ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



К.А. Сапрыкин

«5» февраля 2007 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ СВОБОДНОЙ И ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

ПНД Ф 14.1:2.242-07

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2007 г.

gost.e-ecolog.ru

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ предназначен для измерения свободной и общей щелочности в природных и сточных водах методом потенциометрического титрования.

Диапазон измерения содержания общей и свободной щелочности 0,005 – 10 мг-экв/дм^3.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений щелочности, мг-экв/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при P=0,95 $\pm\delta$, %
От 0,005 до 0,1 вкл.	9	12	30
Св. 0,1 до 1 вкл	7	11	25
Св. 1 до 10 вкл	5	9	20

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

pH-метр или иономер И-130 с погрешностью измерения pH не более 0,05 единиц pH	
Термокомпенсатор ТКА-4 (ТКА-5)	
Электрод измерительный типа ЭСЛ-63-07, ЭСЛ-43-07	ТУ 25-05.2234-77
Электрод вспомогательный (сравнения) ЭВЛ-1М3	ТУ 25-05.2181-77
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
ГСО с аттестованным содержанием гидрокарбонатиона с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при P = 0,95	ГСО 4485-91
Стандарт-титры для приготовления буферных растворов	ГОСТ 8.135-74
Термометр с ценой деления 0,2°С	ГОСТ 29224-91
Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227-91
Бюретки с ценой деления 0,1 $см^3$	ГОСТ 29251-91
Цилиндры мерные или мензурки	ГОСТ 1770-74

3.2 Вспомогательные устройства

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919-83
Шкаф сушильный лабораторный	
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336-82
Мешалка магнитная с числом оборотов в минуту в диапазоне 100 – 1000	
Стаканы химические	ГОСТ 25336-82
Воронка стеклянная диаметром (13 - 15) см	ГОСТ 25336-82
Воронка фильтрующая с пористой пластинкой	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 25336-82

Трубки хлоркальциевые ТХ-П-1-17(25)	ГОСТ 25336-82
Устройство для продувания воздуха (или микрокомпрессор МК).	
Фильтры обеззоленные	ТУ 6-09-1678-86

3.3 Реактивы и материалы

Соляная кислота, раствор 0,1 моль/дм^3,	ТУ 6-09-2540
стандарт-титр или	
Кислота соляная	ГОСТ 3118-77
Натрий углекислый	ГОСТ 83-79
Натрия тиосульфат (натрий серноватистокислый), пентагидрат	ГОСТ 27068-86
Калий хлористый	ГОСТ 4234-77
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ 18300-87
Вата медицинская	ГОСТ 5556-81
Фильтры обеззоленные	ТУ 6-09-1678-86
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Все реактивы должны иметь квалификацию “хч” или “чда”.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Определение щелочности основано на титровании пробы раствором сильной кислоты до достижения значения pH, эквивалентного свободной и общей щелочности.

Под щелочностью понимают способность некоторых компонентов, содержащихся в воде, связывать эквивалентное количество сильной кислоты. Щелочность создают все катионы, которые в воде были уравновешены гидроксильными ионами, анионами слабых кислот (карбонаты, бикарбонаты и т.п.). Щелочность определяется количеством сильной кислоты, необходимой для замещения этих анионов. Расход кислоты пропорционален их общему содержанию в воде и выражает общую щелочность воды (М). В обычных природных водах величина щелочности зависит, как правило,

только от содержания гидрокарбонатов щелочных металлов. В этом случае значение pH<8,3. Общая щелочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию бикарбонатов.

Наличие растворимых карбонатов и гидроокисей повышает значение pH>8,3. Та часть общей щелочности, которая соответствует количеству кислоты, необходимой для понижения pH до 8,3, называется свободной щелочностью (Р). Количество титрованного раствора, израсходованного для достижения pH=8,3, эквивалентно свободной щелочи; количество, необходимое для достижения pH=4,5, эквивалентно общей щелочности. Если pH воды меньше 4,5, то ее щелочность равна нулю.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019-79.

5.3 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004-90.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории и владеющих техникой метода потенциометрического титрования.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5)°С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- напряжение в сети (220±22) В.

8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1 Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты (1:1), а затем дистиллированной водой.

8.3 Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 300 $см^3$.

8.4 Щелочность, особенно свободную, следует определять сразу после отбора пробы. Если это невозможно, отбирают полную бутыль и определяют щелочность не позднее, чем через 24 ч.

8.5 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка прибора

9.1.1 Подготовку иономера или pH-метра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.1.2 Настройку прибора проводят по буферным растворам, приготовленным по п. 9.9.2 (ежедневно прибор проверяют по двум буферным растворам и один раз в неделю по всем буферным растворам). После настройки прибора электроды промывают дистиллированной водой, удаляют избыток влаги фильтровальной бумагой или обтирают тонкой мягкой тканью.

В нерабочее время электроды хранят в дистиллированной воде.

9.1.3 Разборку, заполнение и сборку электрода сравнения проводят в точном соответствии с инструкцией по заполнению электрода электролитом, приведенной в паспорте к электроду.

9.1.4 Подготовку стеклянного (измерительного) электрода проводят в строгом соответствии с паспортом к электроду.

9.2 Приготовление растворов и реактивов

9.2.1 Дистиллированная вода, свободная от растворенной углекислоты

Дистиллированную воду для стандартных буферных растворов кипятят 30 мин для удаления растворенной углекислоты. Охлаждают до комнатной температуры в колбе, закрытой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка.

9.2.2 Приготовление стандартных буферных растворов с pH=1,68, pH=6,86, pH=9,18

Стандартные буферные растворы готовят из стандарт-титров в соответствии с инструкцией к пользованию стандарт-титрами для pH-метрии.

В случае измерения pH раствора, превышающего указанный диапазон значений стандартных буферных растворов, применяют буферные растворы, охватывающие диапазон измерений.

Допускается приготовление буферных растворов в рабочем диапазоне значений pH согласно ГОСТ 4919.2-77 «Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов».

Буферные растворы хранят в плотно закрытой полиэтиленовой (щелочные) или стеклянной посуде не более 2-х месяцев.

9.2.3 Приготовление раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм^3 эквивалента

При приготовлении из стандарт-титра раствор готовят согласно инструкции.

При отсутствии стандарт-титра раствор готовят из концентрированной соляной кислоты. Пипеткой вместимостью 10 см^3 помещают 8,5 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 с предварительно налитой дистиллированной водой в объеме (200 - 300) см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения 6 месяцев в стеклянной посуде в месте, защищенном от попадания прямых солнечных лучей.

Коэффициент поправки соляной кислоты устанавливают в соответствии с ГОСТ 25794.1-83 «Реактивы. Методы приготовления титрован-

ных растворов для кислотно-основного титрования» по 0,1 моль/дм^3 эквивалента раствору натрия углекислого и проверяют 1 раз в месяц (п.9.3).

9.2.4 Приготовление электролита

Навеску 60,0 г хлористого калия помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды. Нагревают раствор до температуры (60±2)°С, перемешивают раствор до полного растворения кристаллов хлористого калия. Охлаждают раствор до температуры (20±2)°С, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в стеклянной посуде в течение 6 месяцев.

9.2.5. Приготовление раствора натрия углекислого с концентрацией 0,1 моль/дм^3 эквивалента

Натрий углекислый предварительно прокаливают при температуре 270-300°С до постоянной массы в день установки титра. Охлаждают в эксикаторе. Затем берут навеску 5,3000 г и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в небольшом количестве свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и доводят до метки такой же водой.

Для предотвращения поглощения CO_2 из воздуха раствор хранят в герметично закрытой склянке. Раствор хранят не более 3 месяцев.

9.3 Определение поправочного коэффициента для раствора соляной кислоты

Отбирают 20 см^3 раствора натрия углекислого, разбавляют до 100 см^3 свободной от CO_2 дистиллированной водой и титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм^3 эквивалента, строго соблюдая те же условия, что и при определении общей щелочности (п. 10.2). Особенно следует соблюдать рекомендованные условия продувания воздухом. Титрование повторяют дважды и, если расхождение между объемами раствора соляной кислоты не превышает 0,02 см^3, за результат титрования принимают среднее арифметическое значение.

Коэффициент поправки для раствора соляной кислоты находят по формуле:

$$K = \frac{V_н}{V_к}, \qquad (1)$$

где К –коэффициент поправки раствора соляной кислоты;

$V_н$ – объем раствора карбоната натрия, взятый для титрования, см^3;

$V_к$ – объём раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Если при предварительном определении было установлено, что вода имеет свободную щелочность (pH=8,3, реакция по фенолфталеину), то наряду с общей щелочностью определяют также и свободную щелочность.

10.1 Определение свободной щелочности (Р)

Отбирают 100 см^3 анализируемой пробы воды. Воду с высокой щелочностью берут в меньшем количестве и доводят объем приблизительно до 100 см^3 прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой. Помещают в стаканчик для титрования, погружают магнитную вертушку и устанавливают на магнитную мешалку. Опускают и закрепляют электроды таким образом, чтобы шарик измерительного электрода полностью находится в жидкости. Закрепляют в штативе бюретку над стаканчиком. Включают мешалку. Титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм^3 эквивалента до установления pH=(8,3±0,1). Показания считают установившимися не ранее чем через 1,5 минут после прекращения дрейфа показаний измерительного прибора. Во избежание перетитровывания, вблизи точки эквивалентности (pH=8,3) раствор подают по каплям.

Производят отсчет количества титрующего раствора на проведение титрования до pH=8,3 (V_1, см^3) по бюретке.

Выполняют по два параллельных определения.

10.2 Определение общей щелочности (М)

Отмеряют 100 см^3 пробы или используют раствор после определения свободной щелочности, помещают в стаканчик для титрования и продувают воздухом в течение 2-3 мин, используя микропроцессор или аппарат КИП, устанавливают на магнитную мешалку. Опускают и закрепляют электроды таким образом, чтобы шарик измерительного электрода полностью находился в жидкости. Закрепляют в штативе бюретку над стаканчиком. Включают мешалку. Титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм^3 эквивалента до установления pH=(4,5±0,1). Снова

продувают воздух в течение 2-3 мин и, если показания прибора изменились, то дотитровывают.

Показания считают установившимися не ранее, чем через 1,5 минут после прекращения дрейфа показаний измерительного прибора. Во избежание перетитровывания, вблизи точки эквивалентности (pH=4,5) раствор подают по каплям.

Производят отсчет количества титрующего раствора на проведение титрования до pH=4,5 (V_2, $см^3$) по бюретке.

Выполняют по два параллельных определения.

***10.3** После измерений электроды ополаскивают дистиллированной* водой и протирают фильтровальной бумагой или мягкой тканью.

Если возникает необходимость обезжирить электрод, то его протирают мягкой тканью, смоченной этиловым спиртом и затем несколько раз ополаскивают дистиллированной водой и протирают мягкой тканью.

При необходимости электрод регенерируют погружением на 2 часа в 2%-ный раствор соляной кислоты и далее тщательно промывают дистиллированной водой.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Расчет свободной (Р) и общей (М) щелочности, $мг/дм^3$ эквивалента, рассчитывают по формулам

$$P = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{пр}}, \qquad (2)$$

$$M = \frac{V_2 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{пр}}, \qquad (3)$$

где V_1 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование до pH=8,3 от исходного значения pH, $см^3$;

V_2 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование до pH=4,5 от исходного значения pH, $см^3$;

N - концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 $моль/дм^3$ эквивалента;

K - коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

$V_{пр}$ - объем пробы, взятый для анализа, $см^3$.

11.2 За результат анализа $P_{ср}$ (свободной щелочности) и $M_{ср}$ (общей щелочности) принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений P_1 и P_2 ; M_1 и M_2

$$P_{ср} = \frac{P_1 + P_2}{2}, \qquad (4)$$

$$M_{ср} = \frac{M_1 + M_2}{2}, \qquad (5)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|P_1 - P_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot P_{ср} \text{ или } |M_1 - M_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot M_{ср}, \qquad (6)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

При невыполнении условия (6) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 2.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 2 - Значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R,%
От 0,005 до 0,1 вкл.	25	34
Св. 0,1 до 1 вкл	20	31
Св. 1 до 10 вкл	14	25

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$P_{ср} \pm \Delta$, P=0,95, $M_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot P_{ср}. \text{ или } \Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot M_{ср}. \qquad (7)$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$P_{ср}\ (M_{ср}) \pm \Delta_л,\ P=0{,}95,$$

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $P_{ср}\ (M_{ср})$- результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm\ \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \qquad (8)$$

где $X'_{ср}$ - результат анализа щелочности в пробе с известной добавкой (гидрокарбонат-ион) – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 11.2;

$X_{ср}$ - результат анализа щелочности в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 11.2.

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (9)$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации гидрокарбонатов в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| C_{ср} - C \right|, \qquad (11)$$

где $C_{ср}$ - результат анализа щелочности в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 11.2;

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (12)$$

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

gost.e-ecolog.ru