

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

**УТВЕРЖДАЮ**

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



**К.А. Сапрыкин**

**2007 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

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

**ПНД Ф 14.1:2.242-07**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 2007 г.**

## 1 ВВЕДЕНИЕ

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

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

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

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

Диапазон измерений щелочности, мг-экв/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при Р=0,95 ± $\delta$ , %,
От 0,005 до 0,1 вкл.	9	12	30
Св. 0,1 до 1 вкл	7	11	25
Св. 1 до 10 вкл	5	9	20

Значения показателя точности методики используют при:

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

### 3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

#### 3.1 Средства измерений

pH-метр или иономер И-130 с погрешностью измерения pH не более 0,05 единиц pH

Термокомпенсатор ТКА-4 (ТКА-5)

Электрод измерительный типа ЭСЛ-63-07, ТУ 25-05.2234-77  
ЭСЛ-43-07

Электрод вспомогательный (сравнения) ЭВЛ-1М3 ТУ 25-05.2181-77

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа

ГСО с аттестованным содержанием гидрокарбонат-иона с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при Р = 0,95

Стандарт-титры для приготовления буферных растворов ГОСТ 8.135-74

Термометр с ценой деления 0,2°C ГОСТ 29224-91

Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 см<sup>3</sup> ГОСТ 1770-74

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> ГОСТ 29227-91

Бюretки с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> ГОСТ 29251-91

Цилиндры мерные или мензуруки ГОСТ 1770-74

#### 3.2 Вспомогательные устройства

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева ГОСТ 14919-83

Шкаф сушильный лабораторный

Стаканчики для взвешивания (бюксы) ГОСТ 25336-82

Мешалка магнитная с числом оборотов в минуту в диапазоне 100 – 1000

Стаканы химические ГОСТ 25336-82

Воронка стеклянная диаметром (13 - 15) см ГОСТ 25336-82

Воронка фильтрующая с пористой пластинкой ГОСТ 25336-82

Эксикатор ГОСТ 25336-82

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

### 3.3 Реактивы и материалы

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

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

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

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

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

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

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

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

## 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

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

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

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

## 7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха  $(20\pm 5)^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление  $(84\text{--}106)$  кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре  $25^\circ\text{C}$ ;
- частота переменного тока  $(50\pm 1)$  Гц;
- напряжение в сети  $(220\pm 22)$  В.

## 8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

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

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

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

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 300 см<sup>3</sup>.

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

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

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

## 9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1 Подготовка прибора

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

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

В нерабочее время электроды хранят в дистиллированной воде.

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

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

## 9.2 Приготовление растворов и реагентов

### 9.2.1 Дистиллированная вода, свободная от растворенной углекислоты

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

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

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

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

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

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

### 9.2.3 Приготовление раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента

При приготовлении из стандарт-титра раствор готовят согласно инструкции.

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

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

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

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

#### **9.2.4 Приготовление электролита**

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

#### **9.2.5. Приготовление раствора натрия углекислого с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента**

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

Для предотвращения поглощения CO<sub>2</sub> из воздуха раствор хранят в герметично закрытой склянке. Раствор хранят не более 3 месяцев.

### **9.3 Определение поправочного коэффициента для раствора соляной кислоты**

Отбирают 20 см<sup>3</sup> раствора натрия углекислого, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> свободной от CO<sub>2</sub> дистиллированной водой и титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента, строго соблюдая те же условия, что и при определении общей щелочности (п. 10.2). Особенно следует соблюдать рекомендованные условия продувания воздухом. Титрование повторяют дважды и, если расхождение между объемами раствора соляной кислоты не превышает 0,02 см<sup>3</sup>, за результат титрования принимают среднее арифметическое значение.

Коэффициент поправки для раствора соляной кислоты находят по формуле:

$$K = \frac{V_{\text{н}}}{V_{\text{к}}}, \quad (1)$$

где  $K$  –коэффициент поправки раствора соляной кислоты;  
 $V_n$  – объем раствора карбоната натрия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $V_x$  – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

## 10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

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

### 10.1 Определение свободной щелочности (Р)

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

Производят отсчет количества титрующего раствора на проведение титрования до  $\text{pH}=8,3$  ( $V_1$ , см<sup>3</sup>) по бюретке.

Выполняют по два параллельных определения.

### 10.2 Определение общей щелочности (М)

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

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

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

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

Выполняют по два параллельных определения.

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

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

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

## 11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

**11.1** Расчет свободной (P) и общей (M) щелочности,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  эквивалента, рассчитывают по формулам

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

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

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

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

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

$K$  - коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

$V_{np}$  - объем пробы, взятый для анализа,  $\text{см}^3$ .

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

$$P_{cp} = \frac{P_1 + P_2}{2}, \quad (4)$$

$$M_{cp} = \frac{M_1 + M_2}{2}, \quad (5)$$

для которых выполняется следующее условие:

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

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

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

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

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

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

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

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:

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

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

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

$$P_{cp} (M_{cp}) \pm \Delta_n, P=0,95,$$

при условии  $\Delta_n < \Delta$ ,

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

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

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

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

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

## 13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

### 13.1 Алгоритм контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |, \quad (8)$$

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

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

$C_d$  - величина добавки.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{n, X'_{cp}}^2 + \Delta_{n, X_{cp}}^2}, \quad (9)$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (10)$$

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

### 13.2 Алгоритм контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = | C_{cp} - C |, \quad (11)$$

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

$C$  - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_{\kappa} \leq K \quad (12)$$

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

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