ИСО

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

РЕКОМЕНДАЦИЯ

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

М 16–2014

Екатеринбург
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ИСПОЛНИТЕЛИ
Котляревская Э.Н., Агранович Т.В., Ласточкина А.Н.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ
Метрологической службой ЗАО «ИСО»

4 УТВЕРЖДЕНА
30 июня 2014 г.

5 ВВЕДЕНА
Взамен М 16-90

© ЗАО «Институт стандартных образцов»

по запросам предприятий

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Общие положения 2
5 Порядок установления массовой концентрации растворов по процедуре приготовления 2
6 Порядок установления массовой концентрации растворов гравиметрическим методом 2
7 Условия и сроки хранения 3
Приложение А (рекомендуемое) Формы журналов записей 4
Приложение Б (обязательное) Значения критических диапазонов и пределов внутрилабораторной прецизионности при установлении массовой концентрации растворов гравиметрическим методом 5
Приложение В (рекомендуемое) Сроки хранения растворов 6
Библиография 7

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

Дата введения 2014–07–01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая рекомендация распространяется на растворы реактивов, применяемые в количественном химическом анализе (далее по тексту КХА) для градуировки средств измерений, установления массовой концентрации аттестованных смесей, а также рабочих растворов для титриметрического метода анализа, и устанавливает требования к их приготовлению и контролю.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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 ИСО 5725-1-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ГОСТ 4212-76	Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

Примечание – При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный нормативный документ (НД) заменен (отменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться заменяющим (измененным) НД.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящей рекомендации применены следующие термины с соответствующими определениями с учетом ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 52361, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ПМГ 96 [1], РМГ 61 [2], РМГ60 [3]:

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 **аттестованная смесь веществ (АС):** 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

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Метрологической характеристикой растворов, используемых в соответствии с разделом 1, является значение массовой концентрации элемента, компонента, вещества (далее по тексту массовая концентрация раствора), выраженное в г/дм^3, г/см^3 и т.д.

4.2 Общие требования к приготовлению растворов в соответствии с рекомендацией [4] и ГОСТ 4212.

4.3 Растворы готовят из исходных веществ: металлов или химических реактивов, перечень которых составляется руководителем лаборатории по форме таблицы 1 приложения А.

4.4 При использовании в качестве исходных веществ чистых металлов или химических реактивов стехиометрического состава массовую концентрацию растворов устанавливают по процедуре приготовления в порядке, установленном разд. 5.

4.5 При использовании в качестве исходных веществ химических реактивов непостоянного состава массовую концентрацию растворов определяют гравиметрическим методом по аттестованной или стандартизованной методике КХА в порядке, установленном разд. 6.

4.6 Процедура приготовления растворов, а также расчета их массовой концентрации регламентируется стандартизованной или аттестованной методикой измерений, в которой эти растворы используются.

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

4.8 Сведения о приготовленных растворах регистрируют в журнале, по форме таблицы 2 приложения А.

5. ПОРЯДОК УСТАНОВЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ ПО ПРОЦЕДУРЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ

5.1 При соблюдении требований 4.2 погрешность (неопределенность) установления массовой концентрации растворов не оказывает значимого влияния на погрешность (неопределенность) результатов измерений.

5.2 При содержании основного компонента в исходном веществе менее 99,99% проводят корректировку навески исходного вещества с учетом фактического содержания основного компонента.

6 ПОРЯДОК УСТАНОВЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

6.1 Установление массовой концентрации раствора проводят два оператора. Общее число измерений должно быть не менее десяти (две серии по пять параллельных измерений); число контрольных опытов не менее трех в каждой серии.

6.2 Расхождения между результатами параллельных измерений в серии и между двумя средними результатами, полученными в каждой серии, не должны превышать значений критических диапазонов повторяемости и пределов внутрилабораторной прецизионности соответственно, приведенных в приложении Б.

6.3 Если требования 6.2 выполняются, значение массовой концентрации раствора рассчитывают как среднее арифметическое средних результатов двух серий измерений.

6.4 Если требования 6.2 не выполняются измерения повторяют. При повторном невыполнении требований 6.2 измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к получению неудовлетворительных результатов.

7 УСЛОВИЯ И СРОКИ ХРАНЕНИЯ

7.1 Растворы хранят в герметичных емкостях, снабженных этикетками, содержащими информацию о наименовании компонента (элемента), его массовой концентрации, дате приготовления, сроке его хранения.

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

7.3 Для предотвращения загрязнения растворов в процессе применения запрещается их отбор пипетками непосредственно из емкости. Неиспользованный раствор запрещается сливать обратно в емкость.

7.4 Сроки хранения растворов и исходных веществ не должны превышать регламентированные соответствующими НД. При отсутствии информации в НД сроки хранения растворов устанавливаются на основе имеющейся в лаборатории информации об их стабильности. Рекомендуемые сроки хранения ряда растворов указаны в приложении В.

7.5 По истечении срока хранения исходных веществ и растворов проводят проверку их пригодности к применению по процедуре [5]. При положительных результатах проверки срок годности исходного вещества продлевают, при этом на склянке (упаковке) указывают сведения о продлении срока хранения.

Приложение А
(рекомендуемое)

Формы журналов записей

Таблица 1 – Перечень исходных веществ, применяемых для приготовления растворов

№	Элемент, компонент, вещество	Наименование исходного вещества, год изготовления, НД	Квалификация, марка	Массовая доля исходного вещества, %	Гарантийный срок хранения по НД

Таблица 2 – Журнал регистрации растворов

Дата приготовления	Элемент (компонент)	Массовая концентрация	Объем приготовленного раствора	Способ установления массовой концентрации, НД	Подпись оператора	Срок хранения

Приложение Б
(обязательное)

Значения критических диапазонов и пределов внутрилабораторной прецизионности при установлении массовой концентрации растворов гравиметрическим методом

г/дм³

Элемент	Массовая концентрация	Критический диапазон для пяти параллельных определений, $CR_{0,95}$ (5)	Предел внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ (P=0,95)
Вольфрам	1	0,025	0,013
Кальций	1	0,04	0,02
	5	0,10	0,05
Кремний	1	0,02	0,01
Магний	1	0,04	0,02
Молибден	1	0,015	0,010
Церий	1	0,02	0,01
Цирконий	1	0,02	0,01
	5	0,06	0,03

Приложение В
(рекомендуемое)

Сроки хранения растворов

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

Библиография

[1] Правила по межгосударственной стандартизации ПМГ 96-2009	Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления
[2] Рекомендация по межгосударственной стандартизации РМГ 61-2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
[3] Рекомендация по межгосударственной стандартизации РМГ 60-2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[4] Рекомендация М15-2014	Общие требования к проведению количественного химического анализа
[5] Рекомендация 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