ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.1046— 2025

Государственная система обеспечения единства измерений

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ В ОБЛАСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным учреждением «Научно-исследовательский центр прикладной метрологии — Ростест» (ФБУ «НИЦ ПМ — Ростест»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 053 «Основные нормы и правила по обеспечению единства измерений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 октября 2025 г. № 1261-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 2
4 Общие положения 3
5 Проведение испытаний реактива на соответствие требованиям нормативного документа, устанавливающего показатели качества реактива 4
6 Контроль качества реактива по процедуре контроля точности КХА 4
7 Контроль реактивов способом внутрилабораторного контроля точности 6
8 Контроль реактивов с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения 9
9 Контроль реактивов по результатам проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний 10
10 Оформление результатов контроля реактивов 10
Приложение А (рекомендуемое) Формы журналов контроля реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения 11
Библиография 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ В ОБЛАСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

State system for ensuring the uniformity of measurements. Quality control of chemical reagents in the field of nuclear energy use

Дата введения — 2026—02—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на реактивы отечественного и зарубежного производства с истекшим сроком хранения (годности), в том числе гарантийным сроком хранения (годности).

1.2 Настоящий стандарт предназначен для лабораторий, выполняющих измерения показателей состава и свойств веществ, материалов, продукции, объектов окружающей (природной) среды по аттестованным методикам (методам) измерений, в том числе изложенным в документах по стандартизации.

1.3 Стандарт устанавливает требования к процедурам контроля качества химических реактивов, включая продление их срока хранения, в том числе при проведении внутреннего контроля качества измерений в измерительных и испытательных лабораториях организаций, осуществляющих деятельность в области использования атомной энергии.

1.4 Стандарт может быть применен при выяснении причин неудовлетворительных результатов внутреннего контроля качества измерений по ГОСТ Р 8.984, вызванных качеством применяемых реактивов.

1.5 Положения стандарта не распространяются на реактивы, применяемые для оценки показателей качества других реактивов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3885 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ Р 8.932 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к методикам (методам) измерений в области использования атомной энергии. Основные положения

ГОСТ Р 8.984 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества измерений в области использования атомной энергии

ГОСТ Р 8.997 Государственная система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик измерений в области использования атомной энергии

ГОСТ Р 8.1003 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестованные объекты в области использования атомной энергии. Порядок разработки и аттестации

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **гарантийный срок хранения [годности] реактива:** Период времени, до истечения которого реактив при соблюдении установленных условий хранения сохраняет показатели качества, указанные изготовителем в сопроводительном документе на реактив или в технических условиях на реактив.

Примечания

1 Под словосочетанием «срок хранения», указанным в паспорте (аналитическом паспорте, паспорте качества), сопровождающем партию реактива при получении от поставщика, следует понимать гарантийный срок хранения.

2 Истечение гарантийного срока хранения не означает, что реактив не пригоден для использования по назначению при условии положительных результатов контроля его качества.

3.1.2

стандартный образец: Образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала).

[[1], пункт 22 статьи 2]

3.1.3

количественный химический анализ: Экспериментальное количественное определение в объекте анализа (веществе, материале) содержания (массовой концентрации, массовой доли, объемной доли и т. п.) одного или нескольких компонентов химическими, физико-химическими, физическими методами.

Примечание — Результат КХА — установленное содержание компонента вещества в пробе, выраженное в единицах физических величин, допущенных к использованию в стране, с указанием характеристик его погрешности (неопределенности) или их статистических оценок. Результат КХА представляет собой разновидность результата измерений.

[[2], пункт 3.1]

3.1.4

методика количественного химического анализа: Методика (метод) измерений, обеспечивающая получение результатов измерений величин, характеризующих состав исследуемого (анализируемого) объекта.

Примечания

1 В области использования атомной энергии под МКХА понимаются методики (методы) измерений характеристик состава (химического, изотопного, фазового и т. д.).

2 Для МКХА наряду с терминами «измерение», «результат измерения» допускается применение терминов «анализ», «результат анализа».

[ГОСТ Р 8.932—2022, пункт 3.1.13]

3.1.5

нормативные документы: Документы, устанавливающие нормы и требования к продукции и параметрам технологических процессов в области использования атомной энергии.

[ГОСТ Р 8.1015—2022, пункт 3.1.5]

3.1.6

среднее квадратическое отклонение: Параметр функции распределения измеренных значений или показаний, характеризующий их рассеивание и равный положительному корню квадратному из дисперсии этого распределения.

[[2], пункт 5.18]

3.1.7

показатель точности измерений: Установленная характеристика точности любого результата измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений.

Примечание — В качестве показателя точности методики измерений могут быть использованы характеристики погрешности измерений в соответствии с [3], показатели неопределенности измерений в соответствии с [4], показатели точности по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

[ГОСТ Р 8.563—2009, пункт 3.4]

3.1.8 **характеристики систематической составляющей погрешности; показатели правильности:** Границы интервала ($\theta_{сн}$, $\theta_{св}$; далее — $\theta_с$), в котором систематическая составляющая погрешности измерений находится с заданной вероятностью P.

3.1.9 **интервальная оценка погрешности:** Границы интервала ($\Delta_н$, $\Delta_в$; далее — Δ), в котором погрешность измерений находится с заданной вероятностью P.

Примечание — Оценка Δ также может именоваться «суммарной погрешностью».

3.1.10 **межлабораторные сличительные (сравнительные) испытания:** Организация, выполнение и оценка результатов измерений или испытаний с использованием одного и того же реактива двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями.

3.1.11 **срок хранения [годности] реактива:** Период времени, до истечения которого реактив при соблюдении установленных условий хранения сохраняет показатели качества, полученные по результатам проверки пригодности к применению, выполняемой при истечении гарантийного срока хранения.

3.1.12 **аттестованная смесь:** Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации значениями величин, характеризующих состав смеси.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

КХА — количественный химический анализ;

МКХА — методика количественного химического анализа;

МСИ — межлабораторные сличительные (сравнительные) испытания;

НД — нормативные документы (технические условия на реактив, паспорт реактива, сертификат качества на реактив, свидетельство об аттестации реактива);

СКО — среднее квадратическое отклонение;

СО — стандартный образец.

4 Общие положения

4.1 Контроль качества реактивов проводится с целью проверки их годности для проведения КХА по аттестованным методикам измерений, в том числе изложенным в документах по стандартизации.

4.2 Контроль качества реактива может быть осуществлен по результатам:

- испытаний на соответствие требованиям НД, устанавливающего показатели качества реактива (например, технические условия на реактив);

- контроля точности выполнения КХА по методике измерений, в которой используется реактив с истекшим сроком хранения.

4.3 Контролируемые реактивы должны находиться в потребительской таре, соответствующей требованиям ГОСТ 3885, в том числе иметь этикетку, предусмотренную ГОСТ 3885. После проверки пригодности реактива на тару должна быть наклеена этикетка с указанием нового срока хранения или даты очередного контроля реактива.

4.4 Порядок организации работ по проверке качества реактивов, а также используемые при этом алгоритмы следует отражать в руководстве по качеству лаборатории или в отдельном документе системы менеджмента лаборатории.

4.5 Использование реактивов с продленным сроком хранения должно быть прекращено в случае:

- получения рекламаций по химическому составу контролируемых объектов, если установлено, что причиной рекламации явилось использование реактива с продленным сроком хранения;

- неудовлетворительных показателей внутреннего контроля качества измерений по ГОСТ Р 8.984 (для всех МКХА, предусматривающих использование данного реактива).

4.6 Основанием для возобновления использования реактивов с продленным сроком хранения является устранение причин отрицательных результатов внутреннего контроля качества измерений по ГОСТ Р 8.984 и проведение мероприятий, обеспечивающих требуемую достоверность аналитического контроля, или установление того факта, что случаи, указанные в 4.5, не связаны с реактивами.

4.7 При отсутствии информации о методах испытаний, применяемых для контроля качества реактивов при выпуске из производства, текущая оценка показателей качества реактива может проводиться лабораторией в соответствии с методами испытаний, установленными действующими НД, или по аттестованным методикам измерений показателей качества реактивов.

5 Проведение испытаний реактива на соответствие требованиям нормативного документа, устанавливающего показатели качества реактива

5.1 Испытания реактива на соответствие требованиям НД проводится, если на реактив с истекшим гарантийным сроком хранения имеются технические условия и в лаборатории имеются условия (средства измерений, реактивы и т. п.) для проверки его качества. При этом испытания реактива должны осуществляться по методике, изложенной в НД на реактив, с выполнением общих указаний по проведению испытаний.

5.2 При положительных результатах испытаний срок хранения реактива может быть продлен на срок хранения, указанный в НД на данный реактив.

5.3 Для реактивов, выпущенных согласно соответствующим НД и прошедших по истечении гарантийного срока хранения контроль в соответствии с разделами 6—9, дополнительная проверка по методикам, изложенным в НД на этот реактив, не требуется.

5.4 Проверка соответствия реактива требованиям НД может быть выполнена в лаборатории, применяющей реактив, либо в иной лаборатории, компетентность которой подтверждена оценкой состояния измерений [5] или аккредитацией в национальной системе аккредитации [6] с соответствующей областью.

6 Контроль качества реактива по процедуре контроля точности КХА

6.1 Контроль качества реактива проводят по аттестованным в соответствии с требованиями приказа [7] методикам измерений, а также методикам измерений, изложенным в документах по стандартизации, соответствующим требованиям ГОСТ Р 8.932 с метрологическими характеристиками, соответствующими ГОСТ Р 8.997 с учетом особенностей, установленных в пункте 7.6 приказа [8], в которых используется проверяемый реактив.

6.2 Контроль качества реактивов проводят одним из следующих способов:

а) методом добавок;

б) с использованием контрольной методики;

в) с использованием СО и аттестованных смесей;

г) с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения;

д) по результатам МСИ.

6.3 Контролю подлежат реактивы, участвующие в расчетах метрологических характеристик или оказывающие влияние на результаты измерений, получаемые по методике измерений.

Примечание — К числу указанных реактивов относятся реактивы, используемые для приготовления аттестованных смесей и растворов, применяемые для построения градуировочных зависимостей, установления массовой концентрации растворов титрантов, контроля правильности измерений методом добавок и т. п.

6.4 Контроль реактивов с истекшим сроком хранения, не указанных в 6.3, проводится непосредственно перед их применением. Такие реактивы считаются пригодными к применению в соответствии с МКХА при положительных результатах контроля на основе воспроизведения аттестованных характеристик СО, образцов для контроля или аттестованных смесей.

6.5 При положительных результатах контроля руководитель лаборатории/участка устанавливает срок хранения реактива или дату проведения следующей проверки. При этом принимают во внимание данные о стабильности реактива, соответствие условий хранения реактива в лаборатории условиям, определенным в НД на реактив, гарантийный срок хранения реактива или реактивов, близких по составу и свойствам.

Примечание — При установлении лабораторией сроков хранения или даты проведения следующей проверки критерием продления срока хранения реактива может быть близость результатов контрольной процедуры ($К_к$) к нормативу контроля (К), определяемому значением показателей точности результатов измерений, установленным в лаборатории в виде характеристики погрешности МКХА. Например:

$\frac{К_к}{К} < 0,4$ — срок хранения реактива продлевается на срок хранения, указанный в НД на реактив;

$0,4 \le \frac{К_к}{К} < 0,7$ — срок хранения реактива продлевается на половину срока хранения, указанного в НД на реактив;

$0,7 \le \frac{К_к}{К} \le 1,0$ — срок хранения реактива продлевается на 1/3 срока хранения, указанного в НД на реактив;

$\frac{К_к}{К} > 1,0$ — срок хранения реактива не продлевается,

где $К_к$ — разность между значением определяемой характеристики, приведенной в НД на реактив, и измеренным значением;

К — значение показателей точности результатов измерений, определяемое по соответствующему методу.

6.6 Если в лаборатории реактив используется в нескольких МКХА, основанных на различных методах измерений, проверку проводят по методике измерений, обеспечивающей наименьшую погрешность измерений.

6.7 Одновременно по одной и той же методике проверку пригодности к применению возможно проводить только для одного реактива. При этом все остальные используемые в методике реактивы на момент проверки должны иметь неистекший срок хранения (гарантийный или установленный в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

Примечания

1 Допустима одновременная проверка пригодности к применению нескольких реактивов по одной методике, если их используют для получения результатов измерений только по этой методике. При этом установленный лабораторией срок хранения реактивов не должен превышать минимальный из гарантийных сроков хранения, установленных изготовителями для контролируемых реактивов.

2 Если реактив используется в нескольких методиках, но при этом его аналитическое назначение разное, то контроль пригодности реактива проводят по каждой методике. Если аналитическое назначение реактива одинаковое, но он используется для разных объектов и показателей, то контроль пригодности реактива также проводят по каждой методике.

Примеры аналитического назначения реактивов: приготовление градуировочных образцов/растворов; извлечение аналита из матрицы пробы путем экстракции, осаждения, разложения и т. п.; устранение мешающих влияний; преобразование определяемого компонента в удобную для измерений форму; обеспечение необходимого значения pH и др.

7 Контроль реактивов способом внутрилабораторного контроля точности

7.1 Внутрилабораторный контроль точности проводят одним из следующих методов:

а) методом добавок;

б) с использованием контрольной методики;

в) с использованием образцов для контроля (СО или аттестованная смесь).

Примечание — Методы внутрилабораторного контроля точности должны соответствовать алгоритмам оперативного контроля процедуры анализа в соответствии с ГОСТ Р 8.984.

7.2 Проверка пригодности реактивов к применению методом добавок

7.2.1 При проверке пригодности реактива к применению методом добавок проводят сравнение результатов измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе и в пробе, полученной в результате добавки к исходной пробе известного количества (добавки) определяемого компонента. Исходная проба должна являться реальным объектом измерений по выбранной для контроля МКХА.

7.2.2 Проверку пригодности реактива к применению методом добавок проводят с использованием не менее трех рабочих проб с разным содержанием определяемого компонента.

7.2.3 В качестве добавки необходимо использовать СО, соответствующие ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси, соответствующие ГОСТ Р 8.1003, с учетом требований приказов [8] и [9], значения аттестованных характеристик которых определяют содержание определяемого компонента по выбранной для контроля МКХА.

Также в качестве добавки можно использовать реактив с известным содержанием основного вещества.

Определяемый компонент в материале добавки, по возможности, должен быть в той же химической форме, как и в исходной пробе вещества (материала) объекта измерений, или в форме, в которую он переходит в процессе измерений.

7.2.4 Внесение добавки не должно приводить к изменению общего состава исходной пробы более чем на 30 %. Внесение добавки не должно увеличить объем или массу пробы с добавкой по отношению к исходной пробе более чем на 30 %.

7.2.5 Содержание определяемого компонента в пробе с добавкой не должно выходить за границы рабочего диапазона измерений для методики.

7.2.6 Добавка должна составлять от 50 % до 150 % от содержания компонента в пробе. Добавка должна быть такой, чтобы выполнялось условие:

$$\left| \overline{X}_{Д} - \overline{X} \right| \le \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_{Д}}}, \quad (1)$$

где $\Delta_{\overline{X}}$ — характеристика погрешности измерений, соответствующая содержанию компонента в исходной пробе;

$\Delta_{\overline{X}_{Д}}$ — характеристика погрешности измерений, соответствующая расчетному значению компонента в пробе с добавкой.

Рекомендации по определению массы (объема) вещества (материала) добавки приведены в приложении Е рекомендаций [10].

7.2.7 Результаты контроля контрольной процедуры $К_к$, и норматив контроля К определяют по формулам:

$$К_к = \left| \overline{X}_{Д} - \overline{X} - Д \right|, \quad (2)$$

$$К = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_{Д}} + \Delta^2_{д}} \ \text{(для } P = 0{,}90) \quad (3)$$

или

$$К = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_{Д}} + \Delta^2_{д}} \ \text{(для } P = 0{,}95), \quad (4)$$

где $\overline{X}_{Д}$ — средний результат контрольного измерения пробы с добавкой;

$\overline{X}$ — средний результат контрольного измерения исходной пробы;

Д — значение добавки;

$\Delta_{Д}$ — расчетная погрешность внесения добавки Д, вычисляемая по формуле (17) ГОСТ Р 8.984—2019.

Средние результаты измерений вычисляют по формулам:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \text{ и } \overline{X}_д = \frac{\sum_{j=1}^{n} X_j}{n}, \quad (5)$$

где X_i — результат контрольного измерения исходной пробы;

X_j — результат контрольного измерения пробы с добавкой.

Контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью, если выполняется неравенство $К_к \le К$.

Формулы (3) или (4) применяют в зависимости от доверительной вероятности при проведении внутрилабораторного контроля в порядке, принятом в лаборатории.

7.3 Проверка пригодности реактивов к применению с использованием контрольной методики

7.3.1 Проверка пригодности реактива к применению с использованием контрольной методики может быть проведена в том случае, если в лаборатории наряду с методикой, предусматривающей применение реактива с истекшим сроком хранения, используют методику, имеющую такое же аналитическое назначение, но не требующую применения проверяемого реактива (контрольная методика). Если в лаборатории используют несколько методик, предназначенных для измерений определяемого показателя и не предусматривающих применение проверяемого реактива, в качестве контрольной выбирают методику, обеспечивающую наименьшую погрешность измерений. Значения границ погрешности (расширенной неопределенности) контрольной методики и методики, предусматривающей применение реактива с истекшим сроком хранения, не должны различаться более чем в два раза.

7.3.2 При проверке пригодности реактива к применению с использованием контрольной методики проводят сравнение результатов измерений определяемого показателя для проб вещества (материала), являющегося объектом измерений, по каждой из методик.

7.3.3 При проведении измерений по контрольной методике используют прочие реактивы в пределах срока хранения (гарантийного или установленного в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

7.3.4 Значение определяемого показателя для объекта измерений должно находиться в диапазоне измерений обеих методик.

При проверке пригодности реактива к применению используют не менее трех проб со значениями определяемого показателя в рабочем диапазоне измерений по методике, предусматривающей применение реактива.

Результаты контроля контрольной процедуры $К_к$ и норматив контроля К определяются по формулам:

$$К_к = |\overline{X} - \overline{X}_к|, \quad (6)$$

$$К = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_к}}, \quad (7)$$

где $\overline{X}$ — средний результат измерений определяемого показателя, полученный по методике с использованием проверяемого реактива;

$\overline{X}_к$ — средний результат измерений определяемого показателя, полученный по контрольной методике;

$\Delta_{\overline{X}}$ — характеристика погрешности измерений (симметричная интервальная оценка) соответствующая результату измерений определяемого показателя по методике с использованием проверяемого реактива при вероятности P = 0,95;

$\Delta_{\overline{X}_к}$ — характеристика погрешности измерений (симметричная интервальная оценка), соответствующая результату измерений определяемого показателя по контрольной методике при вероятности P = 0,95.

Средние результаты измерений вычисляют по формулам:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \text{ и } \overline{X}_к = \frac{\sum_{j=1}^{n} X_{кj}}{n}, \quad (8)$$

где X_i — результат измерений определяемого показателя, полученный по методике с использованием проверяемого реактива;

$X_{кj}$ — результат измерений определяемого показателя, полученный по контрольной методике.

7.3.5 Контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью, если выполняется неравенство $К_к \le К$.

7.4 Контроль реактивов с использованием стандартных образцов или аттестованных смесей

7.4.1 При проведении контроля реактивов должны использоваться СО, соответствующие ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси, соответствующие ГОСТ Р 8.1003, с учетом требований приказов [8] и [9], близкие по составу и (или) свойствам объекту измерений (испытаний), определенному в назначении и (или) области применения методики.

7.4.2 СО или аттестованные смеси должны удовлетворять следующим требованиям:

а) аттестованная характеристика является определяемым показателем по соответствующей МКХА;

б) аттестованное значение находится в рабочем диапазоне измерений для соответствующей МКХА;

в) значения границ погрешности (расширенной неопределенности) аттестованного значения объекта измерений (испытаний) не превышают 1/3 значения установленного показателя точности измерений.

7.4.3 При проведении контроля реактивов выполняют n параллельных определений с точным соблюдением правил приготовления растворов и алгоритма выполнения, предусмотренных соответствующей МКХА.

7.4.4 В случае, если систематическая составляющая погрешности МКХА $\theta_с$ (показатель правильности) незначима, контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью, если выполняется неравенство

$$\left|\overline{X} - C_0\right| \le \frac{2\sigma_в(\dot{\Delta})}{\sqrt{n}}, \quad (9)$$

где C_0 — значение аттестованной характеристики СО или аттестованной смеси;

$\sigma_в(\dot{\Delta})$ — СКО, характеризующее «полную» воспроизводимость результатов по МКХА.

Примечание — Значение $\sigma_в(\dot{\Delta})$ берется в точке диапазона, соответствующей аттестованному значению СО. Это условие должно выполняться и во всех остальных случаях, рассмотренных в настоящем стандарте.

$\overline{X}$ — среднее значение результатов воспроизведения аттестованных характеристик СО или аттестованной смеси.

$\overline{X}$ вычисляют по формуле

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \quad (10)$$

где X_i — результат единичного параллельного измерения значения аттестованной характеристики СО или аттестованной смеси;

n — число параллельных определений значения аттестованной характеристики СО или аттестованной смеси, регламентируемых МКХА.

Примечания

1 Систематическая составляющая погрешности методики θ_c считается незначимой, если выполняется неравенство

$$\theta_c \le \frac{1}{3}\left(2\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right)\right).$$

2 Если в МКХА приводятся границы интервала ($\Delta_н$, $\Delta_в$), в которых погрешность МКХА находится с принятой вероятностью P и они симметричны, т. е. $|\Delta_н| = |\Delta_в| = \Delta$, то неравенство (9) принимает вид

$$\left|\overline{X} - C_0\right| \le \frac{\Delta}{2},$$

где погрешность измерений по МКХА в точке $C = C_0$.

7.4.5 В случае, если систематическая составляющая погрешности методики θ_c, значима, то контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью при условии выполнения неравенства

$$\left|\overline{X} - C_0\right| \le \sqrt{\left\{\left(\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right)\right)^2 + \frac{\theta_c^2}{3}\right\}}. \quad (11)$$

8 Контроль реактивов с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения

8.1 При отсутствии требуемых СО контроль годности реактивов можно проводить с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения.

При проведении контроля данным способом выполняют *n* параллельных определений воспроизведения содержания определяемого компонента с использованием контролируемых реактивов и реактивов с неистекшим сроком хранения, с точным соблюдением правил приготовления растворов и алгоритмов выполнения КХА, предусмотренных соответствующей МКХА.

8.2 В случае, если систематическая составляющая погрешности методики θ_c незначима, контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью при условии выполнения неравенства

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le \sqrt{\left(\frac{2\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right)}{\sqrt{n}}\right)^2 + \left(\frac{2\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right)}{\sqrt{n}}\right)^2} = \sqrt{2\left(\frac{2\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right)}{\sqrt{n}}\right)^2} = \frac{2\cdot\sqrt{2}}{\sqrt{n}}\sigma_в\left(\dot{\Delta}\right), \quad (12)$$

где $\overline{X}_1$ — средний результат измерений содержания определяемого компонента с использованием контролируемых реактивов;

$\overline{X}_2$ — средний результат измерений содержания определяемого компонента с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения;

$\sigma_в(\dot{\Delta})$ — СКО, характеризующее воспроизводимость результатов по данной МКХА.

Средние результаты измерений вычисляют по формулам:

$$\overline{X}_1 = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n} \text{ и } \overline{X}_2 = \frac{\sum_{j=1}^{n} X_j}{n}, \quad (13)$$

где X_i — результат измерений содержания определяемого компонента с использованием контролируемых реактивов;

X_j — результат измерений содержания определяемого компонента с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения.

Примечание — Если в МКХА приводятся границы интервала ($\Delta_н$, $\Delta_в$), в которых погрешность методики находится с принятой вероятностью Р и они симметричны, т. е. $|\Delta_н| = |\Delta_в| = \Delta$, то неравенство (12) принимает вид

$$\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right| \le \sqrt{\left(\frac{\Delta}{2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta}{2}\right)^2} = \frac{\sqrt{2}\cdot\Delta}{2} = 0{,}7\Delta, \quad (14)$$

где Δ — погрешность измерений по МКХА при использовании реактивов с неистекшим сроком хранения.

8.3 В случае, если систематическая составляющая погрешности методики $\theta_с$ значима, контролируемые реактивы пригодны для выполнения КХА с требуемой точностью при условии выполнения неравенства

$$\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right| \le 1{,}4\sqrt{\left(\sigma_в(\Delta)\right)^2 + \frac{\theta_с^2}{3}}, \quad (15)$$

где $\sigma_в(\Delta)$ соответствует $\bar{X}_2$ — среднему результату измерений содержания определяемого компонента с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения.

9 Контроль реактивов по результатам проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний

9.1 При отсутствии в лаборатории реактивов с неистекшим сроком хранения контроль годности реактивов может быть проведен при МСИ.

9.2 При проведении контроля данным способом выполняют воспроизведение содержания определяемого компонента с использованием контролируемых реактивов в одной лаборатории и реактивов с неистекшим сроком хранения в другой аккредитованной лаборатории, или лаборатории, прошедшей оценку состояния измерений [5].

Выполняют по *n* параллельных определений воспроизведения содержания определяемого компонента с точным соблюдением правил приготовления растворов и алгоритмов выполнения КХА, предусмотренных соответствующей МКХА.

9.3 Выбранная схема проведения испытаний должна соответствовать 8.2—8.3, где в формулах (12)—(15) $\bar{X}_1$ — средний результат измерений содержания определяемого компонента с использованием контролируемых реактивов в лаборатории 1, а $\bar{X}_2$ — средний результат измерений содержания определяемого компонента с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения в лаборатории 2.

9.4 Если для всех измерений лаборатории 1 и 2 подтвердили свои измерительные возможности и выполняются неравенства (12) и (15), то срок хранения реактивов с истекшим сроком хранения может быть продлен с учетом 6.5.

10 Оформление результатов контроля реактивов

10.1 Реактивы с истекшим сроком хранения (годности), проходящие процедуру проверки пригодности к применению и продления срока хранения, подлежат обязательному учету.

10.2 Результаты контроля реактивов должны отражаться в отдельных журналах, которые ведутся в порядке, установленном в лаборатории. Рекомендуемые формы журналов приведены в приложении А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Формы журналов контроля реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения

Таблица А.1 — Проверка пригодности реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения к применению методом добавок

Наименование реактива, квалификация реактива, гарантийный срок хранения, дата окончания срока хранения	Шифр НД	Рабочий диапазон измерений определяемого показателя, единицы величин	Вещество, используемое для добавки	Дата проведения измерений	Исполнитель (Ф.И.О, должность)	Величина добавки Д	$\overline{X}$	$\overline{X}_Д$	Норматив контроля $0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_Д} + \Delta^2_Д}$ (для $P = 0{,}90$) $\sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_Д} + \Delta^2_Д}$ (для P = 0,95)	Результат контрольной процедуры $\lvert\overline{X}_Д - \overline{X} - Д\rvert$	Заключение
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

Примечание — В графе 2 приводится шифр НД, по которой осуществляется контроль реактива.

Таблица А.2 — Проверка пригодности реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения к применению с использованием контрольной методики

Наименование реактива, квалификация реактива, гарантийный срок хранения, дата окончания срока хранения	Шифр НД 1	Шифр НД 2	Результаты измерений $\overline{X}$				Результаты измерений $\overline{X}$				Норматив контроля $\sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_к}}$	Результат контрольной процедуры $\lvert\overline{X} - \overline{X}_к\rvert$	Заключение
			Дата	X_i	$\overline{X}$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)	Дата	$X_{кj}$	$\overline{X}_к$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14

Примечания
1 В графе 2 приводится шифр НД, по которой осуществляется контроль реактива.
2 В графе 3 приводится шифр контрольной НД.

Таблица А.3 — Контроль реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения с использованием СО

Наименование реактива, квалификация реактива, гарантийный срок хранения, дата окончания срока хранения	Шифр НД	СО и его аттестованное значение C_0	Результаты измерений СО				Норматив контроля $\frac{2\sigma_в(\Delta)}{\sqrt{n}}$	Результат контрольной процедуры $\lvert\overline{X} - C_0\rvert$	Заключение
			Дата	Найденное значение X_i	$\overline{X}$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

Примечания

1 В графе 2 приводится шифр НД, по которой осуществляется контроль реактива.

2 Если систематическая составляющая погрешности используемой методики значима, то в графе 8 приводится значение правой части неравенства (11).

Таблица А.4 — Контроль реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения с использованием реактивов с неистекшим сроком хранения

Наименование реактива, квалификация реактива, гарантийный срок хранения, дата окончания срока хранения	Шифр НД	Результат измерений X_i				Результат измерений X_j				Норматив контроля $\frac{2\cdot\sqrt{2}}{\sqrt{n}}\sigma_в(\Delta)$	Результат контрольной процедуры $\lvert\overline{X}_1 - \overline{X}_2\rvert$	Заключение
		Дата	X_i	$\overline{X}_1$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)	Дата	X_j	$\overline{X}_2$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13

Примечания

1 В графе 2 приводится шифр НД, по которой осуществляется контроль реактива.

2 Если систематическая составляющая погрешности используемой методики значима, то в графе 11 приводится значение правой части неравенства (15).

Таблица А.5 — Контроль реактивов по результатам проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний

Наименование реактива, квалификация реактива, гарантийный срок хранения, дата окончания срока хранения	Шифр НД	Измерения, проведенные в лаборатории 1				Измерения, проведенные в лаборатории 2				Норматив контроля $\frac{2\cdot\sqrt{2}}{\sqrt{n}}\sigma_в(\Delta)$	$\lvert X_1 - \overline{X}_2\rvert$	Заключение
		Дата	X_i	$\overline{X}_1$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)	Дата	X_j	$\overline{X}_2$	Исполнитель (Ф.И.О, должность)			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13

Примечания

1 В графе 2 приводится шифр НД, по которой осуществляется контроль реактива.

2 Если систематическая составляющая погрешности используемой методики значима, то в графе 11 приводится значение правой части неравенства (15).

Библиография

[1] Р 50.2.090—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Общие требования к разработке, аттестации и применению

[2] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[3] МИ 1317—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров

[4] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное выражение неопределенности в аналитических измерениях» (2-е издание). Перевод с английского языка. — СПб: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2000

[5] СТО 95 12074—2021 Оценка состояния измерений в измерительных и испытательных лабораториях

[6] Федеральный закон от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ «Об аккредитации в национальной системе аккредитации»

[7] Приказ Минпромторга России от 15 декабря 2015 г. № 4091 «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения»

[8] Приказ Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» от 31 октября 2013 г. № 1/10-НПА «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии»

[9] Приказ Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» от 15 ноября 2013 г. № 1/11-НПА «Об утверждении Положения о порядке проведения испытаний стандартных образцов в области использования атомной энергии в целях утверждения их типа»

[10] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 389.14:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: контроль реактивов, гарантийный срок хранения реактивов, реактивы с неистекшим сроком хранения, стандартный образец, количественный химический анализ, методики количественного химического анализа

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 23.10.2025. Подписано в печать 07.11.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru