повторяют для каждого из 6

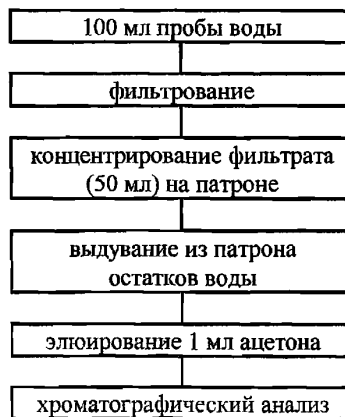
градуировочных растворов. При этом получают по 6 значений факторов отклика RF”.

п.9.2 (разд. “Подготовка пробы и выполнение измерений”) —изложить в следующей редакции:

100 мл анализируемой воды фильтруют сначала через бумажный фильтр, а затем через мелкопористый фильтр. Затем 50 мл отфильтрованной пробы пропускают с помощью шприца через патроны “Диapak” со скоростью приблизительно 5 мл/мин. Остатки воды выдувают током воздуха и элюируют 1 мл ацетона. В испаритель хроматографа вводят 2 мкл полученного ацетонового элюата”.

Капролактамы идентифицируют по времени удерживания в соответствии с градуировкой. В случае, когда концентрация определяемого соединения в пробе выше, чем верхний предел диапазона измерений, пробу следует разбавить и провести измерение концентрации разбавленной пробы. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

Блок-схему анализа (Приложение 1) заменить на:



Начальник сектора хроматографии

Начальник отдела контроля качества

Н.М. СТРАХОВА
Н.М. СТРАХОВА
" 22 " декабря 1999 г.

А.В. КАРТАШОВА
А.В. КАРТАШОВА
" 22 " декабря 1999 г.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора ЗАО "РОСА"

А.В.ЧАМАЕВ

" 23 " декабря 1999 г.

АКТ

выполнения экспериментальных исследований

Отдел: Физико-химических методов анализа
Сектор: Хроматография
Шифр НД на МВИ: НДП 30.2:3.2-95
Наименование НД на МВИ: Методика выполнения измерений концентраций капролактама в природных и сточных водах.

Цель проведения исследований: Расширение диапазона измеряемых концентраций капролактама в области нижней точки диапазона.

Выполненные работы: Доработка методики и оценка погрешности измерений в расширенном диапазоне. Данные получены с использованием природной и сточной воды.

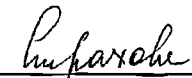
Результаты экспериментальных исследований:

№ п/п	Концентрация исходная, мг/дм ³	Концентрация измеренная, мг/дм ³	Погрешность, %
1	0,1	0,11	+10
2	0,1	0,09	-10
3	0,1	0,08	-20
4	0,1	0,09	-10
5	0,1	0,09	-10
6	0,1	0,10	0
7	0,1	0,11	+10
8	0,1	0,12	+20
9	0,1	0,09	-10
10	0,1	0,10	0
11	0,1	0,09	-10
12	0,1	0,09	-10
13	0,1	0,11	+10
14	0,1	0,11	+10
15	0,1	0,09	-10
16	0,1	0,09	-10
17	0,2	0,19	-5
18	0,2	0,25	+25
19	0,2	0,18	-10
20	0,2	0,18	-10
21	0,3	0,3	0
22	0,3	0,36	+20
23	0,3	0,32	+7

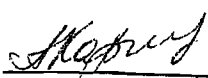
24	0.3	0.28	-7
25	0.3	0.28	-7
26	0.3	0.32	+7
27	0.3	0.28	-7
28	0.3	0.28	-7
29	0.3	0.34	+13
30	0.4	0.47	+18
31	0.4	0.42	+5
32	0.4	0.34	+13
33	0.4	0.38	-5
34	0.4	0.42	+5
35	0.5	0.45	-10
36	0.5	0.46	-8
37	0.5	0.53	+6
38	0.5	0.49	-2
39	0.5	0.55	+10
40	1.0	1.1	+10
41	1.0	1.1	+10
42	1.0	0.9	-10
43	1.0	0.9	-10
44	2.0	1.9	-5
45	2.0	2.0	0
46	2.0	2.1	+5
47	2.0	1.9	-5
48	3.0	2.8	-7
49	3.0	3.3	+10
50	3.0	2.9	-3
51	3.0	3.5	+17
52	4.0	3.6	-10
53	4.0	3.8	-5
54	4.0	4.1	+3
55	4.0	4.6	+15
56	5.0	5.2	+4
57	5.0	5.0	0
58	5.0	4.6	-8
59	5.0	5.3	+6

Заключение: Погрешность измерений не превышает 26% во всем диапазоне измеряемых концентраций, включая расширяемую область (0,1 — 0,5 мг/л).

Начальник сектора хроматографии


 Н.М. СТРАХОВА
 " 22 " декабря 199 9 г.

Начальник отдела контроля качества


 А.В. КАРТАШОВА
 " 22 " декабря 199 9 г.