ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ПРОВЕРКА ПРИГОДНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ НА БАЗЕ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

М 11–2016

Екатеринбург
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ Метрологической службой ЗАО «ИСО»

3 УТВЕРЖДЕНА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ Приказом от 21 апреля 2016 г. № 19

4 ВЗАМЕН М 11–90

© ЗАО «ИСО»

Распространяется
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 Общие положения 1
4 Порядок и содержание проверки реактивов 2
5 Оформление результатов проверки реактивов 3
Приложение А (рекомендуемое) Форма и пример заполнения перечня реактивов, подлежащих проверке по истечении гарантийного срока хранения 4
Приложение Б (рекомендуемое) Форма и пример заполнения журнала регистрации результатов проверки пригодности химических реактивов 5
Приложение В (справочное) Письмо Госстандарта 6
Библиография 7

Р Е К О М Е Н Д А Ц И Я

ПРОВЕРКА ПРИГОДНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ НА БАЗЕ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Дата введения — 2016 – 05 – 01

1 Область применения

Настоящая рекомендация распространяется на химические реактивы отечественного и зарубежного производства с истекшим сроком хранения или выпускаемые без его указания, и устанавливает порядок и содержание работ по проверке их пригодности для количественного химического анализа (далее - проверка реактивов) материалов металлургического производства.

2 Нормативные ссылки

В настоящей Рекомендации использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

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

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

ГОСТ Р 8.753-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения

ГОСТ Р 54569-2011 Чугун, сталь, ферросплавы, хром и марганец металлические. Нормы точности количественного химического анализа

РМГ 29-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

Р 50.2.056-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Образцы материалов и веществ стандартные. Термины 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 Общие положения

3.1 В настоящей Рекомендации применены термины и определения по РМГ 29 и Р 50.2.056.

3.2 В соответствии с Законом РФ от 7 февраля 1992 г. № 2300-1 «О защите прав потребителей» гарантийный срок хранения представляет собой период времени, в течение

которого производитель гарантирует сохраняемость всех установленных нормативными документами показателей качества при условии соблюдения потребителем правил хранения.

3.3 Проверка пригодности реактивов проводится аналитической лабораторией предприятия (организации) с целью установления возможности их применения для количественного химического анализа (КХА) после окончания гарантийного срока хранения.

Проверку проводят по стандартизованным или аттестованным в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методикам.

Организация такой работы является одним из звеньев в системе обеспечения единства измерений показателей состава и свойств веществ и материалов [1].

3.4 Проверке в соответствии с разделом 4 подлежат реактивы, используемые для приготовления аттестованных смесей [2], градуировочных растворов, установления массовой концентрации рабочих растворов для титриметрического метода анализа [3], контроля точности методом добавок [4] и другие реактивы, качество которых может повлиять на точность результатов анализа.

Перечень реактивов, подлежащих проверке, утверждается в порядке, установленном на предприятии (в организации). Рекомендуемая форма перечня и пример заполнения приведены в приложении А.

Прочие реактивы считаются пригодными к применению в соответствующей методике КХА при положительных результатах оперативного контроля на основе воспроизведения аттестованных характеристик стандартных образцов (СО) по ГОСТ 8.315 и ГОСТ Р 8.753.

Примечание – Одновременно по одной методике может проверяться не более одного реактива. Все остальные должны быть в пределах гарантийного срока хранения либо с проверенной пригодностью.

3.5 Для реактивов, выпущенных согласно соответствующей НД и прошедших по истечении гарантийного срока проверку по настоящей Рекомендации, дополнительная проверка не требуется.

3.6 Действие настоящей Рекомендации на предприятии (в организации) должно быть прекращено в случае:

- получения рекламации по химическому составу продукции (для методик КХА, использованных при аналитическом контроле забракованной продукции с применением признанных пригодными реактивов);
- неудовлетворительных результатов участия лаборатории в межлабораторных сравнительных испытаниях, полученных в предыдущем году.

4 Порядок и содержание проверки реактивов

4.1 Контролируемые реактивы должны находиться в потребительской таре, соответствующей требованиям ГОСТ 3885, имеющей этикетку, предусмотренную этим стандартом. Кроме того, на таре должна быть наклейка с указанием срока проверки реактива и его лабораторного номера.

4.2 Периодичность проверки реактивов должна составлять одну треть гарантийного срока хранения, указанного в соответствующей НД на данный реактив, но не чаще одного раза в квартал.

Проверка реактива с неустановленным гарантийным сроком хранения проводится при первом его применении.

Если реактив не используется в течение периода, составляющего одну треть гарантийного срока хранения, проверка проводится во время каждого случая его применения, но не чаще одного раза в квартал.

4.3 Если реактив используется в нескольких методиках КХА, его проверка выполняется по методике наиболее массового для данной лаборатории анализа.

4.4 При проведении проверки реактивов выполняется не менее 4 серий (не менее двух определений в каждой серии) воспроизведения аттестованной характеристики СО с точным соблюдением правил приготовления растворов и алгоритма выполнения КХА, предусмотренных соответствующей методикой измерений. Измерения должны проводиться в разные дни, не менее чем двумя квалифицированными операторами аналитической лаборатории.

Примечание – При отсутствии СО допускается использовать аттестованные смеси [2].

4.5 Контролируемый реактив пригоден для выполнения КХА с требуемой точностью, если отклонение воспроизведенного значения $\overline{X_i}$ от аттестованного значения A_{CO} в каждой серии измерений не превышает норматив контроля точности $K_т$:

$$\left|\overline{X_i} - A_{CO}\right| \le K_т, \quad (1)$$

$$K_т = 1{,}64\sigma_{Ri}, \text{ (P=0,90)}. \quad (2)$$

где i – номер серии измерений;

σ_{Ri} – СКО внутрилабораторной прецизионности результатов КХА[1)] для используемой методики измерений.

Примечание – Значения Kт при контроле реактивов, используемых для установления состава СО, определяют в соответствии с НД, утвержденной в установленном порядке.

5 Оформление результатов проверки реактивов

5.1 Результаты проверки реактивов, выполненной в соответствии с разделом 4, отражаются в специальном журнале, форма и пример заполнения которого приведены в приложении Б.

5.2 Учет прошедших проверку и допущенных к последующему применению реактивов ведется в порядке, установленном на предприятии (в организации).

5.3 Учет результатов проверки прочих реактивов (п. 3.4) проводится в соответствии с установленным на предприятии (в организации) порядком регистрации результатов оперативного контроля точности КХА.

[1)] СКО внутрилабораторной прецизионности - по ГОСТ Р 54569 и [5].

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма и пример заполнения перечня реактивов, подлежащих проверке по истечении гарантийного срока хранения

УТВЕРЖДАЮ
Начальник лаборатории

_____
«____»_____

Лабораторный номер реактива	Наименование, НД, квалификация	Гарантийный срок хранения	Назначение реактива	Примечание
1	Алюминий сернокислый ГОСТ 3758-75, чда	2 года	Приготовление аттестованной смеси	
2	Аммоний хлористый, MERCK, Германия	3 года	Для титриметрического метода анализа	
3	Свинец высокой чистоты, ГОСТ 22861-93	5 лет	Приготовление градуировочных растворов	
4	Калий марганцовокислый ГОСТ 20490-75, хч	3 года	Для титриметрического метода анализа	

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма и пример заполнения журнала регистрации результатов проверки пригодности химических реактивов

Наименование и квалификация реактива: Аммоний хлористый (suprapur)
Обозначение НД на реактив: импортный
Изготовитель: MERCK, Германия
Срок хранения: 3 года (до ноября 2015 г.)
Лабораторный номер реактива: 2

Определяемый элемент	НД на методику измерений	Индекс СО, аттестованное значение, A_{CO}, %	Дата проведения измерений	Ф.И.О. исполнителя	Результат измерений, $\overline{X_i}$, %	$\left\|\overline{X_i} - A_{CO}\right\|$, %	$K_т$, %	Заключение
Азот	НДИ 01.04.15-2005 Ферросплавы. Хром и марганец металлические. Марганец металлический азотированный. Определение массовой доли азота. Титриметрический метод	Ф11в 0,044	23.10.15 24.10.15 24.10.15 25.10.15	Иванова В.Н. Иванова В.Н. Петрова Е.К. Петрова Е.К.	0,045 0,046 0,046 0,044	0,001 0,002 0,002 0	0,005	Пригоден до 23.10.2016 Подпись уполномоченного лица

Приложение В
(справочное)

Письмо Госстандарта

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
СССР
ПО СТАНДАРТАМ
(Госстандарт)
23.02.87 № 10/46-282
на № 45-12-30 от 19.11.86

Заместителю начальника
СОЮЗРЕАКТИВ
т. Осадчему Ю.Ф.
101887 Москва

Директору ИСО ЦНИИчермета
т Плинеру Ю.Л.
620219 г. Свердловск, ГСП-784
пр. Ленина, 101, корп.2

Использование реактивов после окончания гарантийного срока для химического анализа материалов черной металлургии допускается после контроля точности их параметров по методике, разработанной ИСО ЦНИИчермета[1)] - головной организацией по метрологическому обеспечению измерений химического состава материалов и сплавов.

Заместитель начальника Управления
госнадзора и территориальных органов В.И.Винник

Брежнева 2362158

[1)] ИСО ЦНИИчермет МЧМ СССР преобразован в Закрытое акционерное общество «Институт стандартных образцов».

Библиография

[1] 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
[2] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60-2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[3] Рекомендация М 16-2014	Растворы, применяемые в количественном химическом анализе. Требования к приготовлению и контролю
[4] Рекомендация М 15-2014	Общие требования к проведению количественного химического анализа
[5] Рекомендация М 20-2010	Нормы точности количественного химического анализа материалов черной металлургии

gost.e-ecolog.ru