



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ МЕТРОЛОГИИ,
СТАНДАРТИЗАЦИИ И ТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ
ЛУГАНСКОЙ НАРОДНОЙ РЕСПУБЛИКИ**

(ГОССТАНДАРТ ЛНР)

ПРИКАЗ

26.10.2018

Луганск

№ 88

Зарегистрировано в Министерстве юстиции
Луганской Народной Республики
19.11.2018 за № 759/2403

**Об утверждении Временной инструкции
проведения проверки пригодности к применению в лаборатории
реактивов с истекшим сроком хранения способом
внутрилабораторного контроля точности измерений**

В соответствии со статьей 42 Закона Луганской Народной Республики от 25.06.2014 № 14-1 «О системе исполнительных органов государственной власти», статьей 4 Закона Луганской Народной Республики от 27.05.2016 № 95-П «Об обеспечении единства измерений», пунктами 3.1, 3.11 Положения о Государственном комитете метрологии, стандартизации и технических измерений Луганской Народной Республики, утвержденного Указом Главы Луганской Народной Республики от 11.06.2015 № 255/01/06/15 (с изменениями),
п р и к а з ы в а ю:

1. Утвердить прилагаемую Временную инструкцию проведения проверки пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения способом внутрилабораторного контроля точности измерений.

2. Заведующему сектором юридической работы Государственного комитета метрологии, стандартизации и технических измерений Луганской Народной Республики Заволодько Алексею Владимировичу направить данный приказ в Министерство юстиции Луганской Народной Республики для государственной регистрации.

3. Настоящий приказ вступает в законную силу по истечении 10 (десяти) дней после дня его официального опубликования.

4. Контроль за исполнением настоящего приказа оставляю за собой.

Исполняющий обязанности
Председателя Государственного
комитета метрологии, стандартизации
и технических измерений
Луганской Народной Республики

В.А. Собко

УТВЕРЖДЕНА
приказом Государственного комитета
метрологии, стандартизации и
технических измерений
Луганской Народной Республики
от 26.10.2018 № 88

Зарегистрировано в Министерстве юстиции
Луганской Народной Республики
19.11.2018 за № 759/2403

**Временная инструкция
проведения проверки пригодности к применению в лаборатории
реактивов с истекшим сроком хранения способом
внутрилабораторного контроля точности измерений**

I. Общие положения

1.1. Временная инструкция проведения проверки пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения способом внутрилабораторного контроля точности измерений (далее – Временная инструкция) распространяется на реактивы с истекшим сроком хранения и содержат метод проведения проверки их пригодности к применению в испытательных лабораториях (центрах) (далее – лаборатории) способом внутрилабораторного контроля точности измерений (испытаний).

Настоящая Временная инструкция предназначена для лабораторий, выполняющих измерения показателей состава веществ и материалов при проведении количественного химического анализа (испытаний) по аттестованным методикам (методам) измерений.

Настоящая Временная инструкция не распространяется на реактивы, применяемые для установления показателей качества других реактивов и чистых веществ.

Работы по организации проведения проверки пригодности к применению реактивов с истекшим сроком хранения, используемых в лаборатории при проведении количественного химического анализа (испытаний), проводятся с целью обеспечения единства измерений показателей, характеризующих состав или свойства веществ и материалов.

1.2. В настоящей Временной инструкции термины употребляются в значениях, определенных Законом Луганской Народной Республики от 27.05.2016 № 95-П «Об обеспечении единства измерений» и действующими документами по стандартизации Луганской Народной Республики.

1.3. При пользовании настоящей Временной инструкцией целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и нормативных документов. Если ссылочный документ заменен (изменен), то 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.

II. Проведение проверки пригодности реактивов к применению способом внутрилабораторного контроля точности измерений

2.1. Изготовителем при выпуске реактива из производства устанавливается гарантийный срок хранения, в течение которого он несет ответственность перед потребителем за соответствие качества реактива требованиям действующих нормативных документов в Луганской Народной Республике (далее – НД), устанавливающих показатели качества 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.

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

2.3. Проверка пригодности реактива к применению выполняется одним из следующих способов:

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

способ внутрилабораторного контроля точности измерений (далее – ВЛКТ) по применяемым в лаборатории методикам (методам) измерений, предусматривающим использование данного реактива.

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

Первичный срок хранения реактивов, приобретенных без указания

гарантийного срока хранения, устанавливается после проверки (полной или частичной) соответствия реактива требованиям НД на показатели качества.

2.5. Экономическая целесообразность работы по проведению проверки пригодности реактивов к применению способом ВЛКТ оценивается с учетом стоимости и имеющегося количества проверяемых реактивов, стоимости выполняемых при проверке измерений и других факторов. Организация работ по проведению проверки пригодности реактивов к применению в соответствии с настоящей Временной инструкцией оформляется распоряжением по лаборатории.

2.6. Проведение проверки пригодности реактивов к применению осуществляется в соответствии с графиком, утвержденным руководителем лаборатории.

2.7. Реактив, прошедший по истечении гарантийного срока хранения проверку пригодности к применению по результатам ВЛКТ, допускается к применению в лаборатории, осуществляющей проверку, для выполнения измерений по конкретным методикам (методам) измерений. При этом испытания на соответствие требованиям НД не проводят.

2.8. Для реактива, признанного по результатам проверки в соответствии с пунктом 2.3 Временной инструкции пригодным к применению в лаборатории, руководитель лаборатории устанавливает дату проведения следующей проверки.

При установлении даты проведения следующей проверки принимаются 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.д.

2.9. Для проведения проверки пригодности реактива к применению способом ВЛКТ используется аттестованная методика (метод) измерений, соответствующая требованиям ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», по которой в лаборатории регулярно проводят ВЛКТ.

2.10. Если в лаборатории реактив используется в нескольких методиках (методах) измерений, основанных на различных методах измерений, проверку проводят для каждого метода измерений. При использовании реактива в нескольких методиках (методах) измерений, основанных на одном и том же методе измерений, проверка пригодности проводится по методикам (методам) измерений с наименьшей погрешностью измерений.

2.11. Одновременно по одной и той же методике (методу) измерений проверка пригодности к применению проводится только для одного реактива. При этом все остальные используемые в методике (методе) измерений реактивы на момент проверки имеют неистекший срок хранения (гарантийный или установленный в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

2.12. Если методика (метод) измерений, выбранная для проверки пригодности реактива к применению, предназначена для проведения измерений показателя состава или свойств нескольких объектов, проверка проводится для объекта, наиболее часто подвергаемого измерениям в данной лаборатории.

2.13. ВЛКТ проводится по методике (методу) измерений по всему диапазону измерений.

2.14. ВЛКТ проводится одним из следующих методов:
с использованием образцов для контроля;
методом добавок;
с использованием контрольной методики (метода) измерений.

2.15. Процедура ВЛКТ для проверки пригодности реактива к применению повторяется не менее трех раз с интервалом в несколько дней. Число параллельных определений при получении каждого результата измерений должно соответствовать требованиям методики (метода) измерений.

2.16. Проверка пригодности реактивов к применению с использованием образцов для контроля.

2.16.1. При проверке пригодности реактивов к применению в качестве образцов для контроля могут быть использованы:

стандартные образцы по ГОСТ 8.315-97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения»;

аттестованные смеси веществ, предназначенные для метрологического обеспечения измерений содержания компонентов веществ и материалов.

2.16.2. Образцы для контроля должны удовлетворять следующим требованиям:

материал образцов для контроля соответствует объекту измерений по выбранной для проверки пригодности реактива к применению методике (метода) измерений, а аттестованная характеристика образцов для контроля является определяемым показателем методики (метода) измерений;

аттестованное значение образцов для контроля находится в диапазоне измерений по методике (методу) измерений;

погрешность аттестованного значения образцов для контроля не превышает $\frac{1}{3}$ соответствующего значения приписанной погрешности измерений по методике (методу) измерений.

2.16.3. Число образцов для контроля с различными аттестованными значениями, необходимое для проведения проверки пригодности реактива к применению, определяется в зависимости от диапазона измерений по методике (методу) измерений.

При проверке пригодности реактива к применению используются не менее трех образцов для контроля с аттестованными значениями вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по методике (методу) измерений. В обоснованных случаях число образцов для контроля может быть сокращено.

2.16.4. Для каждого образца для контроля проводятся измерения определяемого показателя в пробе материала образца для контроля по выбранной методике (методу) измерений с использованием проверяемого реактива и рассчитывается результат контрольной процедуры K_K и норматив контроля K по формулам:

$$K_K = |X - C|;$$

$$K = 0,84 \Delta_x,$$

где, C – аттестованное значение образцов для контроля;

X – результат измерений аттестованной характеристики образцов для контроля;

Δ_x – приписанная доверительная погрешность результата измерений X при вероятности 0,95.

Результат контроля считается удовлетворительным, если для каждого образца для контроля

$$K_K \leq K.$$

2.17. Проведение проверки пригодности реактивов к применению методом добавок.

2.17.1. Проверка пригодности реактива к применению способом ВЛКТ методом добавок может быть проведена в том случае, если реактив применяется при определении величин, характеризующих состав веществ и материалов. При проверке проводится 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 методике (методу) измерений.

2.17.2. Число исходных проб с различными значениями содержания определяемого компонента, необходимое для проверки пригодности реактива к применению, определяется в зависимости от диапазона измерений по методике (методу) измерений.

Проверка пригодности реактива к применению способом ВЛКТ методом добавок проводится с использованием не менее трех рабочих проб с содержанием определяемого компонента вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по методике (методу) измерений. В обоснованных случаях число рабочих проб может быть сокращено.

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

2.17.4. В качестве добавки используется стандартный образец (аттестованная смесь), аттестованной характеристикой которого является содержание определяемого компонента по выбранной для контроля методике (методу) измерений. 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.

2.17.5. Внесение добавки не должно приводиться к существенному изменению общего состава исходной пробы. Погрешность, связанная с процедурой приготовления и внесения добавки, не должна превышать $\frac{1}{3}$ значения Δx приписанной доверительной погрешности результата измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе при вероятности 0,95.

2.17.6. Содержание определяемого компонента в пробе с добавкой не должно выходить за пределы диапазона измерений по методике (методу) измерений. Результат измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе вследствие внесения добавки (значение добавки) должно составлять не менее $1,5 \Delta x$.

Значение добавки выбирается от 50 % до 150 % содержания определяемого компонента в исходной пробе.

2.17.7. При внесении добавки обеспечивается однородное распределение вносимого компонента в материале пробы.

Если приготовление однородного материала пробы с добавкой вызывает затруднение, проба с добавкой готовится в количестве, необходимом для однократного определения содержания компонента по методике (методу)

измерений. В этом случае число одинаковых проб с добавкой должно быть равно числу параллельных определений, необходимых для получения результата измерений.

2.17.8. По результатам измерений содержания определяемого компонента в исходной пробе X и в пробе с добавкой X_d рассчитывается результат контрольной процедуры K_k и норматив контроля K по формулам:

$$K_k = |X_d - X - C_d|;$$

$$K = 0,84 \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_d}^2},$$

где, Δ_{X_d} – приписанная доверительная погрешность результата измерений X_d содержания определяемого компонента в пробе с добавкой при вероятности 0,95;

C_d – значение добавки.

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

$$K_k \leq K.$$

2.18. Проведение проверки пригодности реактивов к применению с использованием контрольной методики (метода) измерений.

2.18.1. Проверка пригодности реактива к применению способом ВЛКТ с использованием контрольной методики (метода) измерений может быть проведена в том случае, если в лаборатории наряду с методикой (методом) измерений, предусматривающей применение реактива с истекшим сроком хранения, используется методика (метод) измерений, имеющая такое же назначение, но не требующая применения проверяемого реактива (контрольная методика (метод) измерений). При проверке пригодности реактива к применению с использованием контрольной методики (метода) измерений проводится сравнение результатов измерений определяемого показателя в пробах вещества (материала), являющегося объектом измерений по каждой из методик (методов) измерений.

2.18.2. Погрешность измерений по контрольной методике (методу) измерений, не должна превышать погрешности измерений по методике (методу) измерений, предусматривающей применение проверяемого реактива. Если в лаборатории используется несколько методик (методов) измерений, предназначенных для измерений определяемого показателя и не

предусматривающих применение проверяемого реактива, в качестве контрольной выбирается методика (метод) измерений с наименьшей погрешностью измерений.

2.18.3. При проведении измерений по контрольной методике (методу) измерений используются реактивы в пределах срока хранения (гарантийного или установленного в данной лаборатории по результатам проведенной ранее проверки пригодности к применению).

2.18.4. Значение определяемого показателя в пробе вещества (материала) объекта измерений должно находиться в диапазоне измерений обеих методик (методов) измерений. Число проб с различными значениями определяемого показателя, необходимое для проведения проверки пригодности реактива к применению, определяется в зависимости от диапазона измерений по методике (методу) измерений, предусматривающей использование реактива.

При проверке пригодности реактива к применению используются не менее трех проб вещества (материала) объекта измерений со значениями определяемого показателя вблизи начала, середины и конца диапазона измерений по методике (методу) измерений, предусматривающей применение реактива. В обоснованных случаях число образцов для контроля может быть сокращено.

2.18.5. По результатам измерений определяемого показателя в каждой пробе X и X_K , полученным соответственно по методике (методу) измерений с использованием проверяемого реактива и по контрольной методике (методу) измерений, рассчитывается результат контрольной процедуры K_K и норматив контроля K по формулам:

$$K_K = |X - X_K|;$$

$$K = 0,84 \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_K}^2},$$

где, Δ_X – приписанная доверительная погрешность результата измерений определяемого показателя по методике (методу) измерений с использованием проверяемого реактива при вероятности 0,95;

Δ_{X_K} – приписанная доверительная погрешность результата измерений определяемого показателя по контрольной методике (методу) измерений при вероятности 0,95.

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

$$K_K \leq K.$$

2.19. Реактив признается пригодным к применению в лаборатории для выполнения измерений по методике (методу) измерений (по группе методик (методов) измерений, основанных на одной и той же методике (методе) измерений), если каждый из трех результатов контроля, полученных по любому из перечисленных в пункте 2.14 настоящей Временной инструкции методов, признан удовлетворительным.

2.20. Контролируемый реактив признается непригодным для выполнения измерений в лаборатории по применяемым методикам (методам) измерений, если из трех результатов проверки пригодности реактивов по любому из выбранных алгоритмов контроля два или три признаны неудовлетворительными.

2.21. 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 признается непригодным.

2.22. Результаты проведения проверки пригодности реактивов к применению регистрируются в журнале регистрации результатов проведения проверки пригодности реактивов к применению по результатам внутрилабораторного контроля точности методом добавок (приложение к Временной инструкции). Учет прошедших проверку пригодности к применению в лаборатории реактивов ведется в порядке, установленном в лаборатории.

2.23. На упаковку с реактивом, прошедшим проверку пригодности к применению, наклеивается дополнительная этикетка с указанием нового срока хранения.

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

Начальник отдела стандартизации
и подтверждения соответствия
Госстандарта ЛНР

Н.Д. Редякина

