ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя
Госкомэкологии России

А.А. Соловьянов

2000 г.

Методические рекомендации по проверке качества химических реактивов, используемых при выполнении количественного химического анализа

ПНД Ф 12.10.1-2000

Москва, 2000

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения 3

2. Нормативные ссылки 4

3. Термины и определения 5

4. Обозначения и сокращения 5

5. Методы контроля качества реактивов 6

6. Проверка качества реактива на соответствие требованиям нормативного документа, устанавливающего показатели его качества 6

7. Оценка качества реактива по процедуре контроля точности КХА 7

8. Планирование эксперимента по процедуре контроля точности КХА 9

9. Оформление результатов контроля качества химических реактивов 11

10. Техника безопасности и охрана окружающей среды при проверке качества реактивов 15

Приложение 1 (справочное). Указатель реактивов 16

Приложение 2 (справочное). Государственные стандарты на реактивы и особо чистые вещества 23

Приложение 3 (справочное). Оценка среднего значения систематического отклонения по непараметрическому критерию t′ (при неизвестной дисперсии) 41

Приложение 4 (справочное). Оценка среднего значения систематического отклонения по U-критерию (при известной дисперсии) 42

Приложение 5 (справочное). Критерии Диксона (Q) и Смирнова-Граббса (β), t и t′-критерии 43

Приложение 6 (рекомендуемое). Журнал регистрации результатов проверки качества реактивов с истекшим гарантийным сроком хранения 44

Настоящий нормативный документ распространяется на реактивы, используемые при выполнении количественного химического анализа, в том числе и на реактивы с истекшим гарантийным сроком хранения, и устанавливает организацию и способы проверки их пригодности к применению.

Нормативный документ рекомендует порядок и содержание работ по проверке качества химических реактивов (далее - контроль реактивов) для использования при выполнении количественного химического анализа и предназначен для применения в лабораториях (инспекциях), осуществляющих государственный экоаналитический контроль или производственный экоаналитический контроль объектов окружающей среды (далее - лаборатория).

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Нормативный документ распространяется на реактивы отечественного и зарубежного производства, выпускаемые серийно, по окончании гарантийного срока их хранения или же без указания срока гарантийного хранения, а также на реактивы, изготовленные разовыми партиями, в том числе неспециализированными организациями.

1.1.1. Нормативный документ (п. 8.6) может быть применен при выяснении причин, возможно вызванных качеством реактивов, если на результаты, полученные по методике, в которой используются реактивы с гарантийным сроком хранения, получены рекламация или неудовлетворительные результаты при арбитражном контроле или внешнем или внутреннем лабораторном контроле точности.

1.2. Контроль реактивов проводится лабораторией с целью проверки их пригодности для количественного химического анализа, выполняемого по конкретным стандартизованным или аттестованным методикам. Контроль реактивов основан на применении методик, изложенных в нормативных документах на реактивы, стандартных образцов состава и аттестованных смесей.

1.3. Использование реактива, признанного по настоящему нормативному документу пригодным к применению, прекращается, если на результаты, полученные по методике, в которой данный реактив используется, получена рекламация, или получены неудовлетворительные результаты при арбитражном контроле, или внешнем и внутреннем лабораторном контроле точности.

При этом выявление причин, приведших к рекламации или к неудовлетворительным показателям контроля точности и возможно вызванных качеством реактивов, признанным по настоящему нормативному документу пригодным к применению, проводится по алгоритму, изложенному в п. 8.6 настоящего нормативного документа.

1.4. Основанием для возобновления применения такого реактива является выявление и устранение причин, приведших к рекламации или к неудовлетворительным показателям контроля точности, которые подтверждаются распоряжением начальника лаборатории о мероприятиях, направленных на обеспечение требований для получения достоверных результатов анализа.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы:

2.1. ГОСТ 8.315 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Общие положения.

2.2. ГОСТ 12.0.003 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.

2.3. ГОСТ 12.0.004 ССБТ. Организация обучения безопасности труда.

2.4. ГОСТ 12.1.004 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

2.5. ГОСТ 12.1.019 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

2.6. ГОСТ 12.4.009.ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

2.7. ГОСТ 12.4.021.ССБТ. Системы вентиляции. Общие требования.

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

2.9. ГОСТ 15895 Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения.

2.10. ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.

2.11. ГОСТ 27384 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.

2.12. ГОСТ Р 8.563 ГСИ. Методики выполнения измерений.

2.13. РД 50-674-88 Методические указания. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Основные положения.

2.14. МИ 2334-95 ГСИ. Смеси аттестованные. Порядок разработки, аттестации и применения.

2.15. МИ 2335-95 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

2.16. Государственные стандарты, устанавливающие показатели качества реактивов (перечень ГОСТ приведен в Приложении 1).

3. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. Проба, объем пробы, точечная проба, подготовка пробы - по ГОСТ 15895.

3.2. Методики выполнения измерений – по ГОСТ Р 8.563.

3.3. Стандартные образцы – по ГОСТ 8.315.

3.4. Аттестованная смесь - по МИ 2334-95.

3.5. Количественный химический анализ – по РД 50-674-88.

4. ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

МВИ - методика выполнения измерений.

НД - нормативный документ.

КХА – количественный химический анализ.

СО – стандартный образец, ГСО – государственный СО, ОСО - отраслевой СО.

АС – аттестованная смесь.

ТУ – технические условия.

5. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА РЕАКТИВОВ

5.1. Фасовка, упаковка и маркировка контролируемого реактива должны соответствовать требованиям ГОСТ 3885.

5.2. Проверка качества реактивов, указанных в п. 1.1., может быть осуществлена в результате:

- проверки качества реактива на соответствие требованиям НД, устанавливающего показатели его качества (ГОСТ, технические условия на реактив или ТУ на реактив. Приложения 1 и 2),

- оценки качества реактива по процедуре контроля точности выполнения КХА по МВИ, в которой используется реактив с истекшим сроком хранения.

Примечание. Для реактива, прошедшего контроль одним из выше приведенных способов, дополнительная проверка его другим способом не требуется.

6. ПРОВЕРКА КАЧЕСТВА РЕАКТИВА НА СООТВЕТСТВИЕ ТРЕБОВАНИЯМ НОРМАТИВНОГО ДОКУМЕНТА, УСТАНАВЛИВАЮЩЕГО ПОКАЗАТЕЛИ ЕГО КАЧЕСТВА

6.1. Контроль реактива на соответствие требованиям НД на реактив проводится, если на реактив с истекшим гарантийным сроком хранения имеется ГОСТ или ТУ и в лаборатории имеются условия (средства измерения, реактивы и т.п.) для проверки его качества. При этом контроль реактива должен осуществляться по методике, изложенной в НД на реактив, с выполнением общих указаний по проведению испытаний, рекомендуемых ГОСТ 27025. Перечень ГОСТ на реактивы и особо чистые вещества приведены в Приложениях 1 и 2.

6.2. При положительной оценке качества реактива срок его хранения может быть продлен на срок хранения, указанный в НД на проверяемый реактив.

7. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РЕАКТИВА ПО ПРОЦЕДУРЕ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ КХА

7.1. Оценка качества реактива по процедуре контроля точности КХА проводится, если на реактив отсутствует ГОСТ или ТУ, или реактив выпускается без указания гарантийного срока хранения, или если в лаборатории отсутствуют условия для его проверки по ГОСТ или ТУ.

7.2. Контроль качества реактива проводят по стандартизованным или аттестованным (*в соответствии с требованиями* ГОСТ Р 8.563) *методикам* при незначимой систематической составляющей погрешности, в которых используется проверяемый реактив. Качество реактива оценивается по алгоритмам контроля точности КХА:

– с использованием одного или нескольких СО или АС;

– методом добавок;

– с использованием контрольной методики или методики, в которой данный реактив не используется, или с помощью той же методики, но с реактивом с не истекшим гарантийным сроком хранения (этот способ применяется на рабочих пробах, если необходимые СО и АС отсутствуют). При этом контрольная методика, используемая для сопоставления, должна иметь воспроизводимость не хуже воспроизводимости МВИ, предусматривающей применение проверяемого реактива, при незначимой систематической составляющей погрешности.

7.3. Контролю подлежат используемые в МВИ:

– реактивы, изменение качества которых может сказаться на метрологических характеристиках методики (это реактивы, используемые для приготовления смесей и растворов, применяемых при построении градуировочных графиков, установлении концентрации растворов титрантов и контроле правильности анализов, в т.ч. и для приготовления АС, и т.п.)

– прочие реактивы (это реактивы, используемые в МВИ, но не оказывающие существенного влияние на ее метрологические характеристики).

Перечень реактивов, качество которых может сказаться на метрологических характеристиках МВИ и тех, которые не оказывают существенного влияния на метрологические характеристики МВИ, утверждается начальником лаборатории или ответственным за качество выполнения КХА.

7.3.1. Качество реактивов, оказывающих влияние на метрологические характеристики МВИ, оценивается по специально спланированной и организованной процедуре контроля точности КХА, изложенной в разделе 8.

7.3.2. Контроль качества прочих реактивов проводится также по процедуре контроля точности КХА, а результаты контроля точности обсчитываются в соответствии с требованиями раздела 8.

При контроле одного реактива, оказывающего влияние на метрологические характеристики МВИ, может осуществляться контроль качества не более трех реактивов, не оказывающих существенного влияния на метрологические характеристики МВИ. При положительных результатах контроля точности КХА прочие реактивы считаются пригодными к применению только в контролируемой МВИ.

7.4. Периодичность контроля реактивов должна составлять одну треть гарантийного срока хранения, указанного в соответствующем нормативном документе на данный реактив (или на этикетке), но не чаще одного раза в полугодие. Если дата изготовления (или срок гарантийного хранения) не указаны, качество реактива контролируют один раз в полугодие (за исключением реактивов, срок гарантийного хранения которых шесть месяцев и менее).

7.5. Если в лаборатории реактив с просроченным гарантийным сроком хранения используется в нескольких МВИ, основанных на принципиально различных методах измерений, проверку реактива проводят по каждой МВИ.

7.6. Если реактив используется в нескольких МВИ, основанных на сопоставляемых методах измерений, его контроль проводится по методике, обладающей лучшей воспроизводимостью; при близких характеристиках воспроизводимости выбирают методику, используемую для проведения наиболее ответственного или массового для данной лаборатории анализа.

7.7. Если методикой КХА предусмотрено использование реактива для определения нескольких компонентов, то контроль реактива проводится при определении двух или более компонентов, для которых установлены наиболее жесткие нормативы контроля точности.

8. ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА ПО ПРОЦЕДУРЕ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ КХА

8.1. Контроль реактивов проводят во всем диапазоне содержаний определяемого компонента (вещества), при этом экспериментальной проверкой должен быть охвачен каждый интервал содержаний, который характеризуется постоянством погрешности результата определения.

8.2. При контроле реактивов следует точно соблюдать процедуры выполнения анализа, предусмотренные контролируемой МВИ. Анализ пробы (проб) должен проводиться в разные дни и желательно не менее чем двумя квалифицированными аналитиками лаборатории. Результаты анализа проб должны быть зафиксированы в рабочих журналах лаборатории или исполнителей.

8.3. При отрицательном результате контроля хотя бы одного контролируемого интервала содержаний реактив изымают из употребления.

8.4. Контроль реактивов может быть осуществлен по результатам:

- оперативного внутрилабораторного контроля точности,

- специально спланированной экспериментальной проверки.

8.5. Оценка качества реактивов по результатам оперативного внутрилабораторного контроля точности проводится в соответствии с МИ 2335-95 и алгоритмами контроля, указанным в МВИ.

8.5.1. Контроль реактива оценивается в соответствии с требованиями п. 7.2.

8.5.2. При контроле реактива по сопоставлению результатов анализа проб двумя методиками результаты контрольных анализов, полученные с использованием методики, в которой данный реактив не используется, или с помощью той же методики, но с использованием реактива с не истекшим гарантийным сроком хранения, принимаются за установленные содержания.

8.5.3. Контроль реактива проводят не менее чем по трем результатам оперативного внутрилабораторного контроля точности. При этом если все результаты контроля признаны удовлетворительными, реактив признается пригодным к применению по данной МВИ и срок гарантийного хранения продляется на одну треть срока, устанавливаемого НД на его показатели качества.

8.5.4. Если один из результатов оперативного внутрилабораторному контроля точности признан неудовлетворительным или если отклонения между результатами оперативного контроля и контрольными характеристиками проб имеют один знак, то проводят дополнительно 1-2 процедуры проверки и обсчет результатов контроля реактива проводят по алгоритму, изложенному в п. 8.6.

8.6. Для проверки качества реактива при специально спланированном эксперименте, в интервале содержаний, характеризующемся постоянством погрешности, для одной и той же (или нескольких) пробы необходимо получить не менее четырех независимых результатов ($k \geq 4$).[1] Каждый результат это среднее из двух параллельных определений ($n=2$).

8.6.1. Оценка пригодности реактива для выполнения КХА включает проверку значимости среднего систематического отклонения (расхождения) по:

- непараметрическому критерию t' (Дисперсия неизвестна; $k \geq 4$. Схема расчета приведена в Приложении 3. Значения t' приведены в Приложении 5 в таблице 2) или

- U-критерию (Дисперсия результатов известна; $k \geq 8$. Схема расчета приведена в Приложении 4. Значения t приведены в Приложении 5 в таблице 2.)

---

[1] В каждом узком интервале содержаний при анализе:

♦ одного стандартного образца (или АС) может быть получено четыре и более независимых результата ($k \geq 4$);

♦ двух или более стандартных образцов (или АС) может быть получено также четыре или более независимых результата ($k \geq 4$). Например, если анализируют два СО, то необходимо при $k=4$ получить три результата для одного СО и один – для другого СО или по два результата для каждого из СО; если - три СО, то два результата для одного СО и по одному результату для двух других СО и т.п.

Если рассчитанные значения непараметрического критерия t' или U-критерия меньше табличных (Приложения 5, таблица 2), то систематическое отклонение незначимо и реактив признается пригодным к применению по данной МВИ и срок гарантийного хранения может быть продлен на одну треть срока, устанавливаемого НД на его показатели качества.

8.6.2. При использовании U- и t'- критериев предварительно решается вопрос об анормальности результатов (о наличии грубых промахов). Критериями анормальности являются критерии Смирнова-Граббса и Диксона (Приложение 5, таблица 1), соответственно для известной и неизвестной дисперсии. Исключение резко отклоняющихся результатов требует большой осторожности и внимательного анализа условий, в которых получился этот результат. При числе результатов $4 \le k < 12$ по статистическим соображениям допускается отбрасывать (и переделать) не более 1-2 результатов, при числе результатов $k \ge 12$ - не более трех. Если требуется отбросить более трех результатов, дальнейшие расчеты не выполняют, а делают вывод о непригодности реактива.

Примеры оценки качества реактивов даны по непараметрическому критерию t' (таблицы 1 и 2) и по U-критерию (таблица 3).

9. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ

9.1. Результаты контроля качества химических реактивов, выполненного в соответствии с разделами 5-8, отражаются в специальном журнале.

9.2. Учет прошедших контроль и допущенных к последующему применению реактивов ведется в порядке, установленном в лаборатории. При этом устанавливается срок следующей проверки реактива.

Таблица 1

Проверка качества **дифенилкарбазида** при фотометрическом определении хрома (VI) в сточных водах (ПНД Ф 14.1:2.52-96) с помощью непараметрического критерия t' (дисперсия результатов неизвестна). Гарантийный срок хранения реактива два года. Результаты приведены в таблице.

Определяемый компонент	Дата выполнения анализа	Аналитик	Содержание хрома (VI), мг/дм^3				Отклонение, мг/дм^3
			C_o введено	C_{1i} найдено	C_{2i} найдено	Среднее $\bar{C}_1$	$\Delta_i = C_i - C_o$
Хром (VI)	5.05	A	1,00	0,95	0,00	0,98	-0,02
	7.05	B	1,00	1,0	0,95	0,98	-0,02
	10.05	B	1,00	1,05	0,90	0,98	-0,02
	14.05	A	1,00	1,05	1,00	1,02	0,02
	17.05	B	1,00	1,10	1,00	1,05	0,05
	20.05	A	1,00	1,32	1,30	1,31	0,31

Размах W_Δ, мг/дм^3, при k=6: $W_\Delta = \Delta_{max} - \Delta_{min} = [0,31-(-0,02)] = 0,33$.

Табличное значение критерия $Q_{0,05}(6) = 0,560$ **при k=6.**

$Q_{max} = (\Delta_{max} - \Delta_{max-1}) / W_\Delta = (0,31 - 0,05) / 0,33 = 0,788$.

$Q_{max} > Q_{0,05}(6) = 0,560$. Результат 0,31 отбрасывается

$Q_{min} = (\Delta_{min+1} - \Delta_{min}) / W_\Delta = [-0,02 - (-0,02)] / 0,33 = 0$.

$Q_{min} < Q_{0,05}(6)$

Размах, W_Δ, мг/дм^3 при **k=5:** $W_\Delta = [0,05-(-0,02)] = 0,07$.

Табличное значение критерия $Q_{0,05}(5) = 0,642$ при **k=5** .

Отношение: $Q_{max} = (0,05 - 0,02)/0,07 = 0,428$; $Q_{min} = [-0,02-(-0,02)]/0,07 = 0$.

$Q_{max} < Q_{0,05}(5)$; $Q_{min} < Q_{0,05}(5)$; Промахов нет.

Среднее отклонение после отбраковки, мг/дм^3 : $\bar{\Delta} = (\sum_{i=1}^{k} \Delta_i) / k = 0,01/5 = 0,002$.

Критерий $t'_{расч.} = |\bar{\Delta}| / W_\Delta = |0,002| / 0,07 = 0,028$. Табл. значение критерия $t'_{0,05}(5) = 0,388$ при **k=5**

$t'_{расч} < t'_{0,05}(5)$ Систематическое отклонение незначимо

Срок годности реактива **дифенилкарбазида** может быть продлен на восемь месяцев

Таблица 2

Проверка качества **бария хлорида 2-водного** (ГОСТ 4108) при турбидиметрическом определении сульфат-иона в природной воде (ПНД Ф 14.1:2.159-2000) по результатам анализа трех контрольных проб с помощью непараметрического t'-критерия (дисперсия результатов неизвестна). Гарантийный срок хранения реактива три года.

Определяемый компонент	КП для контроля	Дата выполнения анализа	Аналитик	Концентрация, мг/дм^3				Отклонение, мг/дм^3
				C_0 введено	C_{1i} найдено	C_{2i} найдено	Среднее $\overline{C}_i$	$\Delta_i=\overline{C}_i-C_0$
Сульфат-ион	1	6.09	А	20,41	21,40	22,10	21,75	1,34
	2	9.09	В	20,34	22,35	22,19	22,27	1,93
	3	11.09	А	20,30	21,65	22,35	22,0	1,70
	2	24.09	В	20,34	22,46	23,37	22,92	2,58
Размах W_Δ, мг/дм^3, при k=4: $W_\Delta=\Delta_{max}-\Delta_{min}=[2,58-(1,34)]=1,24$.								7,55
Вычисляем: $Q_{max}=(\Delta_{max}-\Delta_{max-1})/W_\Delta=(2,58-1,94)/1,24=0;516$ $Q_{min}=(\Delta_{min+1}-\Delta_{min})/W_\Delta=[1,70-1,34]/1,24=0,290$.								
Табличное значение критерия $Q_{0,05}(k)=0,765$ при k=4.								
$Q_{max}<Q_{0,05}(4)$; $Q_{min}<Q_{0,05}(4)$; Промахов нет								
Среднее отклонение, мг/дм^3: $\bar{\Delta}=(\sum_{i=1}^{k}\Delta_i)/k=7,55/4=1,89$								
Критерий $t'_{расч}=\lvert\bar{\Delta}\rvert/W_\Delta=\lvert1,89\rvert/1,24=1,524$. Табличное значение критерия $t'_{0,05}(k)=0,529$ при k=4. $t'_{расч}>t'_{0,05}(4)$ **Систематическое отклонение значимо.**								

Реактив бария хлорид 2-водный следует заменить

Таблица 3

Проверка качества **ртути (II) –азотнокислой 1-водной (ГОСТ 4520),** используемой при меркуриметрическом определении хлорид-иона в сточных водах (ПНД Ф 14.1:2.111-97). Дисперсия результатов известна. Гарантийный срок хранения 3 года.

Определяемый компонент	Дата выполнения анализа	Аналитик	Концентрации, мг/дм^3				Отклонение, $\Delta_i = C_i - C_o$
			Введено в пробу, C_o	C_{1i}	C_{2i}	Среднее $\bar{C}_i$	
Хлорид-ион	16.06	A	12,85	12,50	12,80	12,65	-0,20
	19.06	B		12,40	12,65	12,53	-0,32
	21.06	B		12,54	12,66	12,60	-0,25
	24.06	A		12,70	12,95	12,85	0,00
	27.06	C		12,40	12,60	12,50	-0,35
	28.06	A		12,46	12,80	12,63	-0,22
	30.06	B		12,60	12,50	12,55	-0,30
	31.06	C		12,65	12,95	12,80	-0,05
						$\sum_{i=1}^{k=8} \Delta_i$ =	-1,69

Число результатов k=8.

Допустимое относительное среднее квадратическое отклонение (по методике), % отн., $\sigma = 4,5$

Допустимое абсолютное среднее квадратическое отклонение, мг/дм^3: $\sigma_д = \sigma \cdot C_o / 100 = 4,5 \quad 12,85 / 100 = 0,58$

Максимальное отклонение, мг/дм^3: $|\Delta_{max}| = 0,35$

Среднее отклонение, мг/дм^3: $\bar{\Delta} = (\sum_{i=1}^{k} \Delta_i) / k = (-1,69)/8 = -0,21$

Вычисляем $\beta_{расч} = |\Delta_{max}| / \sigma_д = 0,35 / 0,58 = 0,60.$

Табличное значение критерия при k = 8 $\beta_{0,2}(8) = 2,206.$ $\beta_{расч} < \beta_{0,2}(8)$ Промахов нет

Вычисляем $U_{расч.} = |\bar{\Delta}| \cdot \sqrt{k} / \sigma_д = 0,21 \cdot \sqrt{8} / 0,58 = 1,02.$

Табл. значение критерия $U_{0,05} = 1,96.$ $U_{расч} < U_{0,05}$ **Систематическая погрешность незначима**

Срок годности реактива **ртуть (II) –азотнокислая 1-водная** может быть продлен на один год

9.3. На этикетке потребительской тары делается отметка о продлении срока гарантийного хранения или указывается срок следующей проверки.

10. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ПРОВЕРКЕ КАЧЕСТВА РЕАКТИВОВ

10.1. При отборе и подготовке пробы реактива и проведении КХА опасными и вредными производственными факторами в соответствии с классификацией, устанавливаемой ГОСТ 12.0.003, могут быть выделены следующие:

повышенная запыленность и загазованность воздуха рабочей зоны и действие токсичных и канцерогенных веществ при проникновении в организм человека через органы дыхания;

недостаток освещенности рабочего места.

10.2. Производственные помещения, в которых производится КХА, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

10.3. Электрическое оборудование, применяемое при выполнении КХА проб, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019.

10.4. Порядок, виды обучения и проверку знаний по безопасности труда следует проводить по ГОСТ 12.0.004.

10.5. Помещения лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ашмарин И.П., Васильев Н.Н., Амбросов В.А. Быстрые методы статистической обработки и планирование эксперимента. Л:, ЛГУ, 1979.

2. Дорфель К.. Статистика в аналитической химии. М., "Мир", 1969

3. Методика контроля химических реактивов на базе применения стандартных образцов. М 11-90. ИСО Чермет. Свердловск. 1990.

4. Управление качеством аналитических работ. Контроль качества химических реактивов. МУ №75. ВИМС, М., 1997.

5. Рекомендации. ГСИ. Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения по результатам внутрилабораторного контроля точности измерений. МИ 2600-2000. Екатеринбург, 2000 г.

Приложение 1

(справочное)

Указатель реактивов

Наименование реактива	Номер ГОСТ
1,4-Диоксан.	10455
N, N-диметиланилин.	5855
п-Аминодиэтиланилинсульфат	24801
Агар микробиологический	17206
Алюминий азотнокислый 9-водный	3757
Алюминий сернокислый 18-водный	3758
Алюминий хлористый 6-водный	3759
Алюминия гидроокись	11841
Аммиак водный	3760
Аммиак водный особой чистоты.	24147
Аммоний азотнокислый	22867
Аммоний бромистый	19275
Аммоний ванадиевокислый мета	9336
Аммоний двухромовокислый	3763
Аммоний молибденовокислый	3765
Аммоний надсернокислый	20478
Аммоний роданистый	27067
Аммоний сернокислый	3769
Аммоний углекислый	3770
Аммоний углекислый кислый	3762
Аммоний уксуснокислый	3117
Аммоний фосфорнокислый 3-водный	10651
Аммоний фосфорнокислый двузамещенный	3772
Аммоний фосфорнокислый однозамещенный	3771
Аммоний фтористый	4518
Аммоний фтористый кислый	9546
Аммоний хлористый	3773
Аммоний хромовокислый	3774
Аммоний щавелевокислый 1-водный	5712
Ангидрид уксусный	5815
Ангидрид фталевый.	5869
Анилин гидрохлорид.	5822
Анилин сернокислый.	5818
Анилин	5819
Ацетамид	684

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Ацетил хлористый.	5829
Ацетилацетон	10259
Ацетон	2603
Ацетон технический	2768
Барий азотнокислый	3777
Барий сернокислый	3158
Барий углекислый	4158
Барий фтористый	7168
Барий хлорид 2-водный	4108
Бария гидроокись 8-водная	4107
Бензальдегид	157
Бензол.	5955
Бром	4109
Бутанол-1.	6006
Висмут (III) азотнокислый 5-водный	4110
Висмута (III) окись	10216
Вода дистиллированная.	6709
Водорода перекись	177
Водорода пероксид	10929
Гидразин дигидрохлорид	22159
Гидразин сернокислый.	5841
Гидроксиламин сернокислый	7298
Гидроксиламина гидрохлорид	5456
Гидрохинон (парадиоксибензол)	19627
Глицерин.	6259
Д-глюкоза.	6038
Диметилглиоксим.	5828
Диметилформамид.	20289
Дитизон (диметилтиокарбазон). ТУ 6-09-07-1684-89	
Желатин	11293
Желатин-сырье для медицинской промышленности	23058
Железо (II) сернокислое 7-водное	4148
Железо (III) сернокислое 9-водное	9485
Железо (III) хлорид 6-водный	4147
Йод	4159
Йод технический	545
Кадмий азотнокислый 4-водный	6262
Кадмий йодистый	8421
Кадмий сернокислый	4456
Кадмий углекислый	6261
Кадмий хлористый 2,5-водный	4330

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Кадмия оксид	11120
Калий азотнокислый	4144
Калий азотнокислый	4217
Калий бромистый	4160
Калий бромноватокислый	4457
Калий двухромовокислый	4220
Калий дицианоаурат (I)	20573
Калий железистосинеродистый 3-водный	4207
Калий железосинеродистый	4206
Калий йодистый	4232
Калий йодноватокислый	4202
Калий йодноватокислый кислый	8504
Калий лимоннокислый 1-водный	5538
Калий марганцовокислый	20490
Калий надсернокислый	4146
Калий пиросернокислый	7172
Калий роданистый	4139
Калий сернокислый	4145
Калий сернокислый кислый	4223
Калий углекислый	4221
Калий углекислый - натрий углекислый	4332
Калий углекислый кислый	4143
Калий уксуснокислый	5820
Калий фосфорнокислый 7-водный	10075
Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный	2493
Калий фосфорнокислый однозамещенный	4198
Калий фтористый 2-водный	20848
Калий фтористый кислый	10067
Калий хлористый	4234
Калий хромовокислый	4459
Калий щавелевокислый 1-водный.	5868
Калий-натрий виннокислый 4-водный.	5845
Калия гидроокись	24363
Кальций азотнокислый 4-водный	4142
Кальций оксид	8677
Кальций углекислый	4530
Кальций уксуснокислый 1-водный	3159
Кальций фосфорнокислый двузамещенный 2-водный	3204
Кальций фосфорнокислый однозамещенный 1-водный	10091
Кальция гидроокись	9262
Карбамид.	6691

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Квасцы алюмоаммонийные	4238
Квасцы алюмокалиевые	4329
Квасцы хромокалиевые	4162
Кислота азотная	4461
Кислота азотная особой чистоты.	11125
Кислота аминоуксусная.	5860
Кислота бензойная.	10521
Кислота борная	9656
Кислота бромисто-водородная	2062
Кислота винная	5817
Кислота йодистоводородная	4200
Кислота кремниевая водная	4214
Кислота лимонная моногидрат и безводная	3652
Кислота малеиновая	9803
Кислота метафосфорная	841
Кислота муравьиная техническая	1706
Кислота муравьиная	5848
Кислота ортофосфорная	6552
Кислота салициловая (2-оксибензойная) техническая	624
Кислота серная	4204
Кислота серная особой чистоты	14262
Кислота соляная	3118
Кислота соляная особой чистоты.	14261
Кислота стеариновая.	9419
Кислота сульфаниловая.	5821
Кислота сульфосалициловая 2-водная	4478
Кислота уксусная	61
Кислота уксусная особой чистоты.	18270
Кислота уксусная синтетическая и регенерированная	19814
Кислота фталевая	4556
Кислота фтористоводородная	10484
Кислота щавелевая	22180
Кислота янтарная	6341
Кобальт (II) азотнокислый 6-водный	4528
Кобальт (II) кислый основной водный	5407
Кобальт (II) сернокислый 7-водный	4462
Кобальт (II) уксуснокислый 4-водный	5861
Кобальт (II, III) оксид	4467
Кобальт хлористый 6-водный	4525
Крахмал растворимый	10163
Кремний (IV) оксид	9428

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Магний нитрат 6-водный	11088
Магний оксид	4526
Магний сернокислый 7-водный	4523
Магний углекислый основной водный	6419
Магний хлористый 6-водный	4209
Марганец (II) сернокислый 5-водный	435
Марганец (II) углекислый основной, водный	7205
Марганец (II) уксуснокислый 4-водный	16538
Марганец (II) хлористый 4-водный	612
Марганца (IV) окись	4470
Меди (II) оксид	16539
Медь (I) хлорид	4164
Медь (II) сернокислая 5-водная	4165
Медь (II) углекислая основная	8927
Медь (II) уксуснокислая 1-водная	5852
Медь двухлористая 2-водная	4167
Метанол-яд	6695
Метиловый оранжевый (ТУ 6-09-4530-77)	
Метол (4-метиламинофенол сульфат)	25664
м-Фенилендиамин.	5826
Натрий углекислый кислый	4201
Натрий N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный	8864
Натрий азотистокислый	4197
Натрий азотнокислый	4168
Натрий вольфрамовокислый. 2-водный	18289
Натрий двууглекислый	2156
Натрий двухромовокислый 2-водный	4237
Натрий дифосфат 10-водный	342
Натрий йодистый 2-водный	8422
Натрий лимоннокислый 5,5-водный	22280
Натрий молибденовокислый 2-водный	10931
Натрий роданистый	10643
Натрий сернистокислый	195
Натрий сернистый 9-водный	2053
Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный	27068
Натрий сернокислый	4166
Натрий сернокислый кислый	6053
Натрий тетраборнокислый 10-водный	4199
Натрий углекислый	83
Натрий углекислый 10-водный	84
Натрий уксуснокислый 3-водный	199

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Натрий фосфорноватистокислый 1-водный	200
Натрий фосфорнокислый 12-водный	9337
Натрий фосфорнокислый двузамещенный	11773
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный	4172
Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный	245
Натрий фтористый	4463
Натрий хлористый	4233
Натрий щавелевокислый	5839
Натрий-аммоний фосфорнокислый двузамещенный 4-водный	4170
Натрия гидроокись	4328
Натрия сульфат 10-водный	4171
Натрия тиосульфат кристаллический	244
Никель (II) азотнокислый 6-водный	4055
Никель (II) сернокислый 7-водный	4465
Никель (II) углекислый основной водный	4466
Никель (II) хлорид 6-водный	4038
Никеля окись черная	4331
Олово (IV) оксид	22516
Пиридин	13647
Реактив Грисса. (ТУ 6-09-3569-74)	
Реактив Несслера. (ТУ 6-09-2089-77)	
Ртути окись желтая	5230
Ртуть (I) азотнокислая 2-водная	4521
Ртуть (II) азотнокислая 1-водная	4520
Сахароза.	5833
Свинец (II) азотнокислый	4236
Свинец (II) сернокислый	10539
Свинец (II) углекислый	10275
Свинец (II) углекислый основной	11840
Свинец (II) уксуснокислый 3-водный	1027
Семикарбазид гидрохлорид.	5842
Серебро азотнокислое	1277
Силикагель технический. (Взамен ГОСТ 3956 и 5.2286)	3956
Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N,, N,, - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)	10652
Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора)	4208
Спирт бензиловый	8751
Спирт изоамиловый	5830
Спирт изобутиловый технический	9536

Наименование реактива	Номер ГОСТ
Спирт изобутиловый	6016
Спитр этиловый ректификованный технический	18300
Спитр этиловый технический	17299
Стронций азотнокислый	5429
Стронций хлористый 6-водный	4140
Сульфит натрия безводный	5644
Тиомочевина	6344
Толуол	5789
Трибромметан	5851
Углерод четыреххлористый технический	4
Углерод четыреххлористый	20288
Фенилгидразин	8750
Фенол синтетический технический	23519
Фенолфталеин (ТУ 6-09-4530-77)	
Формалин технический	1625
Фурфурол	10930
Хлороформ	20015
Хром (III) азотнокислый 9-водный	4471
Хром (III) сернокислый 6-водный	4472
Хром (III) хлорид 6-водный	4473
Хрома (VI) оксид	3776
Циклогексан технический	14198
Цинк азотнокислый 6-водный	5106
Цинк сернокислый 7-водный	4174
Цинк уксуснокислый 2-водный	5823
Цинк хлористый	4529
Цинка окись	10262
Этиленгликоль	10164
Этиленгликоль	19710
Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты	22300
Эфиры этиловый и нормальный бутиловый уксусной кислоты технические	8981

Приложение 2

(справочное)

Государственные стандарты на реактивы и особо чистые вещества (по состоянию на 1 января 2001 г.)

Номер ГОСТ	Наименование ГОСТ	Классификация	Специфические свойства	Особые условия хранения	Гарантийный срок хранения, в годах
1	2	3	4	5	6
4	Углерод четыреххлористый технический. Технические условия.	чда, ч	Летучий	Темнота, плотно закрытая тара	
61	Кислота уксусная. Технические условия	хч, чда	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	1
83	Натрий углекислый. Технические условия	хч, чда			3
84	Натрий углекислый 10-водный. Технические условия	хч, чда	Выветривается		1
157	Бензальдегид. Технические условия	чда, ч	Запах горького миндаля		
177	Водорода перекись. Технические условия	чда	Разлагается при хранении	Темнота, плотно закрытая тара	3 месяца
195	Натрий сернистокислый. Технические условия	чда, ч	Выветривается		
199	Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия	хч, чда	Плавится при $T=58^0C$		3
200	Натрий фосфорноватистокислый 1-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
244	Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия	чда, ч			
245	Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается		
342	Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия	чда			3
435	Марганец (II) сернокислый 5-водный. Технические условия	хч, чда	Плавится при $T=54^0C$	Плотно закрытая тара	3
545	Йод технический. Технические условия	ч			

612	Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия	чда	Теряет крист. воду при t=58^{0}C		3
624	Кислота салициловая (2-оксибен-зойная) техническая. Технические условия	чда			3
684	Ацетамид. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
841	Кислота метафосфорная. Технические условия	ч			
1027	Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия	чда			3
1277	Серебро азотнокислое. Технические условия	чда	Ядовит	Плотно закрытая тара	3
1625	Формалин технический. Технические условия				
1706	Кислота муравьиная техническая. Технические условия.	чда, ч	Смешивается с водой		
2053	Натрий сернистый 9-водный. Технические условия	чда	Окисляется	Плотно закрытая тара	3
2062	Кислота бромисто-водородная. Технические условия	чда, ч	При стоянии выделяется бром и кислота		
2156	Натрий двууглекислый. Технические условия	хч, чда	Теряет воду	Плотно закрытая тара	1
2493	Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия	чда			3
2603	Ацетон. Технические условия	хч, чда	Летучий, легко воспламеняется	Плотно закрытая тара	3
2768	Ацетон технический. Технические условия		Летучий	Плотно закрытая тара	3
3117	Аммоний уксуснокислый. Технические условия	хч, чда			3
3118	Кислота соляная. Технические условия	хч, чда	Дымит	Специальное помещение, плотно закрытая тара	1
3158	Барий сернокислый. Технические условия	чда, ч			
3159	Кальций уксуснокислый 1-водный. Технические условия	чда, ч			

3204	Кальций фосфорнокислый двузамещенный 2-водный. Технические условия	чда, ч			
3652	Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается		3
3757	Алюминий азотнокислый 9-водный. Технические условия	хч, чда, ч			
3758	Алюминий сернокислый 18-водный. Технические условия	хч, чда, ч			
3759	Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
3760	Аммиак водный. Технические условия	хч, чда, ч	Летучий, острый запах	Плотно закрытая тара	1
3762	Аммоний углекислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч			
3763	Аммоний двухромовокислый. Технические условия	чда, ч			
3765	Аммоний молибденовокислый. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается, теряя часть аммиака		3
3769	Аммоний сернокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
3770	Аммоний углекислый. Технические условия	хч, чда, ч			
3771	Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия	хч, чда, ч			
3772	Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия	хч, чда, ч			
3773	Аммоний хлористый. Технические условия	хч, чда, ч			
3774	Аммоний хромовокислый. Технические условия	чда, ч			
3776	Хрома (VI) оксид. Технические условия				
3777	Барий азотнокислый. Технические условия	хч, чда, ч	Ядовит, гигроскопичен		3
3956	Силикагель технический. Технические условия. (Взамен ГОСТ 3956 и 5.2286)		Поглощает влагу	Плотно закрытая тара	3

4038	Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается, гигроско пичен		
4055	Никель (II) азотнокислый 6-водный. Технические условия	чда, ч			
4107	Бария гидроокись 8-водная. Технические условия	хч, чда, ч			
4108	Барий хлорид 2-водный. Технические условия	хч, чда	Ядовит		3
4109	Бром. Технические условия	хч, чда, ч	Удушливый запах		
4110	Висмут (III) азотнокислый 5-водный. Технические условия	чда, ч	В воде разлагается		
4139	Калий роданистый. Технические условия	хч, чда	Гигроско пичен, светочувствителен	Темнота, Плотно закрытая тара	1
4140	Стронций хлористый 6-водный. Технические условия	чда, ч			
4142	Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		
4143	Калий углекислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		
4144	Калий азотнокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4145	Калий сернокислый. Технические условия	хч, чда			3
4146	Калий надсернокислый. Технические условия	чда, ч			
4147	Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия	хч, чда	Гигроскопичен	Плотно закрытая тара	3
4148	Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия	хч, чда, ч			
4158	Барий углекислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4159	Йод. Технические условия	чда, ч			
4160	Калий бромистый. Технические условия	чда, ч			
4162	Квасцы хромокалиевые. Технические условия	чда, ч			
4164	Медь (I) хлорид. Технические условия	чда, ч			
4165	Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия	хч, чда, ч	Теряет крист. воду при $t=100^0C$	Плотно закрытая тара	3

4166	Натрий сернокислый. Технические условия	хч, чда, ч			3
4167	Медь двухлористая 2-водная. Технические условия	чда, ч			
4168	Натрий азотнокислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		
4170	Натрий-аммоний фосфорнокислый двузамещенный 4-водный. Технические условия	хч, чда, ч			
4171	Натрия сульфат 10-водный. Технические условия				
4172	Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается		
4174	Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия	хч, чда, ч			
4197	Натрий азотистокислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен, в растворе переходит в нитрат	Темнота	3
4198	Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		3
4199	Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия	хч, чда, ч			3
4200	Кислота йодистоводородная. Технические условия	чда, ч	Светочувствителен		
4201	Натрий углекислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4202	Калий йодноватокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4204	Кислота серная. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопична	Специальное помещение, плотно закрытая тара	1
4206	Калий железосинеродистый. Технические условия	хч, чда	Светочувствителен	Темнота	2
4207	Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Светочувствителен	Темнота	3
4208	Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия	хч, чда			3
4209	Магний хлористый 6-водный. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	1

4214	Кислота кремниевая водная. Технические условия	чда, ч			
4217	Калий азотнокислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен	Темнота, плотно закрытая тара	2
4220	Калий двухромовокислый. Технические условия	хч, чда, ч		Темнота	3
4221	Калий углекислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		
4223	Калий сернокислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4232	Калий йодистый. Технические условия	хч, чда	Светочувствителен	Темнота	3
4233	Натрий хлористый. Технические условия	хч, чда			3
4234	Калий хлористый. Технические условия	хч, чда			3
4236	Свинец (II) азотнокислый. Технические условия	хч, чда	Токсичен		3
4237	Натрий двухромовокислый 2-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
4238	Квасцы алюмоаммонийные. Технические условия	чда			1
4328	Натрия гидроокись. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	6 месяцев
4329	Квасцы алюмокалиевые. Технические условия	чда			2
4330	Кадмий хлористый 2,5-водный. Технические условия	чда, ч			
4331	Никеля окись черная. Технические условия	ч	Переменное кол-во воды		
4332	Калий углекислый - натрий углекислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4456	Кадмий сернокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4457	Калий бромноватокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
4459	Калий хромовокислый. Технические условия	хч, чда			3
4461	Кислота азотная. Технические условия	хч, чда	Летучая	Специальное помещение	6 месяцев
4462	Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия	хч, чда			3

4463	Натрий фтористый. Технические условия	чда, ч		Полиэтиленовая тара	3
4465	Никель (II) сернокислый 7-водный. Технические условия	хч, чда,			
4466	Никель (II) углекислый основной водный. Технические условия	чда, ч	Смесь угл. Ni, гидроокс. Ni, крист. воды		
4467	Кобальт (II, III) оксид. Технические условия	чда, ч			
4470	Марганца (IV) окись. Технические условия	чда, ч			
4471	Хром (III) азотнокислый 9-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
4472	Хром (III) сернокислый 6-водный. Технические условия	чда, ч			
4473	Хром (III) хлорид 6-водный. Технические условия	чда, ч			
4478	Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия	чда, ч			
4518	Аммоний фтористый. Технические условия	чда, ч			
4520	Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия	хч, чда	Ядовит	Плотно закрытая тара	3
4521	Ртуть (I) азотнокислая 2-водная. Технические условия	хч, чда, ч	Выветривается		
4523	Магний сернокислый 7-водный. Технические условия	хч, чда	Выветривается	Плотно закрытая тара	3
4525	Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия	чда	При t=30-35^{0}С выветривается	Плотно закры тая тара, t<25^{0}С	2
4526	Магний оксид. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен, поглощает CO_2		
4528	Кобальт (II) азотнокислый 6-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
4529	Цинк хлористый. Технические условия	хч, чда	Гигроскопичен		
4530	Кальций углекислый. Технические условия	хч, чда			3
4556	Кислота фталевая. Технические условия	чда, ч			
5106	Цинк азотнокислый 6-водный. Технические условия	чда, ч			

5230	Ртути окись желтая. Технические условия	чда, ч			
5407	Кобальт (II) кислый основной водный. Технические условия				
5429	Стронций азотнокислый. Технические условия	чда			
5456	Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия	чда	Ядовит, светочувствителен	Темнота	
5538	Калий лимоннокислый 1-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
5644	Сульфит натрия безводный. Технические условия				
5712	Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия	хч, чда, ч			
5789	Толуол. Технические условия	чда	Легко воспламеняется		
5815	Ангидрид уксусный. Технические условия	чда, ч	При растворении в воде возможны выбросы, Пары раз дражают слиз. оболочку		
5817	Кислота винная. Технические условия.	чда, ч			
5818	Анилин сернокислый. Технические условия.	чда, ч			
5819	Анилин. Технические условия.	чда, ч			
5820	Калий уксуснокислый. Технические условия.	чда, ч	Гигроскопичен		
5821	Кислота сульфаниловая. Технические условия.	чда	Светочувствительна	Темнота, Плотно закрытая тара	1
5822	Анилин гидрохлорид. Технические условия.	чда, ч			
5823	Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия.	чда, ч	Выветривается, слабый запах уксусной кислоты		

5826	м-Фенилендиамин. Технические условия.	чда, ч			
5828	Диметилглиоксим. Технические условия.	чда, ч			
5829	Ацетил хлористый. Технические условия.				
5830	Спирт изоамиловый. Технические условия.	чда	Летучий Ядовит	Темнота. Плотно закрытая тара	3
5833	Сахароза. Технические условия.	хч, чда			
5839	Натрий щавелевокислый. Технические условия.	хч, чда			
5841	Гидразин сернокислый.	чда, ч			
5842	Семикарбазид гидрохлорид.	чда			
5845	Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия.	чда, ч			
5848	Кислота муравьиная. Технические условия.	чда, ч			
5851	Трибромметан. Технические условия.	чда, ч			
5852	Медь (II) уксуснокислая 1-водная. Технические условия	чда, ч			
5855	N, N-диметиланилин. Технические условия.	ч	При хранении желтеет		
5860	Кислота аминоуксусная. Технические условия.	чда, ч			
5861	Кобальт (II) уксуснокислый 4-водный. Технические условия.	чда, ч			
5868	Калий щавелевокислый 1-водный. Технические условия.	хч, чда, ч			
5869	Ангидрид фталевый. Технические условия.	чда, ч			
5955	Бензол. Технические условия.	хч, чда	Легко воспламеняется		
6006	Бутанол-1. Технические условия.				
6016	Спирт изобутиловый. Технические условия.	чда, ч	Характ. запах		
6038	Д-глюкоза. Технические условия.	ч			3
6053	Натрий сернокислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч	Гигроскопичен		

6259	Глицерин. Технические условия.	чда			3
6261	Кадмий углекислый. Технические условия	чда, ч			
6262	Кадмий азотнокислый 4-водный. Технические условия	чда	Сильно легучий	Плотно закрытая тара	
6341	Кислота янтарная. Технические условия.	хч, чда, ч	Возгоняется при t=120-130°, пары раздражают слиз. обол.		
6344	Тиомочевина. Технические условия.	хч, чда, ч			
6419	Магний углекислый основной водный. Технические условия	чда, ч			
6552	Кислота ортофосфорная. Технические условия	хч, чда		Специальное помещение	3
6691	Карбамид. Технические условия.	чда, ч			
6695	Метанол-яд. Технические условия.	хч, чда, ч	Легко воспламеняется, ядовит		
6709	Вода дистиллированная. Технические условия.				
7168	Барий фтористый Технические условия	чда, ч			
7172	Калий пиросернокислый. Технические условия	чда, ч	Водн. раствор имеет сильно кислую реакцию		
7205	Марганец (II) углекислый основной, водный. Технические условия	чда, ч			
7298	Гидроксиламин сернокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
8421	Кадмий йодистый. Технические условия	чда, ч			
8422	Натрий йодистый 2-водный. Технические условия	чда, ч			
8504	Калий йодноватокислый кислый. Технические условия	хч, чда, ч			
8677	Кальций оксид. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		

8750	Фенилгидразин. Технические условия.	чда, ч	Светочувствителен, сильный яд		
8751	Спирт бензиловый. Технические условия.	чда, ч	На воздухе окисляется		
8864	Натрий N, N-диэтилдитиокарба-мат 3-водный. Технические условия.	чда		Темнота, холод	3
8927	Медь (II) углекислая основная. Технические условия	чда, ч			
8981	Эфиры этиловый и нормальный бутиловый уксусной кислоты технические. Технические условия.(Взамен ГОСТ 8981 и 5.1315)	ч			
9262	Кальция гидроокись. Технические условия	хч, чда, ч	Поглощает CO_2		
9336	Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия	чда, ч			
9337	Натрий фосфорнокислый 12-водный. Технические условия	чда, ч			
9419	Кислота стеариновая. Технические условия.	чда, ч			
9428	Кремний (IV) оксид. Технические условия	чда, ч			
9485	Железо (III) сернокислое 9-водное. Технические условия	хч, чда	Гигроскопичен	Плотно закрытая тара	3
9536	Спирт изобутиловый технический. Технические условия.		Характерн. запах		
9546	Аммоний фтористый кислый. Технические условия	чда, ч	Разъедает стекло		
9656	Кислота борная. Технические условия	хч, чда			3
9803	Кислота малеиновая. Технические условия.	чда, ч	Резкий запах		
10067	Калий фтористый кислый. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
10075	Калий фосфорнокислый 7-водный. Технические условия	чда, ч			
10091	Кальций фосфорнокислый однозамещенный 1-водный. Технические условия	чда, ч	Гигроскопичен		
10163	Крахмал растворимый. Технические условия.	ч		Сухое помещение	3
10164	Этиленгликоль. Технические условия.	чда, ч	Гигроскопичен		

10216	Висмута (III) окись. Технические условия	хч, чда, ч			
10259	Ацетилацетон. Технические условия.	чда, ч			
10262	Цинка окись. Технические условия				
10275	Свинец (II) углекислый. Технические условия	чда, ч			
10455	1,4-Диоксан. Технические условия.	ч			
10484	Кислота фтористоводородная. Технические условия	хч, чда, ч	Разъедает стекло		
10521	Кислота бензойная. Технические условия.	хч, чда, ч			
10539	Свинец (II) сернокислый. Технические условия	чда, ч			
10643	Натрий роданистый. Технические условия				
10651	Аммоний фосфорнокислый 3-водный. Технические условия	чда, ч			
10652	Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N,, N,, - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)	чда			3
10929	Водорода пероксид. Технические условия	хч	Разлагается при хранении	Темнота, плотно закрытая тара	3 месяца
10930	Фурфурол. Технические условия.	хч, ч	Светочувствителен, осмоляется на воздухе		
10931	Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия	чда, ч			
11088	Магний нитрат 6-водный. Технические условия				
11120	Кадмия оксид. Технические условия	хч, чда, ч	На воздухе поглощает CO_2, превращаектся в карбонат		
11125	Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.	осч	Летучая	Специальное помещение	6 месяцев
11293	Желатин. Технические условия				
11773	Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия	чда	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	3

11840	Свинец (II) углекислый основной. Технические условия	чда, ч			
11841	Алюминия гидроокись. Технические условия	чда, ч			
13647	Пиридин. Технические условия.	Ядовит		Плотно закрытая тара	
14198	Циклогексан технический. Технические условия	хч, чда	Летучий	Плотно закрытая тара	2
14261	Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.	осч	Дымит	Специальное помещение, пло-тно закрытая тара	1
14262	Кислота серная особой чистоты. Технические условия.	осч	Гигроскопична	Специальное помещение, плот-но закрытая тара	1
16538	Марганец (II) уксуснокислый 4-водный. Технические условия.				
16539	Меди (II) оксид. Технические условия	чда			
17206	Агар микробиологический. Технические условия				
17299	Спитр этиловый технический. Технические условия		Летучий	Плотно закрытая тара	1
18270	Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия.	осч	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	1
18289	Натрий вольфрамовокислый. 2-водный. Технические условия	чда			
18300	Спитр этиловый ректификованный технический. Технические условия	хч, чда	Летучий	Плотно закрытая тара	1
19275	Аммоний бромистый. Технические условия	хч, чда, ч			
19627	Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия. Взамен ГОСТ 2549-60 и 5.447-70				
19710	Этиленгликоль. Технические условия.	чда, ч	Гигроскопичен		
19814	Кислота уксусная синтетическая и регенерированная. Технические условия	хч, чда	Гигроскопична	Плотно закрытая тара	1
20015	Хлороформ. Технические условия	хч, чда	Летучий	Темнота, плотно закрытая тара	

20288	Углерод четыреххлористый. Технические условия.	чда	Летучий	Темнота, плотно закрытая тара	
20289	Диметилформамид. Технические условия.	ч			
20478	Аммоний надсернокислый. Технические условия	хч, чда	Разлагается в присутствии влаги	Сухое помещение Плотно закрытая тара	3
20490	Калий марганцовокислый. Технические условия	хч, чда, ч			3
20573	Калий дицианоаурат (I). Технические условия	чда, ч	При кипячении с кислотами разлагается		
20848	Калий фтористый 2-водный. Технические условия	чда	Гигроскопичен, светочувствителен	Темнота, Плотно закрытая тара	3
22159	Гидразин дигидрохлорид. Технические условия	чда, ч	Ядовит		
22180	Кислота щавелевая. Технические условия.	хч, чда, ч			
22280	Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия.	чда	Выветривается		1
22300	Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия.	чда			
22516	Олово (IV) оксид. Технические условия				
22867	Аммоний азотнокислый. Технические условия	хч, чда, ч			
23058	Желатин-сырье для медицинской промышленности. Технические условия				
23519	Фенол синтетический технический. Технические условия	чда	При попадании на кожу вызывает раздражение		
24147	Аммиак водный особой чистоты. Технические условия.	осч	Летучий	Плотно закрытая тара	1
24363	Калия гидроокись. Технические условия	хч, чда	Гигроскопичен	Плотно закрытая тара	1
24801	n-Аминодиэтиланилинсульфат. Технические условия. Взамен ГОСТ 5.1301-72				

25664	Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия. Взамен ГОСТ 5.1177-71				
27067	Аммоний роданистый. Технические условия	хч, чда	Гигроскопичен	Сухое помещение Плотно закрытая тара	2
27068	Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия	чда			3
	Дитизон (диметилтиокарбазон). ТУ 6-09-07-1684-89	чда	Светочувствителен	Темнота	3
	Метиловый оранжевый (ТУ 6-09-4530-77)	ч	Ядовит	Плотно закрытая тара	3
	Реактив Грисса. (ТУ 6-09-3569-74)	чда	Светочувствителен	Темнота	3
	Реактив Несслера. (ТУ 6-09-2089-77)	чда			3
	Фенолфталеин (ГУ 6-09-4530-77)		Нерастворим в воде		3

Государственные стандарты на методы испытаний (по состоянию на 1 января 2001 г.)

Номер ГОСТ	Наименование ГОСТ
3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение.
4212-76	Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
4517-87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
4919.1-77	Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов.
4919.2-77	Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов.
10398-76	Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

Номер ГОСТ	Наименование ГОСТ
10554-74	Реактивы, Определение примеси меди колориметрическими методами.
10555-75	Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения содержания примеси железа.
10671.0-74	Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов.
10671.1-74	Реактивы. Метод определения примеси кремнекислоты.
10671.2-74	Реактивы. Методы определения примеси нитратов.
10671.3-74	Реактивы. Методы определения примеси нитритов.
10671.4-74	Реактивы. Методы определения примеси общего азота.
10671.5-74	Реактивы. Методы определения примеси сульфатов.
10671.6-74	Реактивы. Методы определения примеси фосфатов.
10671.7-74	Реактивы. Методы определения примеси хлоридов.
10671.8-74	Реактивы. Методы определения примеси карбонатов.
14870-77	Продукты химические. Методы определения воды
14871-76	Реактивы. Методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов.
16457-76	Реактивы. Методы определения примеси альдегидов.
17319-76	Реактивы. Методы определения примеси тяжелых металлов.
17444-76	Реактивы. Методы определения основного вещества азотсодержащих органических соединений и солей органических кислот.
21979-76	Реактивы. Соединения цинка. Полярографический метод определения примеси меди, свинца и кадмия.
22001-87	Реактивы и особо чистые вещества. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии определения примесей химических элементов.
24245-80	Реактивы. Методы определения примеси аммония.
25794.1-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования.
25794.2-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования.
25794.3-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

Номер ГОСТ	Наименование ГОСТ
26726-85	Реактивы. Пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия, кальция и стронция.
27025-86	Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.
27026-86	Реактивы. Определение нелетучего остатка.
27184-86	Реактивы. Определение остатка после прокаливания.
27565-87	Вещества особо чистые. Концентрирование микропримесей методом упаривания
27566-87	Вещества особо чистые. Метод атомно-эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах.
27567-87	Вещества особо чистые. Метод определения примеси веществ, восстанавливающих перманганат калия.
27866-88	Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей осаждением и соосаждением.
27868-88	Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей экстракцией.
27869-88	Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей ионным обменом.
28738-90	Реактивы. Методы определения примеси общей серы в органических растворителях.
29334-92	Методы определения компонентов, не растворимых в воде и других растворителях.
СТ СЭВ 434-77	Реактивы. Определение остатка после прокаливания.

Приложение 3

(справочное)

Оценка среднего значения систематического отклонения по непараметрическому критерию t′ (при неизвестной дисперсии)

Статистические и исходные данные	**Табличные данные и вычисления**
1. Объем выборки (число результатов) $4 \le k \le 10$ В случае k>10 целесообразно применять параметрический критерий Стьюдента (t-критерий) 2. Дисперсия результатов неизвестна 3. Сумма значений отклонений (Δ_i) воспроизведенных содержаний в i-той серии ($\overline{C}_i$) от аттестованных или рассчитанных характеристик (C_{oi}): $\sum_{i=1}^{k} \Delta_i$, где $\Delta_i = \overline{C}_i - C_{oi}$ 4. Доверительная вероятность $p = 1 - \alpha$	1. Квантили (предельные значения) непараметричесих критериев $Q_{0,05}(k)$ и $t'_{0,05}(k)$ для доверительной вероятности P=0,95 с k степенями свободы находят по табл. 1 и 2 Приложения 2 2. Вычисляют размах $W_\Delta = \Delta_{max} - \Delta_{min}$,* где Δ_{max} и Δ_{min} - максимальное и минимальное Δ_i соответственно. 3. Вычисляют отношения $Q_{max}(k) = \frac{\Delta_{max} - \Delta_{max-1}}{W_\Delta}$ $Q_{min}(k) = \frac{\Delta_{min+1} - \Delta_{min}}{W_\Delta}$ 4. Вычисляют $\bar{\Delta} = \frac{\sum_{i=1}^{k} \Delta i}{k}$ 5. Вычисляют $t'_{расч.} = \frac{\lvert\bar{\Delta}\rvert}{W_\Delta}$
* - если $W_\Delta = 0$, получают дополнительный результат и проводят новые вычисления.	
Качество реактива признают удовлетворительным, если выполняются два условия: 1. В результатах анализа отсутствуют грубые промахи. В соответствии с непараметрическим критерием Диксона (Q-критерий) проверяют: $Q_{max} \le Q_{0,05}(k)$ и $Q_{min} \le Q_{0,05}(k)$ [I] Если условие [I] не выполнено "подозреваемый" результат исключают и вычисляют статистические характеристики ($\bar{\Delta}$, W_Δ) для новой выборки. Вновь проверяют условие [I]. Число "выбросов" не должно превышать числа, указанного в п. 7.6. В случае недопустимого числа "выбросов" принимают решение о нарушении процесса анализа и реактив бракуют. Если условие [I] выполнено, переходят к проверке условия [II].	
2. Среднее отклонение ($\bar{\Delta}$) незначимо отличается от нуля в соответствии с непараметрическим критерием t′ (модифицированным критерием Стьюдента). Проверяют: $t'_{расч} \le t'_{0,05}(k)$ [II] *Если* $t'_{расч} > t'_{0,05}(k)$, *то реактив не может быть использован*	

Приложение 4

(справочное)

Оценка среднего значения систематического отклонения по U-критерию (при известной дисперсии)

Статистические и исходные данные	**Табличные данные и вычисления**
1. Объем выборки (число результатов) $k \geq 8$ 2. Дисперсия результатов известна ($\sigma_д$ - допустимое среднеквадратическое отклонение регламентировано в НД) 3. Сумма значений отклонений (Δ_i) воспроизведенных содержаний в i-той серии ($\overline{C_i}$) от аттестованных или рассчитанных характеристик (C_{oi}): $\sum_{i=1}^{k} \Delta_i$, где $\Delta_i = \overline{C_i} - C_{oi}$ 4. Доверительные вероятности $P = 1 - \alpha$	1. Квантили (предельные значения) критерия $\beta_{0,2}(k)$ для доверительной вероятности P=0,8 (α=0,2) с k степенями свободы находят по табл. 1 Приложения 2 Квантиль для α=0,05 $U_{0,05}$=1,96 2. Вычисляют $\beta_{рас} = \frac{\lvert\Delta_{max}\rvert}{\sigma_д}$ Δ_{max} - наибольшее из Δ_i 3. Вычисляют $\bar{\Delta} = \frac{\sum_{i=1}^{k} \Delta_i}{k}$. 4. Вычисляют $U_{рас} = \frac{\lvert\bar{\Delta}\rvert\sqrt{k}}{\sigma_д}$

Качество реактива признают удовлетворительным, если выполняются два условия:

1. В результатах анализа отсутствуют грубые промахи. В соответствии с критерием Смирнова-Граббса (β) проверяют $\beta_{расч} \leq \beta_{0,2}(k)$ **[I]**

Если условие **[I]** не выполнено "подозреваемый" результат исключают и для новой выборки вновь проверяют условие **[I]** и т.д. Число промахов (выбросов) не должно превышать числа промахов, указанных в п. 7.6. В случае недопустимого числа промахов принимают решение о нарушении хода процесса анализа и реактив бракуют. Если условие **[I]** выполнено, переходят к проверке условия **[II]**

2. Среднее отклонение ($\bar{\Delta}$) незначимо отличается от нуля в соответствии с U-критерием. Проверяют $U_{расч} \leq U_{0,05}$ **[II]**

Если $U_{расч} > U_{0,05}$ *реактив не может быть использован.*

Приложение 5
(справочное)

Критерии Диксона (Q) и Смирнова-Граббса (β), t и t'-критерии

Таблица 1

Предельные значения критериев Диксона (Q) и Смирнова-Граббса (β) для оценки резких (анормальных) отклонений [2]

Число серий **k**	Значение критерия $Q_{0,05}(k)$ $Q_{max}(k) = \frac{\Delta_{max} - \Delta_{max-1}}{W_\Delta}$ $Q_{min}(k) = \frac{\Delta_{min+1} - \Delta_{min}}{W_\Delta}$	Предельные значения β для случая известных генеральных среднего (μ=0) и СКО ($\sigma_Д$), α=0,2 $\alpha = Bep(\max\lvert\frac{\Delta i}{\sigma}\rvert \geq \beta)$ i=1, k
4	0,765	1,929
5	0,642	2,017
6	0,560	2,091
7	0,507	2,152
8	0,468	2,206
9	0,437	2,246
10	0,412	2,286
15	0,338	2,435

Таблица 2

Значения t и t' (двухсторонний критерий) [2, 3]

Число степеней свободы, **f**	Параметрический критерий $t_{0,1}(f)$ (при P=0,90, f)	Непараметрический критерий $t'_{0,05}(f)$ (при P=0,95, f=k)
3	2,35	0,885
4	2,13	0,529
5	2,02	0,388
6	1,94	0,312
7	1,90	0,263
8	1,86	0,230
9	1,83	0,205
10	1,81	0,186
11	1,80	0,170
12	1,78	0,158
13	1,77	0,147
14	1,76	0,138

Приложение 6
(рекомендуемое)

Журнал регистрации результатов проверки качества реактивов
с истекшим гарантийным сроком хранения

Наименование и квалификация реактива	НД на реактив	Дата изготовления или последней проверки	Гарантийный срок хранения	МВИ	Номер пробы, дата проведения анализа	Исполнитель	Расчетный значения (К или t' или t)	Норматив контроля (К или $t'_{0,05}$ или $t_{0,05}$)	Оценка результатов проверки	Заключение
Дифенилкарбазит ,хч		Май 1999	2	ПНД Ф 14.1:2.52-96	5.05.02 7.05.02 10.05.02 14.05.02 17.05.02 20.05.02	А В В А В А	t'_p =0,028	$t'_{0,0}$= 0,388	Систематическое отклонение незначимо	Гарантийный срок продлен до 05.2003
Бария хлорид 2-водный, чда	ГОСТ 4108	Сентябрь 1999	3	ПНД Ф 14.1:2.159-00	6.09.02 9.09.02 11.09.02 24.09.02	А В А В	t'_p =1,524	$t'_{0,0}$= 0,529	Систематическое отклонение значимо	Реактив следует заменить

gost.e-ecolog.ru