ИСО

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

РЕКОМЕНДАЦИЯ

РАСТВОРЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В КОЛИЧЕСТВЕННОМ ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ. ТРЕБОВАНИЯ К ПРИГОТОВЛЕНИЮ И КОНТРОЛЮ

М 16–2019

Екатеринбург
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА
Закрытым акционерным обществом «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ
Котляревская Э.Н., Агранович Т.В., Чиканцева Е.И.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ
Метрологической службой ЗАО «ИСО»[1)]

4 УТВЕРЖДЕНА
«28» марта 2019 г.

5 ВВЕДЕНА
Взамен М 16–2014

© ЗАО «ИСО»

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и распространена в качестве официального издания без разрешения ЗАО «ИСО».

Распространяется
по запросам предприятий

Тел. для справок: (343) 228-18-97
Факс: (343) 228-18-98
E-mail:
gost.e-ecolog.ru

ПОСТАВЩИК ЗАО «ИСО»
620057, Екатеринбург, Ульяновская, 13а
тел. (343) 228-18-96 228-18-97
ПОКУПАТЕЛЬ

[1)] ЗАО «ИСО» аккредитовано в области обеспечения единства измерения для выполнения работ и (или) оказания услуг по аттестации методик (методов) измерений и метрологической экспертизе документации, разрабатываемой в черной и цветной металлургии и машиностроительном комплексе, при производственном экологическом контроле, контроле химических факторов производственной среды, мониторинге состояния окружающей природной среды (аттестат аккредитации № 01.00034-2012).

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Обозначения 2
5 Общие положения 3
6 Порядок приготовления растворов 3
7 Условия и сроки хранения 5
8 Контроль качества реактивов и растворов 5
Приложение А (справочное) Регистрация растворов и реактивов 7
Приложение Б (справочное) Пример установления массовой концентрации раствора по процедуре приготовления 8
Приложение В (справочное) Значения критических диапазонов, пределов внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности при установлении массовой концентрации растворов гравиметрическим методом 10
Приложение Г (справочное) Сроки хранения растворов 11
Библиография 12

Р Е К О М Е Н Д А Ц И Я

РАСТВОРЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В КОЛИЧЕСТВЕННОМ ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ. ТРЕБОВАНИЯ К ПРИГОТОВЛЕНИЮ И КОНТРОЛЮ

Дата введения — 2019—04—15

1 Область применения

Настоящая рекомендация распространяется на растворы химических реактивов, предназначенные для применения в количественном химическом анализе (КХА) для градуировки средств измерений, установления массовой концентрации аттестованных смесей (АС) и титрованных растворов.

2 Нормативные ссылки

В настоящей рекомендации использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4212—2016 Реактивы Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические требования

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

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ был отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящей рекомендации применены следующие термины с соответствующими определениями с учётом ГОСТ 25794.1–ГОСТ 25974.2, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 52361, ГОСТ Р ИСО 5725-1, [1]–[6]:

3.1 **методика (метод) измерений:** Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности.

3.2 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов анализа, полученных в конкретных регламентированных условиях.

3.3 **повторяемость (сходимость):** Прецизионность в условиях, при которых результаты анализа получены одним методом на идентичных пробах в одной лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного оборудования и практически одновременно.

3.4 **внутрилабораторная прецизионность:** Прецизионность в условиях, при которых результаты анализа получают при вариации всех факторов, формирующих разброс результатов при применении методики в конкретной лаборатории.

3.5 **доверительные границы погрешности измерений:** Верхняя и нижняя границы интервала, внутри которого с заданной вероятностью находится значение погрешности измерений.

3.6 **норматив контроля:** Числовое значение, являющееся критерием для признания контролируемого показателя точности результатов измерений соответствующим (или несоответствующим) установленным требованиям.

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

3.8 **титрованные растворы:** Растворы, содержащие в определенном объеме точно известное количество элемента, иона, вещества и предназначенные для титриметрического анализа.

3.9 **холостой опыт:** Проведение анализа вещества или материала объекта аналитического контроля без аналитической пробы

3.10 **гарантийный срок хранения:** Период времени, в течение которого производитель гарантирует сохраняемость всех установленных нормативным документом показателей качества при условии соблюдения потребителем правил хранения.

4 Обозначения

В настоящей рекомендации применены следующие обозначения:

$\pm\Delta$ – доверительные границы, в которых погрешность любого из совокупности результатов измерений, получаемых по данной методике измерений, находится с принятой вероятностью P=0,95;

P – доверительная вероятность;

$CR_{0,95}(5)$ – критический диапазон для пяти результатов параллельных определений;

$R_{л}$ – предел внутрилабораторной прецизионности результатов измерений;

$CRл_{0,95}(3)$ – критический диапазон для трех средних результатов измерений, полученных в условиях внутрилаборатоной прецизионности;

C – установленное значение массовой концентрации раствора;

m – масса навески реактива, пробы;

μ – массовая доля основного вещества;

$\Delta\mu$ – доверительные границы погрешности установления массовой доли основного вещества при P=0,95;

Δm – пределы допускаемой погрешности взвешивания;

ΔV – пределы допускаемой погрешности вместимости мерной колбы;

$\pm\Delta C$ ($\pm\delta$C) – доверительные границы абсолютной (относительной) погрешности установленного значения массовой концентрации раствора при P=0,95;

N – число серий измерений при установлении массовой концентрации растворов гравиметрическим методом.

5 Общие положения

5.1 Общие требования к приготовлению растворов в соответствии с ГОСТ 4212 и рекомендацией [1].

5.2 Метрологическими характеристиками растворов, предназначенных для градуировки средств измерений, установления массовой концентрации АС и титрованных растворов, являются значения массовой концентрации элемента, компонента, вещества (далее по тексту – массовая концентрация раствора) и доверительные границы абсолютной погрешности установления массовой концентрации раствора, выраженные в г/дм^3, мг/см^3, г/см^3.

5.3 Доверительные границы относительной погрешности установленного значения массовой концентрации раствора не должны превышать 1/3 (в обоснованных случаях – 1/2) значения доверительных границ относительной погрешности методики измерений, в которой его используют.

5.4 Процедуру приготовления растворов, установления массовой концентрации и расчет доверительных границ погрешности установления массовой концентрации регламентируют аттестованной методикой измерений, в которой эти растворы используют.

5.5 К приготовлению растворов допускают квалифицированных химиков-аналитиков в порядке, установленном их должностными инструкциями.

5.6 Сведения о приготовленных растворах регистрируют в журнале, по форме А.1 (приложение А).

5.7 Входной и периодический контроль качества реактивов проводят в соответствии с разделом 8.

6 Порядок приготовления растворов

6.1 Растворы готовят из реактивов, применяемых в качестве исходных веществ, перечень которых составляют в порядке, установленном в лаборатории.

Пример заполнения перечня реактивов приведен в А.2 (приложение А).

6.2 Массовую концентрацию растворов устанавливают по процедуре приготовления (см. 6.3) или гравиметрическим методом по аттестованной методике КХА (см. 6.4).

6.3 Порядок установления массовой концентрации растворов по процедуре приготовления

6.3.1 Массовую концентрацию растворов по процедуре приготовления устанавливают при использовании в качестве исходных веществ чистых металлов или химических веществ стехиометрического состава.

6.3.2 Массовую концентрацию раствора рассчитывают на основании информации о содержании основного компонента, имеющейся в нормативном документе (НД) на исходное вещество.

При содержании основного компонента в исходном веществе от 99,00 % до 99, 99 % для приготовления растворов проводят корректировку навески исходного вещества с учетом фактического содержания основного компонента. Необходимую поправку к навеске вычисляют по формуле (1):

$$m_{корр} = \frac{m}{x}100, \quad (1)$$

где m – масса навески реактива при массовой доле основного вещества 100 %;

x – массовая доля основного вещества в реактиве, %.

При содержании основного вещества в исходном реактиве более 99,99 % корректировку навески реактива не производят.

При использовании в качестве исходных веществ оксидов металлов или солей массу навески m, необходимую для приготовления 1 дм^3 раствора, содержащего 1,0 или 0,1 г определяемого элемента (иона) вычисляют по формуле (2):

$$m = \frac{M_1}{m_1}, \quad (2)$$

где M_1 – молекулярная масса компонента исходного вещества;

m_1 – атомная масса элемента или иона в приготовленном растворе.

6.3.3 Пример описания процедуры приготовления раствора, расчета массовой концентрации и доверительных границ погрешности установленного значения по процедуре приготовления приведен в приложении Б.

6.4 Порядок установления массовой концентрации растворов гравиметрическим методом

6.4.1 Массовую концентрацию раствора гравиметрическим методом устанавливают в следующих случаях:

- в НД на применяемый реактив отсутствует информация о содержании основного вещества;
- массовая доля основного вещества в реактиве менее 99,00 %;
- в качестве исходного вещества используют химический реактив не стехиометрического состава, либо содержащий кристаллизационную воду.

6.4.2 Установление массовой концентрации раствора проводят два, а при необходимости три оператора. Общее число измерений должно быть не менее десяти (две серии по пять параллельных определений); число холостых опытов не менее двух в каждой серии.

6.4.3 Расхождения между результатами параллельных определений в серии и между средними результатами, полученными в каждой серии, не должны превышать значений $CR_{0,95}(5)$, $R_л$ или $CR_{л0,95}(3)$, приведенных в приложении В.

6.4.4 Если требования 6.4.3 выполнены, значение массовой концентрации раствора рассчитывают, как среднее арифметическое средних результатов двух (трех) серий измерений.

6.4.5 Если требования 6.4.3 не выполнены измерения повторяют. При повторном нарушении требований 6.4.3 измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к получению неудовлетворительных результатов.

7 Условия и сроки хранения

7.1 Реактивы, применяемые в качестве исходных веществ для приготовления растворов, хранят в потребительской таре, соответствующей требованиям ГОСТ 3885, имеющей этикетку, предусмотренную этим стандартом, и наклейку с указанием лабораторного номера реактива, даты проверки и срока продления.

7.2 При перефасовке реактива в лаборатории на тару с перефасованным реактивом наклеивают копию этикетки с тары предприятия-изготовителя (или поставщика).

Перефасовка особо чистых веществ не допускается.

7.3 Растворы хранят в герметичных емкостях, снабженных этикетками, содержащими информацию о наименовании компонента (элемента), его массовой концентрации с указанием погрешности ее установления, дате приготовления, сроке хранения.

7.4 Для предотвращения загрязнения растворов в процессе применения запрещается их отбор пипетками непосредственно из ёмкости. Неиспользованный раствор запрещается сливать обратно в ёмкость.

7.5 Специальные требования к хранению растворов (если таковые имеются) регламентируют методикой КХА, в которой они применяются.

7.6 Сроки хранения исходных веществ не должны превышать регламентированные НД на исходное вещество.

Растворы с массовыми концентрациями 1 мг /см^3 и 0,1 мг/см^3 следует хранить не более 1 года и 3 мес. соответственно (если нет других указаний). Растворы с массовой концентрацией менее 0,1 мг/см^3 применяют свежеприготовленными.

Сроки хранения наиболее часто применяемых в КХА растворов приведены в приложении Г.

8 Контроль качества реактивов и растворов

8.1 Реактивы (исходные вещества)

8.1.1 Все реактивы при поступлении в лабораторию подвергают входному контролю, который включает проверку следующих позиций:

- целостности упаковки;
- соответствия упаковки и этикетки требованиям ГОСТ 3885;
- наличия сопроводительной документации, содержащей сведения о марке реактива и содержания в нем основного вещества;
- пригодности реактива к применению по [7].

8.1.2 По окончании гарантийного срока хранения периодическому контролю по [7], [8] подвергают исходные вещества за исключением чистых металлов и химических реактивов, применяемых для приготовления растворов, массовую концентрацию которых устанавливают гравиметрическим методом.

Эти реактивы считаются пригодными к применению при положительных результатах оперативного контроля качества выполняемых рабочих измерений путем воспроизведения аттестованных характеристик стандартных образцов с каждой серией измерений.

В случае, получения неудовлетворительных результатов оперативного контроля измерения повторяют. При повторном превышении норматива оперативного контроля измерения прекращают до выявления и устранения причин, приведших к неудовлетворительным результатам.

Если установлено, что причиной неудовлетворительных результатов является качество реактива, то его изымают и заменяют на аналогичный.

При положительных результатах проверки срок хранения реактивов, применяемых в качестве исходных веществ, может быть продлен на первоначальный срок, установленный для конкретного реактива при выпуске.

8.1.3 В том случае, когда не планируется использование реактива сразу после окончания гарантийного срока хранения, контроль качества и продление срока годности проводится при возобновлении его применения по 8.1.2.

8.2 Растворы

8.2.1 По истечении срока хранения растворов проводят проверку пригодности их применения по [7], [8].

В том случае, когда не планируется использование раствора сразу после окончания срока хранения, контроль качества и продление срока годности проводится при возобновлении его применения по 8.1.2.

При положительных результатах контроля срок хранения раствора продлевают на ½ от первоначального срока, но не более трех раз подряд, при этом на ёмкости с раствором указывают сведения о продлении срока хранения.

8.2.2 Если по истечении всех допустимых сроков продления раствор полностью не использован, он может быть переведен в разряд «фоновых» растворов, применяемых для учета влияния мешающих элементов, предусмотренного методиками измерений.

Ёмкость с раствором снабжают этикеткой с надписью «фоновый раствор» и хранят отдельно от стандартных растворов.

Срок хранения фоновых растворов не ограничен.

Приложение А
(справочное)

Регистрация растворов и реактивов

А.1 Форма журнала регистрации растворов

Дата приготовления	Элемент (компонент)	Массовая концентрация, погрешность ее установления	Объем приготовленного раствора, $см^3$	Способ установления массовой концентрации, НД	Подпись оператора	Срок хранения, мес.

А.2 Пример заполнения журнала регистрации реактивов, применяемых для приготовления растворов[1)]

Лабораторный №	Наименование реактива,	Элемент	Квалификация, марка	НД (ГОСТ, ТУ)	Гарантийный срок хранения по НД	Дата поступления в лабораторию
1	Аммоний сернокислый,	Азот	осч 8-4	6-09-1038-76	1 год	25.10.2017
2	Аммоний хлористый	Азот	Suprapur	Фирма "Merck"	Не оговаривается	15.05.2017
3	Барий хлористый	Барий	хч	4108-72	3 года	12.03.2015
4	Кислота борная	Бор	осч 12-3	6-09-597-77	1 год	10.10.2018
5	Ванадия пятиокись	Ванадий	осч 8-2	6-09-02-295-88	1 год	01.11.2018
6	Калий хлористый	Калий	осч 5-4	6-09-3678-74	1 год	04.10.2018
7	Калий марганцовокислый	Марганец	хч, перекр	20490-75	3 года	10.11.2015
8	Мышьяк трехокись	Мышьяк	фиксанал	фирма "Lachema"	Не оговаривается	02.12.2017
9	Калий двухромовокислый	Хром	хч, перекр	4220-75	3 года	10.12.2018
10	Натрий хлористый	Натрий	осч 6-4	6-09-3658-74	1 год	06.06.2018
11	Натрий сернокислый	Сера	осч 5-3	6-09-1832-79	1 год	05.04.2018
12	Калий Фосфорнокислый однозамещенный	Фосфор	осч 6-3	6-09-4138-75	3 года	03.03.2016
13	Натрий фтористый	Фтор	осч 9-3	6-09-3322-78	1 год	04.05.2017

[1)] Пример является условным, приведен для иллюстрации соответствующих требований настоящей рекомендации.

Приложение Б
(справочное)

Пример установления массовой концентрации раствора по процедуре приготовления[1)]

Методика приготовления раствора свинца № 54/1

Б.1 Назначение методики и область применения раствора

Методика устанавливает процедуру приготовления раствора свинца № 54/1 с массовой концентрацией 0,001000 г/см^3.

Б.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики раствора приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 - Метрологические характеристики раствора

В г/см^3

Номер раствора по реестру лаборатории	Установленное значение	Доверительные границы абсолютной погрешности установленного значения, $\pm\Delta$ (P=0,95)
№ 54/1	0,001000	0,000003

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Б.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование:

- весы лабораторные AF мод. AF-R 220 CE по ГОСТ Р 53228 специального (I) класса точности, пределы допускаемой погрешности в эксплуатации в интервале взвешивании от 10 мг до 50 г вкл. составляют ±0,3 мг, номер в госреестре 21524-06;
- колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см^3 2-го класса точности;

Б.3.2 Реактивы, материалы:

- свинец марки С1С по ГОСТ 3778, с массовой долей основного вещества 99,99 % (доверительные границы погрешности установления массовой доли основного вещества 0,01 % при P=0,95);
- кислота азотная (х.ч.) по ГОСТ 4461;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание – Допускается использовать другие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы, обеспечивающие точность анализа, предусмотренную настоящей методикой.

Б.4 Процедура приготовления

Б.4.1 Приготовление раствора № 54/1 с массовой концентрацией свинца 0,001000 г/см^3

Навеску 1,0001 г свинца помещают в стакан, растворяют в 20 см^3 азотной кислоты. Полученный раствор переносят в колбу мерную вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Расчет массовой концентрации ($C_{54/1}$, г/см^3) свинца в растворе № 54/1 проводят по формуле (Б.1):

[1)] Пример является условным, приведен для иллюстрации соответствующих требований настоящей рекомендации.

$$C_{54/1} = \frac{m_1 * \mu}{V_1 * 100}, \quad (Б.1)$$

где m_1 - масса навески свинца, m_1=1,0001 г;

μ - массовая доля основного вещества, μ=99,99 %;

V_1 - объем приготовленного раствора, V_1=1000 см^3.

Установленное значение массовой концентрации свинца в растворе № 54/1 составляет 0,001000 г/см^3.

Доверительные границы абсолютной погрешности ($\Delta C_{54/1}$, г/см^3) установленного значения раствора № 54/1 рассчитывают по формуле (Б.2):

$$\Delta C_{54/1} = C_{54/1}\sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_1}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2} \quad (Б.2)$$

где Δ_μ - доверительные границы погрешности установления массовой доли основного вещества при P=0,95, Δ_μ=±0,01 %;

Δm_1 - пределы допускаемой погрешности взвешивания, Δm_1=±0,0003 г;

ΔV_1 - пределы допускаемой погрешности вместимости мерной колбы, ΔV_1=±0,80 см^3.

Доверительные границы абсолютной погрешности установленного значения (±Δ) составляют ±0,000003 г/см^3.

Доверительные границы относительной погрешности установленного значения (±δ) составляют ±0,3 %.

Б.5 Требования к упаковке и маркировке

Раствор помещают в емкость полиэтиленовую с пришлифованной пробкой. На емкость наклеивают этикетку с указанием номера и наименования раствора, установленного значения массовой концентрации и погрешности установленного значения, даты приготовления и срока годности раствора.

Б.6 Условия хранения

Раствор № 54/1 хранят при температуре (20±5)^{0}С не более 1 года.

Приложение В
(справочное)

Значения критических диапазонов, пределов внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности при установлении массовой концентрации растворов гравиметрическим методом

Элемент	Массовая концентрация, г/дм^3	Критический диапазон $CR_{0,95}(5)$, г/дм^3	Предел внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ (P=,95), г/дм^3	Критический диапазон $CR_{л0,95}(3)$, г/дм^3	Доверительные границы погрешности ±δ (P=0,95), %	
					N=2	N=3
Фосфор	1	0,010	0,005	0,006	0,3	0,2
Вольфрам	1	0,025	0,013	0,016	0,7	0,5
Кальций	1	0,040	0,020	0,024	1,0	0,8
	5	0,10	0,05	0,06	0,5	0,4
Кремний	1	0,020	0,010	0,012	0,5	0,4
Магний	1	0,04	0,020	0,024	1,0	0,8
Молибден	1	0,015	0,010	0,012	0,5	0,4
Церий	1	0,020	0,010	0,012	0,5	0,4
Цирконий	1	0,020	0,010	0,012	0,5	0,4
	5	0,06	0,03	0,04	0,3	0,3

Приложение Г
(справочное)

Сроки хранения растворов

№	Элемент	Массовая концентрация, г/дм^3	Срок хранения раствора
1	Азот	1	1 год
2	Алюминий	1 2 5	1 год
3	Бор	1	6 мес.
4	Ванадий	1	1 год
5	Висмут	1	1 год
6	Вольфрам	1	1 год
7	Железо	1	1 год
8	Кадмий	1	1 год
9	Калий	1	1 год
10	Кальций	1 5	1 год
11	Кобальт	1	1 год
12	Кремний	1	1 год
13	Магний	1 5	1 год
14	Марганец	0,2 1	3 мес. 1 год
15	Медь	1	1 год
16	Молибден	1	1 год
17	Мышьяк	1	1 год
18	Натрий	1	1 год
19	Никель	1 2	1 год
20	Ниобий	0,1	3 мес.
21	Олово	1	1 год
22	Свинец	1	1 год
23	Сера	1	1 год
24	Сурьма	1	1 год
25	Титан	0,1 1 2	3 мес. 1 год 1 год
26	Фосфор	1	1 год
27	Фтор	1	1 год
28	Хром	0,2 1	3 мес. 1 год
29	Церий	1	1 год
30	Цинк	1	1 год
31	Цирконий	1	1 год

Библиография

[1]	Рекомендация М 15—2014	Общие требования к проведению количественного химического анализа (утверждена ЗАО «ИСО», г. Екатеринбург, 2014 г.)
[2]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—2013	Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения
[3]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
[4]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2014	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
[5]	Правила по межгосударственной стандартизации ПМГ 96—2009	Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления
[6]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[7]	Рекомендация М 11—2016	Проверка пригодности реактивов на базе применения стандартных образцов (утверждена ЗАО «ИСО», г. Екатеринбург, 2016 г.)
[8]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 59—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения способом внутрилабораторного контроля точности измерений

gost.e-ecolog.ru