|  |  |
| --- | --- |
| Оригинал (RU) | Перевод (EN) |
| "ПНД Ф 14.1:2:3:4.121-97. | PND F14.1:2:3:4.121-97. |
| Количественный химический анализ вод. | Quantitative Chemical Water Analysis. |
| Методика выполнения измерений рН в водах потенциометрическим методом" | Water pH Measurement Procedure for Potentiometer Method |
| (утв. Госкомэкологией России 21.03.1997) | (approved by RF Environment Protection Committee as of 21.03.1997) |
| Документ предоставлен КонсультантПлюсwww.consultant.ru | Document presented by ConsultantPlus www.consultant.ru |
| Дата сохранения: | Saved on: |
| 31.03.2017 | 31.03.2017 |
| "ПНД Ф 14.1:2:3:4.121-97. | PND F14.1:2:3:4.121-97. |
| Количественный химический анализ вод. | Quantitative Chemical Water Analysis. |
| Методика выполнения измерений рН в водах потенциометриче... | Water pH Measurement Procedure for Potentiometer Method |
| Документ предоставлен КонсультантПлюс | Document presented by ConsultantPlus www.consultant.ru |
| Дата сохранения: | Saved on: |
| 31.03.2017 | 31.03.2017 |
| КонсультантПлюснадежная правовая поддержка | ConsultantPlus Reliable legal support |
| www.consultant.ru | www.consultant.ru |
| Страница из | Page of |
| Утверждаю | Approved by |
| Заместитель Председателя | Vice Chairman |
| Государственного комитета РФ | RF |
| по охране окружающей среды | Environment Protection Committee |
| А.А.СОЛОВЬЯНОВ | A.A. Solovyanov |
| 21 марта 1997 года | March 21, 1997 |
| КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД | QUANTITATIVE CHEMICAL WATER ANALYSIS |
| МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ рН В ВОДАХ | WATER PH MEASUREMENT PROCEDURE |
| ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ | FOR POTENTIOMETER METHOD |
| ПНД Ф 14.1:2:3:4.121-97 | PND F14.1:2:3:4.121-97 |
| Методика допущена для целей государственного экологического контроля. | The procedure is approved for the purposes of state environmental control. |
| Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ. | The procedure is reviewed and approved by the Directorate for Analytical Control and Metrological Support of Environmental Activities (DAC) and the Chief Metrologist at the RF Ministry of Natural Resources. |
| Переиздание 2004 г. | 2004 re-edition |
| ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ | SCOPE OF USE |
| Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб вод (природных, сточных, питьевых, подземных и т.д.) для определения величины рН в диапазоне от 1 до 14 потенциометрическим методом. | This document establishes a procedure for quantitative chemical analysis of water (natural, waste, drinking, underground, etc.) samples to measure pH from 1 to 14 with the potentiometer method. |
| 1. ПРИНЦИП МЕТОДА | 1. METHODOLOGY |
| Метод определения величины рН проб воды основан на измерении ЭДС электродной системы, состоящей из стеклянного электрода, потенциал которого определяется активностью водородных ионов, и вспомогательного электрода сравнения с известным потенциалом. | The method of measuring water sample pH is based on the electromotance of the electrode system consisting of a glass electrode with potential determined by the activity of hydrogen ions and an auxiliary reference electrode with a known potential. |
| 2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ | 2. ATTRIBUTABLE CHARACTERISTICS OF MEASUREMENT ERRORS |
| И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ | AND THEIR COMPONENTS |
| Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1. | This procedure provides analysis results within the values in Table 1. |
| Таблица 1 | Table 1 |
| ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ, ЗНАЧЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ, | MEASUREMENT RANGE, ACCURACY FIGURE, |
| ПОВТОРЯЕМОСТИ И ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ МЕТОДИКИ | PROCEDURE REPEATABILITY AND REPRODUCIBILITY VALUES |
| в единицах рН | in pH units |
| Диапазон измерений | Measurement range |
| Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р = 0,95), | Accuracy figure (fractional error boundaries under probability P = 0.95), |
| Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), | Repeatability figure (relative standard repeatability deviation), |
| Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), | Reproducibility figure (relative standard reproducibility deviation), |
| от 1 до 14 вкл. | 1 to 14 incl. |
| 0,2 | 0.2 |
| 0,07 | 0.07 |
| 0,1 | 0.1 |
| Значения показателя точности методики используют при: | Procedure accuracy figure values are used to: |
| - оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией; | - present analysis results from a laboratory; |
| - оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний; | - assess laboratory testing quality; |
| - оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории. | - assess applicability of analysis results when implementing the procedure at a specific laboratory. |
| 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, | 3. INSTRUMENTATION, AUXILIARIES, |
| РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ | REAGENTS AND CONSUMABLES |
| 3.1. | 3.1. |
| Средства измерений, вспомогательные устройства | Instrumentation, auxiliaries |
| Универсальный номер ЭВ-74 в комплекте с автоматическим термокомпенсатором ТКА-4 (ТКА-5) или рН-метр со стеклянным электродом измерения и электродом сравнения. | Universal number EV-74 complete with the automatic temperature compensator TKA-4 (TKA-5) or pH meter with a glass measurement electrode and reference electrode. |
| Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104. | Laboratory scales of the 2nd accuracy class, GOST 24104. |
| Электрод измерительный типа ЭСЛ-43-07, ТУ 25-05.2224. | Measuring electrode ESL-43-07, TU 25-05.2224. |
| Электрод измерительный типа ЭСЛ-63-07, ТУ 25-05.2234. | Measuring electrode ESL-63-07, TU 25-05.2234. |
| Электрод вспомогательный типа ЭВЛ-1МЗ, ТУ 25-05.2181. | Auxiliary electrode EVL-1MZ, TU 25-05.2181. |
| Секундомер механический. | Mechanical stopwatch. |
| 3.2. | 3.2. |
| Посуда | Utensils |
| Колбы мерные 2-100(1000), ГОСТ 1770. | Measuring flasks 2-100(1000), GOST 1770. |
| Пипетки мерные 6(7)-2-5, ГОСТ 29227 <\*>. | Measuring pipettes 6(7)-2-5, GOST 29227 <\*>. |
| -------------------------------- | -------------------------------- |
| <\*> Внесены дополнения и изменения согласно протокола N 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г. | <\*> As amended under Minutes No. 23 of the Meeting by the Environmental Control and Analysis Center at the Ministry of Natural Resources, dated May 30, 2001. |
| Стаканы химические Н-2-50(100), ГОСТ 25336. | Beakers Н-2-50(100), GOST 25336. |
| Воронки конические ВХС, ГОСТ 25336. | Conical funnels VHS, GOST 25336. |
| Конические колбы Кн-2-200 ТХС, ГОСТ 25336. | Conical flasks Кn-2-200 ТHS, GOST 25336. |
| Бутыли из полиэтилена для отбора и хранения проб и растворов. | Polyethylene bottles for selection and storage of samples and solutions. |
| 3.3. | 3.3. |
| Реактивы и материалы | Reagents and consumables |
| Калий хлористый, ГОСТ 4234. | Potassium chloride, GOST 4234. |
| Стандарт-тигр для приготовления буферных растворов, ГОСТ 8.135. | Standard titre for buffer solution preparation, GOST 8.135. |
| Вода дистиллированная, ГОСТ 6709. | Distilled water, GOST 6709. |
| Фильтры обеззоленные "белая лента", ТУ 6-09-1678. | Ashless 'white ribbon' filters, TU 6-09-1678. |
| Спирт этиловый ректификованный технический, ГОСТ 18300 <\*>. | Rectified ethyl alcohol, GOST 18300 <\*>. |
| -------------------------------- | -------------------------------- |
| <\*> Внесены дополнения и изменения согласно протокола N 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г. | <\*> As amended under Minutes No. 23 of the Meeting by the Environmental Control and Analysis Center at the Ministry of Natural Resources, dated May 30, 2001. |
| КонсультантПлюс: | ConsultantPlus: |
| примечание. | note. |
| Взамен ГОСТ 11680-76 Постановлением Госстандарта СССР от 07.02.1992 N 126 с 1 января 1993 года введен в действие ГОСТ 29298-92. | GOST 29298-92 adopted as of January 1, 1993 under USSR State Standard Decree No.126 dated 07.02.1992 in place of GOST 11680-76. |
| Ткани хлопчатобумажные бязевой группы, ГОСТ 11680. | Coarse calico cotton fabrics, GOST 11680. |
| Все реактивы должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч. | All reagents must be qualified as p.a. or c.p. |
| 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ | 4. SAFETY REQUIREMENTS |
| 4.1. | 4.1. |
| При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007. | Assay performance requires compliance with safety requirements for working with chemicals under GOST 12.1.007. |
| 4.2. | 4.2. |
| Электробезопасность при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019. | Electrical safety while working with electrical installations – under GOST 12.1.019. |
| 4.3. | 4.3. |
| Организация обучения работающих безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004. | Organization of operation safety training for workers – under GOST 12.0.004. |
| 4.4. | 4.4. |
| Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. | The laboratory premises must comply with fire safety requirements under GOST 12.1.004 and have fire extinguishants under GOST 12.4.009. |
| 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАНТОВ | 5. LABORATORIAN QUALIFICATION REQUIREMENTS |
| Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой потенциометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации иономеров и рН-метров. | Measurements can be performed by an analytical chemist who knows the potentiometer analysis technique and has studied the ionomer and pH meter operation manual. |
| 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ | 6. METERING CONDITIONS |
| Измерения проводятся в следующих условиях: | Measurements are performed in the following conditions: |
| температура окружающего воздуха (20 +/- 5) °С; | Ambient air temperature – 20+/-5 ° С; |
| атмосферное давление (84,0 - 106,7) кПа (630 - 800 мм рт. ст.); | Atmospheric pressure – 84-106.7 kPa (630-800 mm Hg); |
| относительная влажность (80 +/- 5)%; | Relative humidity – 80+/-5%; |
| напряжение сети (220 +/- 10) В; | Line voltage – 220+/-10 V; |
| частота переменного тока (50 +/- 1) Гц. | Alternating current frequency – 50+/-1 Hz. |
| 7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ | 7. SAMPLE SELECTION AND STORAGE |
| Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб <\*>. | Samples are collected under GOST R 51592-2000 'Water. General Sampling Requirements' <\*>. |
| -------------------------------- | -------------------------------- |
| <\*> Внесены дополнения и изменения согласно протокола N 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г. | <\*> As amended under Minutes No. 23 of the Meeting by the Environmental Control and Analysis Center at the Ministry of Natural Resources, dated May 30, 2001. |
| 7.1. | 7.1. |
| Пробы отбирают в полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. | Samples are taken in polyethylene bottles pre-rinsed with the selected water. |
| Объем пробы должен быть не менее 100 куб. см. | The sample size must exceed 100 cc. |
| 7.2. | 7.2. |
| Пробу анализируют в день отбора проб, не консервируют. | The sample is analyzed on the sampling day without preservation. |
| 7.3. | 7.3. |
| При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают: | Sampling is accompanied with a document indicating: |
| цель анализа, предполагаемые загрязнители; | Analysis purpose, hypothetic pollutants; |
| место, время отбора; | Sampling place and time; |
| номер пробы; | Sample number; |
| должность, фамилия отбирающего пробу, дата. | Position, sampler surname, date. |
| 8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА | 8. ASSAY PERFORMANCE PREPARATION |
| 8.1. | 8.1. |
| Подготовка прибора | Instrument preparation |
| 8.1.1. | 8.1.1. |
| Подготовку иономера или рН-метра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации. | The ionomer or pH meter is prepared under its operation manual. |
| 8.1.2. | 8.1.2. |
| Настройку прибора проводят по буферным растворам, приготовленным по п. п. 8.2.1 - 8.2.5 (ежедневно прибор проверяют по двум буферным растворам и один раз в неделю по всем буферным растворам). | The instrument is adjusted for buffer solutions prepared under Clauses 8.2.1-8.2.5. Each day the instrument is checked against 2 buffer solutions and once a week against all buffer solutions. |
| После настройки прибора электроды промывают дистиллированной водой, удаляют избыток влаги фильтровальной бумагой или обтирают тонкой мягкой тканью. | After instrument adjustment, the electrodes are rinsed with distilled water, removing excess water with filter paper, or wiped with a thin soft cloth. |
| В нерабочее время электроды хранят в дистиллированной воде. | In downtime, the electrodes are stored in distilled water. |
| 8.2. | 8.2. |
| Приготовление вспомогательных (буферных) растворов | Auxiliary (buffer) solution preparation |
| Для приготовления буферных растворов используют дистиллированную воду с | Buffer solutions are prepared using distilled water with |
| удельной электропроводностью не более 2 мкСм/см при 25 °С. | specific electrical conductivity within 2 μS/cm at 25° С. |
| Для | Borate and phosphate buffer solutions |
| приготовления боратных и фосфатных буферных растворов используют | are prepared using |
| дистиллированную воду, не содержащую CO . | distilled water without CO. |
| Удаление CO производят | CO is removed |
| 2 2 | 2 2 |
| кипячением. | by boiling. |
| При охлаждении дистиллированную воду защищают от атмосферной | In cooldown, the distilled water is protected from atmospheric |
| CO . | CO. |
| Дистиллированная вода, находящаяся в равновесии с воздухом (рН = 5,6 - | Distilled water in equilibrium with air (pH=5.6- |
| 2 | 2 |
| 6,0), пригодна для фталатного буферного раствора. | 6.0) is suitable for a phthalate buffer solution. |
| 8.2.1. | 8.2.1. |
| Приготовление буферного раствора с рН = 1,68 | Preparation of a buffer solution with pH=1.68 |
| Содержимое одной ампулы стандарт-титра гидрооксалата калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. | The contents of 1 ampoule of the standard titre of potassium hydrooxalate is quantitatively transferred to a measuring flask with a 1,000 cc capacity, dissolved in a small amount of distilled water, diluted to volume with distilled water, and mixed. |
| 8.2.2 Приготовление буферного раствора с рН = 4,01 | 8.2.2 Preparation of a buffer solution with pH=4.01 |
| Содержимое одной ампулы стандарт-титра фталевокислого калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. | The contents of 1 ampoule of the standard titre of potassium phthalate is quantitatively transferred to a measuring flask with a 1,000 cc capacity, dissolved in a small amount of distilled water, diluted to volume with distilled water, and mixed. |
| 8.2.3. | 8.2.3. |
| Приготовление буферного раствора с рН = 6,86 | Preparation of a buffer solution with pH=6.68 |
| Содержимое одной ампулы стандарт-титра смеси калия фосфорнокислого однозамещенного и натрия фосфорнокислого двузамещенного количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой. | The contents of 1 ampoule of the standard titre of monosodium phosphate and disubstituted potassium phosphate is quantitatively transferred to a measuring flask with a 1,000 cc capacity, dissolved in a small amount of distilled water, and diluted to volume with distilled water. |
| 8.2.4. | 8.2.4. |
| Приготовления буферного раствора с рН = 9,18 | Preparation of a buffer solution with pH=9.18 |
| Содержимое одной ампулы стандарт-титра тетраборнокислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой. | The contents of 1 ampoule of the standard sodium borate titre is transferred to a 1,000 cc measuring flask, dissolved in some distilled water, and diluted to volume with distilled water. |
| 8.2.5. | 8.2.5. |
| Приготовления буферного раствора с рН = 12,45 | Preparation of a buffer solution with pH=12.45 |
| Содержимое одной ампулы стандарт-титра гидрата окиси кальция, насыщенного при температуре 25 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. | The contents of 1 ampoule of the standard calcium hydrate titre saturated at 25°С is quantitatively transferred to a 1,000 cc measuring flask, dissolved in some distilled water, diluted to volume with distilled water, and mixed. |
| Все буферные растворы хранят в полиэтиленовых бутылях. | All buffer solutions are stored in polyethylene bottles. |
| 8.2.6. | 8.2.6. |
| Приготовление насыщенного раствора хлористого калия | Preparation of a saturated potassium chloride solution |
| 35 г хлористого калия помещают в коническую колбу с притертой пробкой и добавляют 100 куб. см дистиллированной воды. | 35 g of potassium chloride are put in a conical flask with a ground plug and 100 cc of distilled water are added. |
| 9. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА | 9. ASSAY PERFORMANCE |
| Анализируемую пробу объемом 30 куб. см помещают в химический стакан вместимостью 50 куб. см. | The analyzable 30 cc sample is put in a 50 cc beaker. |
| Электроды промывают дистиллированной водой, обмывают исследуемой водой, погружают в стакан с анализируемой пробой. | The electrodes are rinsed with distilled water, washed with the water on test, and immersed in the beaker with the analyzable sample. |
| При этом шарик стеклянного измерительного электрода необходимо полностью погрузить в раствор, а солевой контакт вспомогательного электрода должен быть погружен на глубину 5 - 6 мм. | In this case, the glass measuring electrode ball must be completely immersed in the solution, and the salt contact of the auxiliary electrode must be immersed 5-6 mm deep. |
| Одновременно в стакан погружают термокомпенсатор. | Simultaneously, a temperature compensator is immersed in the beaker. |
| Отсчет величины рН по шкале прибора проводят, когда показания прибора не будут изменяться более чем на 0,2 единицы рН в течение одной минуты, через минуту измерение повторяют, если значения рН отличаются не более чем на 0,2, то за результат анализа принимают среднее арифметическое значение. | The pH value is calculated on the instrument scale when the instrument readings do not change by over 0.2 pH units for 1 minute, and measurement is repeated after a minute. If the pH values differ by below 0.2, the arithmetic mean is taken as the analysis result. |
| После измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой или мягкой тканью. | After measurement, the electrodes are rinsed with distilled water and wiped with filter paper or a soft cloth. |
| Если возникает необходимость обезжирить электрод, то его протирают мягкой тканью, смоченной этиловым спиртом и затем несколько раз ополаскивают дистиллированной водой и протирают мягкой тканью. | If it becomes necessary to degrease the electrode, it is wiped with a soft cloth moistened with ethyl alcohol, then rinsed several times with distilled water, and wiped with a soft cloth. |
| При необходимости электрод регенерируют погружением на 2 часа в 2%-ный раствор соляной кислоты и далее тщательно промывают дистиллированной водой. | If necessary, the electrode is revivified by 2-hour immersion in a 2% hydrochloric acid solution and then thoroughly washed with distilled water. |
| 10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ | 10. MEASUREMENT DATA PROCESSING |
| 10.1. | 10.1. |
| За результат измерения принимают значение рН, которое определяют по шкале прибора. | A measurement result is the pH value recorded on the instrument scale. |
| 10.2. | 10.2. |
| За результат анализа Х принимают среднее арифметическое | X analysis result is the arithmetic mean |
| ср | average |
| значение двух параллельных определений Х и Х : | value of 2 parallel definitions of X and X: |
| 1 2 | 1 2 |
| Х + Х | Х+Х |
| 1 2 | 1 2 |
| Х = -------, | Х=-------, |
| ср 2 | ave. 2 |
| для которых выполняется следующее условие: | for which the following condition is satisfied: |
| |Х - Х | <= r, (1) | |Х-Х|<=r, (1) |
| 1 2 | 1 2 |
| где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2. | where r is the repeatability limit with its values given in Table 2. |
| Таблица 2 | Table 2 |
| ЗНАЧЕНИЯ ПРЕДЕЛА ПОВТОРЯЕМОСТИ ПРИ ВЕРОЯТНОСТИ Р = 0,95 | REPEATABILITY LIMIT VALUES UNDER PROBABILITY P=0.95 |
| в единицах рН | in pH units |
| Диапазон измерений | Measurement range |
| Предел повторяемости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r | Repeatability limit (value of allowable discrepancy between 2 parallel determinations), r |
| от 1 до 14 включительно | 1 to 14 inclusively |
| 0,2 | 0.2 |
| При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6. | If condition (1) is not satisfied, acceptability test methods for parallel determinations and establishing the final result under Section 5, GOST R ISO 5725-6, can be used. |
| 10.3. | 10.3. |
| Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. | Discrepancy between analysis results obtained in 2 laboratories must not exceed the reproducibility limit. |
| При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. | If this condition is met, both analysis results are acceptable, and their arithmetic mean can be used as the final result. |
| Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3. | Reproducibility limit values are given in Table 3. |
| Таблица 3 | Table 3 |
| ЗНАЧЕНИЯ ПРЕДЕЛА ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ ПРИ ВЕРОЯТНОСТИ Р = 0,95 | REPRODUCIBILITY LIMIT VALUES UNDER PROBABILITY P=0.95 |
| в единицах рН | in pH units |
| Диапазон измерений | Measurement range |
| Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R | Reproducibility limit (value of allowable discrepancy between 2 measurement results from different laboratories), R |
| от 1 до 14 включительно | 1 to 14 inclusively |
| 0,3 | 0.3 |
| При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6. | If the reproducibility limit is exceeded, acceptability test methods for analysis results under Section 5, GOST R ISO 5725-6, can be used. |
| 11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА | 11. ANALYSIS RESULT PRESENTATION |
| Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: | The analysis result in documents providing for its usage can be presented as follows: |
| , Р = 0,95, | , Р=0.95, |
| где - показатель точности методики. | where is the procedure accuracy figure. |
| Значение приведено в таблице 1. | The value is given in Table 1. |
| Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: | The analysis result in documents issued by the laboratory may be presented as follows: |
| , Р = 0,95, при условии , где: | , P=0.95, provided where: |
| - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики; | is the analysis result obtained under the procedure wording; |
| - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа. | is the performance level of analysis result error, established during procedure implementation in the laboratory and ensured by the stability control of analysis results. |
| Примечание. | Note. |
| При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают: | Presentation of the analysis result in documents from the laboratory includes: |
| - количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа; | - the number of parallel determinations used to calculate the analysis result; |
| - способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определении). | - the analysis result determination method (arithmetic mean or parallel determination median). |
| 12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ | 12. QUALITY CONTROL OF ANALYSIS RESULTS DURING PROCEDURE IMPLEMENTATION |
| МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ | AT LABORATORY |
| Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает: | The quality control of analysis results during procedure implementation at the laboratory includes: |
| - оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры); | - operational control of analysis routines (based on the error estimate during implementation of a specific control procedure); |
| - контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности). | - stability control of analysis results (based on the stability control of repeatability standard deviation, intralaboratory precision standard deviation, and standard error). |
| Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа | Algorithm for operational control of analysis routines |
| с применением образцов для контроля | using control samples |
| Образцами для контроля являются буферные растворы, приготовленные по п. п. 8.2.1 - 8.2.5. | Control samples are buffer solutions prepared under Clauses 8.2.1-8.2.5. |
| Подготовленные образцы анализируют в точном соответствии с настоящей | Prepared samples are analyzed in strict accordance with this |
| методикой. | procedure. |
| Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения | The operational control of analysis routines is carried out by comparing |
| результата отдельно взятой контрольной процедуры К с нормативом контроля | the result of the specific control procedure K with the inspection standard |
| к | k |
| К. | K. |
| Результат контрольной процедуры К рассчитывают по формуле: | The control procedure result K is calculated by the formula: |
| к | k |
| К = |С - С|, | К=|С-С|, |
| к ср | k ave. |
| где: | where: |
| С - результат анализа рН в образце для контроля - среднее | C – the pH analysis result in the control sample – the arithmetic |
| ср | average |
| арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение | mean of 2 parallel determinations with a discrepancy |
| между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 10.1; | satisfying condition (1) of Section 10.1; |
| С - аттестованное значение образца для контроля. | C – the certified value of the control sample. |
| Норматив контроля К рассчитывают по формуле: | The inspection standard K is calculated by the formula: |
| , | , |
| где - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля. | where is a characteristic of analysis result error, corresponding to the certified value of the control sample. |
| Примечание. | Note. |
| Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: | Analysis result error during procedure implementation at the laboratory may be characterized on the basis of the equation: |
| , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа. | , with subsequent refinement as information is accumulated in the stability control of analysis results. |
| Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия: | Analysis routines are considered satisfactory if the following condition is met: |
| К <= К. (2) | К<=К. (2) |
| к | k |
| При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. | If condition (2) is not satisfied, the control procedure is repeated. |
| При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению. | If condition (2) is not satisfied again, they investigate reasons behind unsatisfactory results and take measures to eliminate them. |
| Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории. | The operational control frequency of analysis routines and the implementable stability control of analysis results are regulated under the laboratory's Quality Manual. |
| Приложение | Annex |
| (рекомендуемое) | (recommended) |
| ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА | ANALYSIS RESULT RECORDING FORM |
| Проба | Sample |
| Наименование компонента | Component |
| Результат определения | Definition result |
| Расхождение между параллельными определениями | Discrepancy between parallel definitions |
| Результат анализа | Analysis result |
| Фактическое | Factual |
| Допускаемое | Allowable |
| 1 | 1 |
| 2 | 2 |
| 3 | 3 |
| 4 | 4 |
| 5 | 5 |
| 6 | 6 |
| 1. | 1. |
| 2. | 2. |
| среднее | average |