МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

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

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97* «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 23 от 22 мая 2003 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 января 2004 г. № 47-ст РМГ 59—2003 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2010 г.

---

* С 1 мая 2010 г. действует ГОСТ 1.2—2009.

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящих рекомендаций соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

В Российской Федерации настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 2
4 Проверка пригодности реактивов к применению способом внутрилабораторного контроля точности измерений 2
Приложение А (рекомендуемое) Пример регистрации результатов проверки пригодности реактивов к применению по результатам внутрилабораторного контроля точности методом добавок 6

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ПРОВЕРКА ПРИГОДНОСТИ К ПРИМЕНЕНИЮ В ЛАБОРАТОРИИ РЕАКТИВОВ С ИСТЕКШИМ СРОКОМ ХРАНЕНИЯ СПОСОБОМ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

State system for ensuring the uniformity of measurements. Checking of the availability of reagents out of the guaranty storage period for using in laboratory by method of internal laboratory control of test results accuracy

Дата введения — 2004—07—01

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на реактивы с истекшим сроком хранения и содержат метод проверки их пригодности к применению в аналитических (испытательных) лабораториях (далее — лаборатории) способом внутрилабораторного контроля точности измерений (испытаний).

Рекомендации предназначены для лабораторий, выполняющих измерения показателей состава веществ и материалов при проведении количественного химического анализа (испытаний) по аттестованным методикам.

Рекомендации не распространяются на реактивы, применяемые для установления показателей качества других реактивов и чистых веществ.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные документы:

ГОСТ 8.010—90[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

РМГ 57—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения

РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—2009.

Издание официальное

3 Общие положения

3.1 Одной из работ, цель которых — обеспечить единство измерений показателей, характеризующих состав или свойства веществ и материалов, является организация проверки пригодности к применению реактивов с истекшим сроком хранения, используемых в лаборатории при проведении количественного химического анализа (испытаний).

3.2 Изготовитель при выпуске реактива из производства устанавливает гарантийный срок хранения, в течение которого несет ответственность перед потребителем за соответствие качества реактива требованиям нормативных документов, устанавливающих показатели качества (далее — НД), при соблюдении определенных условий хранения.

По окончании гарантийного срока хранения использование реактива, качество которого может оказать влияние на точность результатов выполняемых в лаборатории измерений, допустимо только после проведения проверки его пригодности к применению.

3.3 Реактив, подвергаемый проверке пригодности к применению, должен находиться в потребительской таре, в которую он расфасован при производстве или продаже, и иметь этикетку.

3.4 Проверку пригодности реактива к применению выполняют одним из следующих способов:

а) проверкой соответствия реактива требованиям НД по методикам, предназначенным для испытаний данного реактива при определении показателей качества;

б) способом внутрилабораторного контроля точности измерений (ВЛКТ) по применяемым в лаборатории методикам выполнения измерений (МВИ), предусматривающим использование данного реактива.

3.5 Проверке пригодности к применению могут быть подвергнуты реактивы отечественного и зарубежного производства, выпускаемые серийно или разовыми партиями, после окончания гарантийного срока хранения.

Примечание — Первичный срок хранения реактивов, приобретенных без указания гарантийного срока хранения, устанавливают после проверки (полной или частичной) соответствия реактива требованиям НД на показатели качества.

3.6 Экономическую целесообразность работы по проверке пригодности реактивов к применению способом ВЛКТ оценивают с учетом стоимости и имеющегося количества проверяемых реактивов, стоимости выполняемых при проверке измерений и других факторов. Организацию работ по проверке пригодности реактивов к применению в соответствии с настоящими рекомендациями оформляют распоряжением по лаборатории.

3.7 Проверку пригодности реактивов к применению осуществляют в соответствии с графиком, утвержденным руководителем лаборатории.

3.8 Реактив, прошедший по истечении гарантийного срока хранения проверку пригодности к применению по результатам ВЛКТ, допускают к применению в лаборатории, осуществлявшей проверку, для выполнения измерений по конкретным МВИ. При этом испытания на соответствие требованиям НД не проводят.

3.9 Для реактива, признанного по результатам проверки по 3.4, перечисления а) и б), пригодным к применению в лаборатории, руководитель лаборатории устанавливает дату проведения следующей проверки.

Примечание — При установлении даты проведения следующей проверки принимают во внимание справочные данные о стабильности реактива, соответствие условий хранения реактива в лаборатории условиям, рекомендуемым НД, устанавливающим требования к показателям качества реактива, гарантийный срок хранения и т. п.

4 Проверка пригодности реактивов к применению способом внутрилабораторного контроля точности измерений

4.1 Для проверки пригодности реактива к применению способом ВЛКТ используют стандартизованную или аттестованную МВИ, соответствующую требованиям ГОСТ 8.010, по которой в лаборатории регулярно проводят ВЛКТ.

4.2 Если в лаборатории реактив используют в нескольких МВИ, основанных на различных методах измерений, проверку проводят для каждого метода измерений. При использовании реактива в нескольких МВИ, основанных на одном и том же методе измерений, проверку пригодности проводят по МВИ с наименьшей погрешностью измерений.

4.3 Одновременно по одной и той же МВИ проверку пригодности к применению проводят только для одного реактива. При этом все остальные используемые в МВИ реактивы на момент проверки имеют неистекший срок хранения (гарантийный или установленный в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

4.4 Если МВИ, выбранная для проверки пригодности реактива к применению, предназначена для проведения измерений показателя состава или свойств нескольких объектов, проверку, как правило, проводят для объекта, наиболее часто подвергаемого измерениям в данной лаборатории.

4.5 ВЛКТ проводят во всем диапазоне измерений по МВИ.

4.6 ВЛКТ проводят одним из следующих методов:

а) с использованием образцов для контроля (ОК);

б) методом добавок;

в) с использованием контрольной МВИ.

4.7 Процедуру ВЛКТ для проверки пригодности реактива к применению повторяют не менее трех раз с интервалом в несколько дней. Число параллельных определений при получении каждого результата измерений должно соответствовать требованиям МВИ.

4.8 Проверка пригодности реактивов к применению с использованием ОК

4.8.1 При проверке пригодности реактивов к применению в качестве ОК могут быть использованы:

а) стандартные образцы (СО) по ГОСТ 8.315;

б) аттестованные смеси (АС) по РМГ 60.

4.8.2 ОК должны удовлетворять следующим требованиям:

а) материал ОК соответствует объекту измерений по выбранной для проверки пригодности реактива к применению МВИ и аттестованная характеристика ОК является определяемым показателем МВИ;

б) аттестованное значение ОК находится в диапазоне измерений по МВИ;

в) погрешность аттестованного значения ОК не превышает $^1/_3$ соответствующего значения приписанной погрешности измерений по МВИ.

4.8.3 Число ОК с различными аттестованными значениями, необходимое для проверки пригодности реактива к применению, определяют в зависимости от диапазона измерений по МВИ.

Примечание — Как правило, при проверке пригодности реактива к применению используют не менее трех ОК с аттестованными значениями вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по МВИ. В обоснованных случаях число ОК может быть сокращено.

4.8.4 Для каждого ОК проводят измерения определяемого показателя в пробе материала ОК по выбранной МВИ с использованием проверяемого реактива и рассчитывают результат контрольной процедуры $K_к$ и норматив контроля K по формулам:

$$K_к = |X - C|; \quad (1)$$

$$K = 0{,}84\ \Delta_X, \quad (2)$$

где C — аттестованное значение ОК;

X — результат измерения аттестованной характеристики ОК;

Δ_X — приписанная доверительная погрешность результата измерения X при вероятности 0,95.

Результат контроля считают удовлетворительным, если для каждого ОК

$$K_к \le K. \quad (3)$$

4.9 Проверка пригодности реактивов к применению методом добавок

4.9.1 Проверка пригодности реактива к применению способом ВЛКТ методом добавок может быть проведена в том случае, если реактив применяют при определении величин, характеризующих состав веществ и материалов. При проверке проводят сравнение результатов измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе вещества (материала) и в пробе, полученной в результате добавки к исходной пробе известного количества (добавки) определяемого компонента. Исходная проба должна представлять собой рабочую пробу вещества (материала), являющегося объектом измерений по выбранной для контроля МВИ.

4.9.2 Число исходных проб с различными значениями содержания определяемого компонента, необходимое для проверки пригодности реактива к применению, определяют в зависимости от диапазона измерений по МВИ.

Примечание — Как правило, проверку пригодности реактива к применению способом ВЛКТ методом добавок проводят с использованием не менее трех рабочих проб с содержанием определяемого компонента вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по МВИ. В обоснованных случаях число рабочих проб может быть сокращено.

4.9.3 Количество материала каждой исходной пробы должно быть достаточным для выполнения двух измерений с учетом необходимого числа параллельных определений. Материал пробы при необходимости усредняют и делят на две части.

4.9.4 В качестве добавки используют СО (или АС), аттестованной характеристикой которого является содержание определяемого компонента по выбранной для контроля МВИ. Определяемый компонент в материале добавки должен быть в той же химической форме, как и в исходной пробе вещества (материала) объекта измерений, или в форме, в которую он переходит в процессе измерений.

4.9.5 Внесение добавки не должно приводить к существенному изменению общего состава исходной пробы. Погрешность, связанная с процедурой приготовления и внесения добавки, не должна превышать $^1/_3$ значения Δ_X приписанной доверительной погрешности результата измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе при вероятности 0,95.

4.9.6 Содержание определяемого компонента в пробе с добавкой не должно выходить за пределы диапазона измерений по МВИ. Изменение содержания определяемого компонента в исходной пробе в результате внесения добавки (значение добавки) должно составлять не менее $1{,}5\,\Delta_X$.

Примечание — Как правило, значение добавки выбирают от 50 % до 150 % содержания определяемого компонента в исходной пробе.

4.9.7 При внесении добавки обеспечивают однородное распределение вносимого компонента в материале пробы.

Примечание — Если приготовление однородного материала пробы с добавкой вызывает затруднения, пробу с добавкой готовят в количестве, необходимом для однократного определения содержания компонента по МВИ. В этом случае число одинаковых проб с добавкой должно быть равно числу параллельных определений, необходимых для получения результата измерений.

4.9.8 По результатам измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе X и в пробе с добавкой $X_д$ рассчитывают результат контрольной процедуры $K_к$ и норматив контроля K по формулам:

$$K_к = |X_д - X - C_д|; \tag{4}$$

$$K = 0{,}84\sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_д}^2}\,, \tag{5}$$

где $\Delta_{X_д}$ — приписанная доверительная погрешность результата измерений $X_д$ содержания определяемого компонента в пробе с добавкой при вероятности 0,95;

$C_д$ — значение добавки.

Результат контроля считают удовлетворительным, если для каждой контрольной процедуры выполняется условие

$$K_к \le K. \tag{6}$$

4.10 Проверка пригодности реактивов к применению с использованием контрольной МВИ

4.10.1 Проверка пригодности реактива к применению способом ВЛКТ с использованием контрольной МВИ может быть проведена в том случае, если в лаборатории наряду с МВИ, предусматривающей применение реактива с истекшим сроком хранения, используют МВИ, имеющую такое же назначение, но не требующую применения проверяемого реактива (контрольная МВИ). При проверке пригодности реактива к применению с использованием контрольной МВИ проводят сравнение результатов измерений определяемого показателя в пробах вещества (материала), являющегося объектом измерений по каждой из МВИ.

4.10.2 Погрешность измерений по контрольной МВИ, как правило, не должна превышать погрешность измерений по МВИ, предусматривающей применение проверяемого реактива. Если в лаборатории используют несколько МВИ, предназначенных для измерений определяемого показателя и не предусматривающих применение проверяемого реактива, в качестве контрольной выбирают МВИ с наименьшей погрешностью измерений.

4.10.3 При проведении измерений по контрольной МВИ используют реактивы в пределах срока хранения (гарантийного или установленного в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

4.10.4 Значение определяемого показателя в пробе вещества (материала) объекта измерений должно находиться в диапазоне измерений обеих МВИ. Число проб с различными значениями определяемого показателя, необходимое для проверки пригодности реактива к применению, определяют в зависимости от диапазона измерений по МВИ, предусматривающей использование реактива.

Примечание — Как правило, при проверке пригодности реактива к применению используют не менее трех проб вещества (материала) объекта измерений со значениями определяемого показателя вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по МВИ, предусматривающей применение реактива. В обоснованных случаях число ОК может быть сокращено.

4.10.5 По результатам измерений определяемого показателя в каждой пробе X и $X_к$, полученным соответственно по МВИ с использованием проверяемого реактива и по контрольной МВИ, рассчитывают результат контрольной процедуры $K_к$ и норматив контроля K по формулам:

$$K_к = |X - X_к|; \tag{7}$$

$$K = 0{,}84\sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_к}^2}, \tag{8}$$

где Δ_X — приписанная доверительная погрешность результата измерений определяемого показателя по МВИ с использованием проверяемого реактива при вероятности 0,95;

$\Delta_{X_к}$ — приписанная доверительная погрешность результата измерений определяемого показателя по контрольной МВИ при вероятности 0,95.

Результат контроля считают удовлетворительным, если для каждой контрольной процедуры выполняется условие

$$K_к \leq K. \tag{9}$$

4.11 Реактив признают пригодным к применению в лаборатории для выполнения измерений по МВИ (группе МВИ, основанных на одном и том же методе измерений), если каждый из трех результатов контроля, полученных по любому из перечисленных в 4.6 методов, признан удовлетворительным.

4.12 Контролируемый реактив признают непригодным для выполнения измерений в лаборатории по применяемым МВИ, если из трех результатов проверки пригодности реактивов по любому из выбранных алгоритмов контроля два или три признаны неудовлетворительными.

4.13 Если из трех результатов контроля пригодности реактива к применению один признан неудовлетворительным, следует провести еще одну серию из трех контрольных процедур. В случае, если в повторном эксперименте получен хотя бы один неудовлетворительный результат измерений, контролируемый реактив признают непригодным.

4.14 Результаты проверки пригодности реактивов к применению регистрируют в специальном журнале, пример заполнения которого приведен в приложении А. Учет прошедших проверку пригодности к применению в лаборатории реактивов ведут в порядке, установленном в лаборатории.

4.15 На упаковку с реактивом, прошедшим проверку пригодности к применению, наклеивают дополнительную этикетку с указанием нового срока хранения.

4.16 Использование реактива, признанного пригодным к применению способом ВЛКТ, прекращают при получении неудовлетворительных результатов внешнего или внутрилабораторного контроля точности, если установлено, что причиной этого является плохое качество реактива.

Приложение А
(рекомендуемое)

Пример регистрации результатов проверки пригодности реактивов к применению по результатам внутрилабораторного контроля точности методом добавок

Лаборатория _____
наименование лаборатории

Наименование и квалификация реактива; НД, устанавливающий показатели качества реактива	Дата окончания срока хранения	НД на МВИ, определяемый компонент	Вещество, используемое для добавки	Дата проведения измерений	Исполнитель	Результат измерений массовой концентрации компонента в исходной пробе, мг/дм^3	Значение добавки, мг/дм^3	Результат измерений массовой концентрации компонента в пробе с добавкой, мг/дм^3	Результат контрольной процедуры $\lvert X_д - X - C_д \rvert$, мг/дм^3	Норматив контроля $0{,}84\sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_д}^2}$, мг/дм^3	Заключение по результатам проверки
Гидроксиламин солянокислый, х. ч., по ГОСТ 5456	Ноябрь 1999 г.	ПНД Ф 14.1:2.2—95 «МВИ массовой концентрации железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с *о*-фенантролином», железо общее	ГСО 8032—94 состава раствора ионов железа	21.11.99 25.11.99 27.11.99	Иванова Петрова »	0,07 0,52 1,15	0,06 0,30 0,60	0,13 0,90 1,64	0,01 0,08 0,11	0,03 0,14 0,27	Реактив годен для применения по ПНД Ф 14.1:2.2—95 до ноября 2000 г.

Руководитель лаборатории _____ _____
подпись инициалы, фамилия

УДК 543-4:54:006.354 МКС 17.020 Т80

Ключевые слова: реактив, срок хранения, пригодность реактива к применению, внутрилабораторный контроль, методика выполнения измерений, образец для контроля

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

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 13.11.2010. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 60 экз. Зак. 918. Изд. № 3955/4.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru