УДК 53.08:543.3

# 000 «ЦСОВВ» И ЕГО ВКЛАД В ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ БЕЗОПАСНОСТИ И КАЧЕСТВА ВОД

Атанов А.Н., Болдина О.В., Гагаринов С.В., Кузенталь Ю.В., Сидорова Л.С.

Представлена информация об ООО «ЦСОВВ» — одном из крупнейших в РФ производителей стандартных образцов утвержденных типов (ГСО) для метрологического обеспечения контроля показателей качества и безопасности воды, водных сред и различных видов продукции. Показаны измерительные возможности центра, а также представлены схемы прослеживаемости результатов аттестации всех производимых ГСО к первичным эталонам и единицам системы СИ.

**Ключевые слова:** стандартные образцы, метрология, обеспечение единства измерений, прослеживаемость, показатели качества воды, аккредитация, эталоны, методы аттестации стандартных образцов, поверочная схема для средств измерений.



**′Ссылка при цитировании:** ООО «ЦСОВВ» и его вклад в обеспечение прослеживаемости результатов измерений показателей безопасности и качества вод / А.Н. Атанов [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 3. С. 51–63.

#### Авторы:

#### ATAHOB A.H.

Генеральный директор ООО «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ» (ЦСОВВ),

канд. хим. наук

Российская Федерация, Санкт-Петербург, 198504, г. Петергоф, Гостилицкое шоссе, 131, литера А

Тел.: 8 (812) 428-49-54 E-mail: mail@standmat.ru

#### БОЛДИНА О.В.

Начальник лаборатории испытаний и контроля 000 «ЦСОВВ»

#### Принятые сокращения:

ВР - водные растворы

ГПЭ - государственные первичные эталоны

ГСО – стандартный образец утвержденного типа (до 2009 года –

Государственный стандартный образец)

МСИ - межлабораторные сличительные испытания

МСО - межгосударственный стандартный образец

#### ГАГАРИНОВ С.В.

Начальник отдела инженерно-технического обеспечения ООО «ЦСОВВ»

#### КУЗЕНТАЛЬ Ю.В.

Ведущий инженер лаборатории испытаний и контроля 000 «ЦСОВВ»

#### СИДОРОВА Л.С.

Начальник производственного отделения 000 «ЦСОВВ»

СИ – средства измерений

СО - стандартные образцы

РЭ – рабочий эталон

УЭП – удельная электропроводность

Центр - 000 «ЦСОВВ», г. Санкт-Петербург

SI – международная система единиц

000 «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ» (далее – 000 «ЦСОВВ», Центр) был создан в Санкт-Петербурге в апреле 1997 года. Основной целью создания Центра стало построение надежной и доступной отечественной системы средств метрологического обеспечения контроля показателей качества и безопасности воды, водных сред и различных видов продукции в виде стандартных образцов (СО) состава и свойств, стандарт-титров и высокочистых веществ. Истоками Центра стали лучшие достижения в области разработки СО, методов и средств их аттестации (характеризации), накопленные за 30-летний период сначала в НПО «ИСАРИ» Госстандарта СССР (г. Тбилиси, Грузия), а затем в ЗАО «Центр исследования и контроля воды» (ЗАО «ЦИКВ», Санкт-Петербург). За последнее десятилетие эти достижения получили на базе Центра дальнейшее развитие.

Только за последние пять лет в Центре созданы 16 CO утвержденных типов (ГСО), а также методы (методики) и средства их аттестации.

В настоящее время Центр осуществляет в форме серийного постоянного (непрерывного) производства выпуск 165 типов ГСО состава и свойств водных сред, чистых органических веществ и их растворов в органических растворителях, а также стандарт-титров рН. Все ГСО признаны в качестве МСО. Ряд ГСО состава и свойств, а также стандарт-титры рН представляют собой рабочие эталоны. Производимая Центром номенклатура ГСО охватывает основные, наиболее часто контролируемые показатели состава и свойств вод, подлежащие контролю в соответствии с действующими нормативными документами [1-3]. Общий годовой объем выпуска и реализации ГСО превышает на данный момент четверть миллиона экземпляров. При этом в 2014 году было выпущено 100 партий экземпляров ГСО различных типов, а в последние два года объемы реализации ГСО росли примерно на 10 % ежегодно.

Персонал Центра насчитывает 29 человек, в том числе три кандидата химических наук, с высшим образованием — 24 сотрудника (в том числе с химическим или химико-технологическим — 14 человек), со средним специальным образованием один сотрудник и со средним профессиональным — четыре. Три специалиста имеют дополнительное метрологическое образование.

В настоящее время Центр имеет следующую структуру: административно управленческий персонал, производственное отделение, лаборатория испытаний и контроля, отдел метрологии, служба контроля качества, отдел инженерно-технического обеспечения, отдел продаж, финансово-экономический отдел.

Руководителем Центра с момента его создания является А.Н. Атанов, кандидат химических наук, заслуженный химик РФ.

Центр имеет надежно функционирующую систему менеджмента качества. В 2012 году Центр первым из отечественных производителей СО аккредитован Ассоциацией аналитических центров «Аналитика» на соответствие ISO Guide 34:2009 [4] в международной системе APLAC (сертификат аккредитации № AAC. RM.00157 от 02.07.2012), подтверждающей компетентность организации в качестве производителя СО.

Принципиальная позиция Центра с момента создания — гарантия однозначной прослеживаемости результатов аттестации всех разработанных и производимых ГСО к первичным эталонам и единицам системы SI. Центр не производит ни одного ГСО, в основу аттестации которого была бы заложена процедура приготовления или процедура МСИ.

Центр имеет следующие измерительные возможности. Аттестация ГСО проводится с использованием:

- ряда «первичных», по современной международной терминологии, высокоточных инструментальных методов (кулонометрия потенциостатическая и кулонометрическое титрование, криометрия);
- 52 аттестованных методик измерений, основанных на использовании «первичных» методов (титриметрия, гравиметрия), «первичных» ГСО, рабочих эталонов (РЭ) и образцовых средств измерений (СИ).

Для аттестации ГСО используется в ряде случаев уникальная инструментальная база:

- установка кулонометрическая «Кулон» (000 «Информаналитика», г. Санкт-Петербург);
- установка кулонометрическая высокоточная УКТ-1 (ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург):
- РЭ единицы молярной доли органических веществ «Криом» (НПО «ИСАРИ», г. Тбилиси, Грузия);
- РЭ удельной электропроводности водных растворов
   2-го разряда;
  - образцовый спектрофотометр и др.

Прослеживаемость результатов аттестации производимых ГСО регулярно подтверждается путем:

- калибровок РЭ в государственных научных метрологических институтах (ГНМИ) Росстандарта (с использованием Государственных первичных эталонов ГПЭ единиц РФ);
- поверок РЭ и СИ в ГНМИ и территориальных органах Росстандарта РФ;
- использования ГСО РЭ 1-го разряда, производимых ФГУП «УНИИМ»:
- в некоторых случаях сличениями с зарубежными CO.

Приемо-сдаточные испытания и аттестацию всех производимых партий ГСО проводит лаборатория испытаний и контроля Центра. Технологический контроль в процессе изготовления партий ГСО осуществляют специалисты производственного отделения и отдел инженерно-технического обеспечения Центра.

Все используемые методы и методики измерений для аттестации ГСО имеют строго определенную и ограниченную область применения, определяемую следующими существенными факторами:

- природа и диапазон концентраций аттестуемого компонента;
- отсутствие в матрице заметных количеств других макрокомпонентов сходной природы;
- для водных растворов определенные параметры матрицы (отсутствие или наличие фонового электролита, его строго определенная природа и значение его концентрации);
- во всех случаях отсутствие заметных количеств примесей.

Производство ГСО - сложный процесс, включающий ряд технологических операций и стадий производственного (технологического) контроля, которые регламентированы в соответствующих комплектах конструкторской и технологической документации (включающих в том числе ТУ, технологические регламенты и технологические инструкции). Основная цель реализации многозвенной и строгой системы производственного контроля и приемо-сдаточных испытаний - соответствие продукции при передаче ее на аттестацию всем заданным требованиям. Для целей производственного контроля и проведения приемо-сдаточных испытаний ГСО используются следующие методы: титриметрия, переменнотоковая кондуктометрия, спектрофотометрия (Vis, ИК), эмиссионная и масс-селективная спектрометрия индуктивно-связанной плазмы, импульсная полярография, турбидиметрия, потенциометрия, гравиметрия, газовая хроматография.

Объектами производственного контроля производства партий ГСО являются:

- исходный растворитель (деионизированная вода, органические растворители);
- исходные реактивы (неорганические и органические);
- исходный фоновый электролит (при его наличии в составе ГСО);
- входные комплектующие (ампулы, пробирки, банки полимерные, упаковочные футляры, коробки и этикетки и др.);
  - материалы ГСО;
  - экземпляры ГСО.

Продукция Центра не имеет рекламаций потребителей, что, очевидно, является следствием строгого соблюдения требований системы менеджмента качества. Высокое качество продукции Центра неоднократно отмечалось наградами конкурсов и выставок «Метрология» и «Аналитика-Экспо». Так, по результатам экспертиз, проведенных ФГУ «Ростест-Москва», продукция 000 «ЦСОВВ» неоднократно награждалась «Знаком качества средств измерений» и знаком качества «За обеспечение высокой точности измерений в аналитической химии». Продукция Центра награждалась золотыми медалями выставок «Метрология» и «Аналитика-Экспо», а также премией «НИКА» – за победу в номинации «Стабильность и качество продукции» (данная награда вручается за продукцию, которая прошла «испытание временем» и неоднократно удостаивалась знака качества).

Центр активно работает с потребителями через такие мероприяия, как:

- участие в выставках;
- выступления с докладами на конференциях и семинарах;
  - публикации статей в журналах;
- регулярные обновления информации на сайте, в том числе ежемесячно по выпущенным партиям CO, находящимся в обращении.

В течение ряда лет вместе с ЗАО «Роса» (Москва) и ЗАО «ЦИКВ» (Санкт-Петербург) Центр



является организатором ежегодного семинара «Вопросы аналитического контроля качества вод», к которому неизменно проявляют повышенный интерес участники, фирмы — экспоненты оборудования и расходных материалов, а также фирмы-спонсоры.

Центр активно развивается: выполняет разработки новых типов СО, проводит работы по совершенствованию технологических процессов, по повышению производительности труда, автоматизации ручных операций (мойка и сушка ампул, наклейка этикеток), по повышению гарантий качества продукции за счет минимизации субъективного фактора и совершенствования процедур контроля.

С начала этого года в Центре введена в эксплуатацию система автоматической мойки ампул разной вместимости, которая позволила, с одной стороны, отказаться от ручной мойки и на порядок повысить производительность труда, а с другой стороны, существенно повысить объективность и достоверность контроля качества отмывки ампул.

Центр выпускает ГСО по следующим показателям:

- водные растворы (ВР) катионов однокомпонентные
  (29 показателей);
- ВР металлов многокомпонентные для спектрального анализа (14 показателей);
  - ВР анионов однокомпонентные (14 показателей);
- чистые органические вещества и их растворы в органических растворителях (19 показателей);
- интегральные показатели состава: активный хлор, общая жесткость, общая щелочность, общая минерализация, бихроматная окисляемость воды (ХПК), нефтепродукты, общий азот, общий фосфор (8 показателей) 15 типов;
- свойства воды: мутность, цветность, электропроводность, рН (4 показателя) 16 типов.

Используемые в Центре методы аттестации ГСО можно разделить на следующие группы.

- 1. Абсолютные методы («первичные» по ИСО 35 [5]), основанные на использовании фундаментальных констант и не требующие для своей реализации СО более высокой точности:
- потенциостатическая кулонометрия (используется для аттестации группы ГСО состава BP ионов тяжелых металлов:  $Fe^{3+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Sn^{4+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Sb^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Zn^{2+}$ );
- кулонометрическое титрование (используется для аттестации ГСО состава ВР ионов хрома (VI), натрия и хлорид-ионов);
- криометрия (используется для аттестации ГСО группы чистых органических веществ: бензол, гекса-

- декан, 2,4-дихлорфенол, 1,2-дихлорэтан, изооктан, пентахлорфенол, тетрахлорэтилен, толуол, 2,4,6-трихлорфенол, фенол, хлорбензол, хлороформ, четыреххлористый углерод).
- 2. Методы, основанные на использовании РЭ и образцовых СИ:
- переменнотоковая кондуктометрия, прецизионная потенциометрия и спектрофотометрия, используемые для аттестации ГСО свойств ВР (например, удельная электрическая проводимость УЭП, рН, цветность, мутность).
- 3. Методы, основанные на использовании аттестованных методик измерений с использованием «первичных» ГСО (то есть СО, аттестованных «первичными методами»):
- титриметрические (используются для аттестации ГСО состава и свойств ВР (общей жесткости, общей щелочности, ХПК, формальдегида, соляной кислоты, сульфид-ионов, алюминия, мышьяка, селена):
- хроматографические (используются для аттестации ГСО состава органических веществ в органических растворителях (фенол, бензол, хлорбензол, четыреххлористый углерод, нефтепродукты);
- спектрометрия индуктивно-связанной плазмы (используется для аттестации многокомпонентных ГСО состава ВР металлов РМ-1 (Ti, Mo, Sb), PM-2 (Fe, Ni, Pb, Mn, Zn) и РМ-3 (Al, As, Cu, Cd, Co, Cr));
- гравиметрия («первичный» метод по ИСО 35) (используется для аттестации ГСО состава и свойств ВР: молибдена (VI), додецилсульфата натрия (АПАВ), кремния, общей минерализации, бромида, роданида, иодида, лития);
- переменнотоковая кондуктометрия (используется для аттестации ГСО состава BP ряда катионов щелочных и щелочноземельных металлов и анионов:  $NH_4$ , Ba, B, K, Ca, Mg, Na, Sr, Cr,  $NO_3$ ,  $NO_2$ ,  $SO_4$ ,  $PO_4$ , F, CI, KJO $_3$ ,  $N_{o6up}$ );
- спектрофотометрия (используется для аттестации
   ГСО состава ВР общего фосфора).

## ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ЦЕНТРА И ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ

#### Потенциостатическая кулонометрия

Для аттестации ГСО состава ВР ионов тяжелых металлов используется потенциостатическая кулонометрия с рабочим ртутным электродом. Соответствующая установка «Кулон» (ООО «Информаналитика», Санкт-Петербург), созданная на основе рабочего эталона ВЭ 154-1—94 (который был в свое время внесен в реестр

эталонов ФГУП «ВНИИМ» (Санкт-Петербург), прошла испытания в целях утверждения типа и внесена в Государственный реестр утвержденных типов СИ с номером 25299—03. Установка состоит из двух измерительных стоек, позволяет одновременно анализировать две пробы и имеет следующие основные метрологические характеристики:

- диапазон измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов от 0,4 до 20,0 ммоль/дм³;
- относительная неисключенная систематическая погрешность (НСП) при измерении количества электричества не более ± 0,1 %;
- относительное СКО результатов измерений не более 0.35 %:
- относительная погрешность аттестации ГСО состава ВР ионов тяжелых металлов от 0,4 до 1,0 % (соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата  $k=2,\ U_{\text{отн}},\ \%$ ).

Для всех ГСО, аттестованных вышеупомянутым методом, прослеживаемость аттестованных значений СО достигается методом прямых измерений массовой (молярной) концентрации соответствующих ионов на установке «Кулон», через постоянную Фарадея к единицам величин: масса (кг), электрическое сопротивление (Ом), электрическое напряжение (В), время (с), температура (К) — и обеспечивается за счет:

- использования при аттестации фундаментальной константы постоянной Фарадея (справочные данные);
- периодической поверки кулонометрической установки и отдельных СИ, входящих в ее состав, в территориальном органе Росстандарта РФ ФБУ «Тест-С.-Петербург».

#### Кулонометрическое титрование

Этот метод развивался в нашем Центре в тесном сотрудничестве с УНИИМ (г. Екатеринбург), который для нашей организации выполнил следующие работы:

- разработал и утвердил серию методик измерений, базирующихся на методе кулонометрического титрования и предназначенных для выполнения измерений массовой концентрации ряда веществ в водных растворах;
- изготовил и провел испытания в целях утверждения типа установки кулонометрической высокоточной УКТ-1, которая по сути является физической копией Государственного первичного эталона ГЭТ 176–2010 «ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования» (ФГУП «УНИИМ»).

Выполненные ФГУП «УНИИМ» работы – яркий позитивный пример деятельности ГНМИ, когда он заботится не только о создании национальной первичной эталонной базы и соответствующих национальных поверочных схем, но и о наполнении этих поверочных схем реальным содержанием, как это имеет место в нашем случае.

Установка УКТ-1 внесена в Госреестр СИ под номером 53564—13 и имеет следующие метрологические характеристики:

- диапазон измерений массовой доли основного компонента от 99,00 до 100,00 %;
- диапазон измерений массовой концентрации основного компонента от 5 до 100 г/дм<sup>3</sup>;
- предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли основного компонента 0,03 %;
- предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой концентрации основного компонента 0.08 %:
- пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного компонента  $\pm 0.07$  %:
- пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации основного компонента  $\pm 0.15$  %.

Установка УКТ-1 и входящие в ее состав СИ проходят периодическую поверку в ФБУ «Тест-С.-Петербург». Установка используется для аттестации трех типов ГСО состава ВР:

- ионов хрома (VI) (Xp-10), ГСО 10204-2013;
- ионов натрия (Ha-10), ГСО 10228–2013;
- хлорид-ионов (Хл-10), ГСО 10228–2013, с номинальным значением массовой концентрации аттестуемого компонента 10.0 г/дм<sup>3</sup>.

Для этих ГСО границы относительной погрешности установления аттестованных значений достаточно низки и не превышают  $\pm 0,25$  % при доверительной вероятности 0,95 (соответствуют относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата k=2,  $U_{\text{отн}}$ , %). Все указанные ГСО являются рабочими эталонами 2-го разряда по ГОСТ Р 8.735.1–2011 [6].

#### Криометрия

Для аттестации ГСО состава ряда органических веществ используется РЭ единицы молярной доли органических веществ «Криом» (НПО «ИСАРИ», г. Тбилиси, Грузия), который в свое время был аттестован ФГУП «ВНИИМ» и был внесен в реестр эталонов ФГУП «ВНИИМ» под номером РЭВТ 4—96). Для РЭ абсолютная

НСП ( $\Theta$ ) и СКО результата измерения ( $S_x$ ) зависят от содержания примесей в ГСО и в диапазоне молярной доли примесей от 0,02 до 1,00 мол % соответственно находятся в пределах:

 $\Theta = \text{ от } 0.0025 \text{ до } 0.12 \text{ мол } \%;$ 

 $S_x$  = от 0,001 до 0,05 мол %.

Для ГСО состава чистых органических веществ, аттестованных вышеупомянутым методом, границы абсолютной погрешности установления аттестованных значений не превышают  $\pm 0,20$  % от суммарного содержания примесей при доверительной вероятности 0,95 (соответствуют абсолютной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата k=2,  $U_{\text{отн}}$ , %). Прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам величин: масса (кг),

электрическое сопротивление (Ом), электрическое напряжение (В), время (с), температура (К) обеспечивается методом прямых измерений массовой доли соответствующего органического вещества на рабочем эталоне «Криом» и достигается путем периодической поверки РЭ и входящих в его состав СИ соответственно в ФГУП «ВНИИМ» и в ФБУ «Тест-С.-Петербург».

В настоящее время проводится работа по внесению РЭ в качестве вторичного эталона в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений Росстандарта с его привязкой к утвержденному в конце января 2015 года Росстандартом ГЭТ 208—2014 «ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе

Таблица 1 Метрологические характеристики аттестованных методик измерений, используемых при аттестации ГСО титриметрическим методом

Элемент (вещество, показатель) / № по Госреестру	Метод аттестации	Используемая методика измерений	Метрологические характеристики методики измерений	ГСО состава 1-го разряда, используе- мые при аттестации	
Алюминий (компл. № 12K) 8059–94/8061–94	Комплексоно- метрическое титрование	ЦВ 4.01.04—94***	Диапазон — от 0,09 до 1,1 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 0,52 до 0,54 $\%^{**}$		
Алюминий (42K) 7854–2000		ЦВ 4.01.37–00	Диапазон — от 0,9 до 1,1 г/дм $^3$ $\Delta^* = 0,95~\%^{**}$	Трилон Б, ГСО 2960—84	
Общая жесткость 7373–97		ЦВ 4.01.27—97 ЦСО 01.01.01— 2009****	Диапазон — от 9,5 до 10,5 $^{\circ}$ Ж $\Delta^{*}$ = 1,36 $\%^{**}$	1 60 2300-04	
Общая жесткость 9884–2008	Кислотно- основное	ЦСО 01.01.01-2009	Диапазон – от 95 до 105 °Ж		
Соляная кислота 9425–2009		ЦСО 01.01.04—2009	Диапазон — от 0,97 до 1,03 моль/дм $^3$ $\Delta^* = 0,32~\%^{**}$	Натрий углекислый, ГСО 10450–2014	
Общая щелочность 9285–2009	титрование	ЦСО 01.01.02-2009	Диапазон — от 950 до 1050 ммоль/дм $^3$ $\Delta^* = 0.92~\%^{**}$	100 10450-2014	
Мышьяк (компл. № 11К) 7143–95 / 7144–95		ЦВ 4.06.12–94	Диапазон — от 0,045 до 0,110 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 0,52 до 0,64 $\%^{**}$		
Селен (компл. № 24К) 7340–96 / 7342–96	Йодометриче- ское титро- вание	ЦВ 4.06.25–96	Диапазон — от 0,09 до 1,1 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 0,69 до 0,82 $\%^{**}$	W×	
Формальдегид 9376–2009		ЦСО 01.01.03-2009	Диапазон — от 0,95 до 1,05 г/дм $^3$ $\Delta^* = 0,87~\%^{**}$	Калий двухромово- кислый,	
Сульфид 9728–2010		ЦСО 01.01.05-2010	Диапазон — от 0,95 до 1,05 г/дм $^3$ $\Delta^*$ = 0,85 $\%^{**}$	ГСО 2215–81	
XΠK 7425–97	Бихроматный титриметриче- ский метод	ЦВ 4.01.28–97	Диапазон — от 9500 до 10500 мг/дм $^3$ $\Delta^* = 1,5~\%^{**}$		

<sup>\*</sup>  $\pm \Delta$  – границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

<sup>\*\*</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата  $k = 2, U_{oth}, \%$ .

<sup>\*\*\*</sup> Здесь и далее по тексту – методики измерений, разработанные и аттестованные ГУП «ЦИКВ».

<sup>\*\*\*\*</sup> Здесь и далее по тексту — методики измерений, разработанные ООО «ЦСОВВ» и аттестованные ФГУП «УНИИМ».



жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» и поверочной схемой по ГОСТ Р 8.735.2—2013 [7].

# МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ ГСО, ОСНОВАННЫЕ НА ИСПОЛЬЗОВАНИИ АТТЕСТОВАННЫХ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ

#### Титриметрические методы

Аттестация ГСО осуществляется с использованием аттестованных методик измерений, в основе которых заложены «первичные» ГСО ФГУП «УНИИМ» — ГСО состава чистых веществ — рабочие эталоны 1-го разряда по ГОСТ Р 8.735.1—2014 [6]. Метрологические характеристики используемых методик измерений представлены в табл. 1.

При реализации аттестованных методик измерений (см. столбец 3 табл. 1) прослеживаемость аттестованных значений ГСО достигается использованием соответствующего ГСО состава (см. столбец 5 табл. 1), аттестованного на ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования ГЭТ 176—2010 «ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического

титрования» к единицам величин масса (кг), объем ( $м^3$ ), температура (K).

#### Метод газовой хроматографии

Аттестация ГСО состава органических веществ в органических растворителях осуществляется с использованием аттестованных методик измерений, в основе которых заложены метод газовой хроматографии и «первичные» ГСО чистых органических веществ собственного производства (аттестованные криометрическим методом). Метрологические характеристики используемых методик измерений представлены в табл. 2.

Используемый для реализации методик измерений газовый хроматограф проходит периодическую поверку в ФБУ «Тест-С.-Петербург». При реализации аттестованных методик измерений (см. столбец 2 табл. 2) прослеживаемость аттестованных значений ГСО к единицам величин: масса (кг), объем (м³), электрическое сопротивление (Ом), электрическое напряжение (В), время (с), температура (К) достигается использованием поверенных СИ и использованием соответствующего ГСО (см. столбец 4 табл. 2), аттестованного первичным методом криометрии на РЭ единицы молярной доли органических веществ «Криом» через криоскопические константы.

Таблица 2 Метрологические характеристики аттестованных методик измерений, используемых при аттестации ГСО состава органических веществ в органических растворителях

Вещество (показатель) / № по Госреестру	Используемая мето- дика измерений	Метрологические характеристики методики измерений	ГСО, используемые при аттестации
Фенол в метаноле (набор 1/OP) 7353-97 / 7355-97	ЦВ 4.12.26–97	Диапазон — от 1,1 до 0,09 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 2,2 до 2,9 $\%^{**}$	Фенол, ГСО 7101-94
Бензол в метаноле (набор 4/0Р) 7141-95М	ЦВ 4.12.17–95	Диапазон — от 1,1 до 0,09 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 2,5 до 3,2 $\%^{**}$	Бензол, ГСО 7141–95
Хлорбензол в метаноле (набор 5/OP) 7142—95М	ЦВ 4.12.16–95	Диапазон — от 1,1 до 0,09 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 1,6 до 2,3 $\%^{**}$	Хлорбензол, ГСО 7142–95
Четыреххлористый углерод в метано- ле (набор 7/ОР) 7334–96 / 7336–96	ЦВ 4.12.24–96	Диапазон — от 1,1 до 0,09 г/дм $^3$ $\Delta^*$ — от 3,3 до 3,8 $\%^{**}$	Четыреххлористый углерод, ГСО 7213—95
НП-1 (смесь гексадекана, изооктана и бензола в четыреххлористом углероде) 7424—97	ЦВ 4.12.29–97	Диапазон — от 47,5 до 52,5 г/дм $^3$ $\Delta^*$ = 2,5 $\%^{**}$	Гексадекан, ГСО 7289–96 Изооктан, ГСО 7323–96 Бензол, ГСО 7141–95
НП-2 (смесь гексадекана, изооктана и бензола в полихлортрифторэтилене) 9374—2009	ЦСО 01.03.01-2009	Диапазон — от 47,5 до 52,5 г/дм $^3$ $\Delta^*$ = 1,9 $\%^{**}$	Гексадекан, ГСО 7289–96 Изооктан, ГСО 7323–96 Бензол, ГСО 7141–95

<sup>\* ±∆ –</sup> границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

<sup>\*\*</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата  $\emph{k}$  = 2,  $\emph{U}_{\text{отн</sub>}$  %.

### Метод спектрометрии индуктивно-связанной плазмы

Используется для аттестации многокомпонентных ГСО состава ВР металлов. Аттестация ГСО осуществляется на эмиссионном спектрометре с индуктивносвязанной плазмой ICAP 61E "Trace" (Agilent, США) с использованием аттестованных методик измерений, в основе которых заложены однокомпонентные ГСО состава ВР ионов тяжелых металлов собственного производства (табл. 3):

Используемый для реализации методик измерений спектрометр с индуктивно-связанной плазмой проходит периодическую поверку в ФБУ «Тест-С.-Петербург». При реализации методик измерений (см. столбец 2 табл. 3) аттестованные значения ГСО прослеживаются к соответствующим ГСО состава ВР ионов металлов (см. столбец 4 табл. 3), метрологические характеристики которых установлены с применением методов потенциостатической кулонометрии, титриметрии и гравиметрии при использовании средств измерений, прослеживаемых посредством периодических поверок к единицам величин: масса (кг), объем (м³), температура (К), электрическое сопротивление (Ом), электрическое напряжение (В), время (с) соответственно.

#### Метод гравиметрии

Аттестация ГСО осуществляется с использованием аттестованных методик измерений, метрологические характеристики которых представлены в табл. 4.

При реализации аттестованных методик измерений (см. столбец 2 табл. 4) прослеживаемость аттестованных значений соответствующих ГСО установлена к единицам величин: масса (кг), объем (м³), температура (К) — и достигается посредством периодической поверки используемых СИ массы, объема, температуры через соответствующие поверочные схемы (ГОСТ 8.021–2005 [9], ГОСТ 8.470–82 [10], ГОСТ 8.558–2009 [15]).

#### Метод переменнотоковой кондуктометрии

Используется для аттестации ГСО состава ряда однокомпонентных ВР катионов щелочных и щелочноземельных металлов и анионов по аттестованным методикам измерений, перечень которых представлен в табл. 5.

Метод аттестации основан на использовании линейных зависимостей между значением массовой, молярной или моляльной концентрации индивидуального электроактивного вещества в ВР и значением удельной электропроводности (УЭП) раствора при строго фиксированной температуре. При низких значениях

Таблица 3 Метрологические характеристики аттестованных методик измерений, используемых при аттестации многокомпонентных ГСО состава ВР металлов

Обозначение ГСО (элементы) / № по Госреестру	Используемая методика измерений	Метрологические характеристики методики измерений	ГСО, используемые при аттестации
PM-1 (Ti, Mo, Sb) / 7324-96	ЦВ 4.19.21–96	Δ* = 1,7 %**	Ti (IV), 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 7207–95; Mo (VI), 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 8088–94; Sb (III), 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 7204–95
PM-2 (Fe, Ni, Pb, Mn, Zn) / 7272–96	ЦВ 4.19.20–96	Δ* = 1,95 %**	Fe (III), 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 8034–94; Ni, 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 8003–93; Pb, 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 7014–93; Mn (II), 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 8058–94; Zn, 0,1 г/дм <sup>3</sup> – ГСО 8055–94
PM-3 (Al, As, Cu, Cd, Co, Cr) / 7325-96	ЦВ 4.19.22–96	Δ* = 1,5 %**	AI, 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 8061—94; As (III), 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 7143—95; Cd, 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 6692—93; Co, 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 8091—94, Cu, 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 8000—93; Cr (VI), 0,1 г/дм <sup>3</sup> — ГСО 8037—94

<sup>\* ±∆ –</sup> границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

<sup>\*\*</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата k = 2, U<sub>отн</sub>, %.



Таблица 4 Метрологические характеристики аттестованных методик измерений на основе гравиметрического метода, используемых для аттестации ряда ГСО состава и свойств

Элемент (вещество, показатель) /	Используемая мето-	Метрологические характеристики методики измерений		
№ по Госреестру	дика измерений	Диапазон, г/дм <sup>3</sup>	∆*, %**	
Молибден (компл. № 14K) 8086-94 / 8088-94	ЦВ 4.02.08–94	от 0,095 до 1,05	от 0,52 до 0,59	
Додецилсульфат натрия (43A) 8362-2003	ЦВ 4.02.39–2002	от 9,0 до 11,0	1,3	
Кремний (КР-1) 9729-2010	ЦСО 01.02.06-2010	от 0,95 до 1,05 г/дм³	0,85	
Кремний (КР-2) 10445-2014	ЦСО 01.02.06-2010	от 0,475 до 0,525 г/дм³	0,85	
Общая минерализация	ЦСО 01.02.01–2009	Массовая концентрация остатка после выпаривания от 47 500 до 52 500 мг/дм <sup>3</sup>	0,83	
9283–2008	цьо 01.02.01–2009	Массовая концентрация остатка после прокаливания от 47 500 до 52 500 мг/дм <sup>3</sup>	0,88	
Бромид 9329-2009	ЦСО 01.02.02-2009	от 0,95 до 1,05 г/дм³	0,87	
Роданид 9375-2009	ЦСО 01.02.03-2009	от 0,95 до 1,05 г/дм³	0,81	
Иодид 9426-2009	ЦСО 01.02.04-2009	от 0,95 до 1,05 г/дм³	0,81	
Литий 10229-2013	ЦСО 01.02.07-2013	от 0,95 до 1,05 г/дм³	0,9	

<sup>\* ±∆ -</sup> границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

Таблица 5 Метрологические характеристики аттестованных методик измерений, используемых при аттестации ГСО состава ряда однокомпонентных ВР катионов щелочных и щелочноземельных металлов и анионов

Oncome (company) / N. To Formany	Используемая ме-	Метрологические характеристики методики измерений	
Элемент (вещество) / № по Госреестру	тодика измерений	Диапазон, г/дм³	Δ*, %**
Аммоний (компл. № 15К) / 7015—93 / 7017—93	ЦВ 4.15.33–99	от 1,1 до 0,09	от 0,63 до 0,64
Барий (компл. № 21 К) / 7107—94 / 7109—94	ЦВ 4.15.09–94	от 1,1 до 0,09	от 0,80 до 0,85
Бор (компл. № 39К) 7337-96 / 7339-96	ЦВ 4.15.23-96	от 1,1 до 0,09	от 0,88 до 0,96
Калий (компл. № 18К) 8092—94 / 8094—94	ЦВ 4.15.07–94	от 1,1 до 0,09	от 0,61 до 0,69
Кальций (компл. № 19К) 8065—94 / 8067—94	ЦВ 4.15.05–94	от 1,1 до 0,09	от 0,77 до 0,82
Магний (компл. № 20К) 7190–95 / 7192–95	ЦВ 4.15.13–95	от 1,1 до 0,09	от 0,72 до 0,74
Натрий (компл. № 17К) 8062-94 / 8064-94	ЦВ 4.15.06-94	от 1,1 до 0,09	от 0,55 до 0,60
Стронций (компл. № 25 К) 7145-95 / 7147-95	ЦВ 4.15.11–94	от 1,1 до 0,09	от 0,73 до 0,78
Хром (VI) (компл. № 7K) 8035—94 / 8037—94	ЦВ 4.15.03–93	от 1,1 до 0,09	от 0,71 до 0,74
Йодат калия (компл. № 29К)	ЦВ 4.15.10–94	от 2,213 до 0,181	от 0,70 до 0,79
Нитрат (компл. № 5А) 6696-93 / 6698-93	ЦВ 4.15.32–99	от 1,1 до 0,09	от 0,32 до 0,41
Нитрит (компл. № 7А) 7021-93 / 7022-93	ЦВ 4.15.35–99	от 1,12 до 0,46	от 0,85 до 0,87
Сульфат (компл. № 4А) 6693-93 / 6695-93	ЦВ 4.15.30–98	от 1,1 до 0,09	от 0,57 до 0,66
Сульфат (41А) 7437–98	ЦВ 4.15 30–98	от 11,0 до 9,0	0,63
Фосфат (компл. № 6А) 7018-93 / 7020-93	ЦВ 4.15.34–99	от 1,1 до 0,09	от 0,61 до 0,64
Фторид (компл. № 2А) 7188–95 / 7189–95	ЦВ 4.15.14–95	от 1,1 до 0,45	от 0,74 до 0,80
Хлорид (компл. № 1А) 6687-93 / 6689-93	ЦВ 4.15.31–98	от 1,1 до 0,09	от 0,46 до 0,59
Хлорид (40А) 7436-98	ЦВ 4.15.31–98	от 11,0 до 9,0	0,53
Азот общий (компл. № 8А) 7193—95 / 7194—95	ЦВ 4.15.15–95	от 0,55 до 0,09	от 0,73 до 0,74

<sup>\* ±∆ -</sup> границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

<sup>\*\*</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата k = 2,  $U_{\text{отн}}$ , %.

<sup>\*\*</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата k = 2,  $U_{\text{отн</sub>}$ , %.

концентрации электроактивного вещества в ВР для повышения точности измерений вводится поправка на УЭП деионизированной воды, использовавшейся для приготовления растворов. При поддержании с высокой точностью постоянства температуры для ВР индивидуальных веществ электролитов, не содержащих фоновых электролитов (кислот или щелочей) зависимости относятся к категории справочных данных. Значения коэффициентов уравнений в этом случае не зависят от целого ряда факторов:

- используемых экземпляров СИ и кондуктометрических ячеек;
- используемых партий реактивов (при условии подтверждения их высокой степени чистоты).

Это было неоднократно проверено и экспериментально подтверждено в совместных работах ЗАО «ЦИКВ» (Санкт-Петербург) и нашего Центра для всех ГСО, о чем имеются соответствующие протоколы и технические отчеты.

Для аттестации ГСО используется эталонная кондуктометрическая установка — РЭ единицы УЭП водных сред 2-го разряда, состоящая из:

- прецизионного измерителя иммитанса типа LCR-817 (GW Instek, Тайвань);
- кондуктометрических ячеек заливного типа с гладкими платиновыми электродами и действительными значениями постоянных (100  $\pm$  30) и (0,10  $\pm$  0,03) см<sup>-1</sup>;
- водяного термостата с высокой точностью поддержания температуры;
- термометра для точных измерений с ценой деления 0.01 °C.

РЭ единицы УЭП 2-го разряда ежегодно подвергается калибровке в ФГУП «ВНИИФТРИ» (пгт Менделеево) и ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» с передачей единицы от ГЭТ-132—99 «Государственный первичный эталон единицы УЭП жидкостей» в соответствии с ГОСТ 8.457—2000 [8], а также периодической поверке входящих в его состав СИ в ФБУ «Тест-С.-Петербург». РЭ единицы УЭП 2-го разряда имеет в диапазоне УЭП от 0,004 до 11,5 См/м относительную погрешность, не превышающую ±0,25 % при доверительной вероятности 0,95.

Метод характеризуется прослеживаемостью к эталонам единиц величин. По аттестованным методикам измерений (см. столбец 2 табл. 5) используются уравнения зависимости между значениями концентрации индивидуального чистого вещества в водном растворе и значениями УЭП раствора при фиксированной температуре, при этом прослеживаемость аттестованных значений СО достигается (при установлении концентрационной зависимости и периодической поверке

используемых средств измерений) к единицам величин: масса (кг), объем (м³), УЭП жидкостей (См/м) и температура (К), в соответствии с поверочными схемами по ГОСТ 8.021—2005 [9], ГОСТ 8.470—82 [10], ГОСТ 8.558—2009, ГОСТ 8.457—2000 [8].

Метод позволяет проводить аттестацию ГСО, представленных в табл. 3, с относительной погрешностью, не превышающей ±1 % при доверительной вероятности 0,95 (для ГСО иодата калия, комплект № 29К ±2 %).

#### Спектрофотометрия

Используется для аттестации ГСО состава ВР общего фосфора (ГСО 7241—96 / 7142—96). Аттестация проводится по аттестованной методике измерений ЦВ 4.04.18—2002 методом персульфатного окисления с последующим фотометрическим определением.

Методика измерений ЦВ 4.04.18-2002 для диапазона измерений от 0,090 до 0,55 имеет границу относительной погрешности ±2.0 % при доверительной вероятности 0,95 (соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата  $k = 2, U_{\text{отн}}, \%$ ). По аттестованной методике измерений ЦВ 4.04.18-2002 используются уравнения зависимости между значениями концентрации фосфат-ионов (ГСО 7018-93) в водном растворе и значениями спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) раствора, при этом прослеживаемость аттестованных значений ГСО наблюдается (при установлении концентрационной зависимости и поверке используемых средств измерений) к ГПЭ следующим единицам величин: масса (кг). объем (м<sup>3</sup>). спектральный коэффициент направленного пропускания (оптическая плотность) по ГОСТ 8.557-2007 [11] и температура (К).

# МЕТОДЫ АТТЕСТАЦИИ ГСО СВОЙСТВ, ОСНОВАННЫЕ НА ИСПОЛЬЗОВАНИИ ЭТАЛОНОВ И ОБРАЗЦОВЫХ СИ

#### Переменнотоковая кондуктометрия

Метод используется (прямые измерения) для аттестации ГСО УЭП водных сред (5 типов ГСО). Измерения проводятся на РЭ единицы УЭП жидкостей 2-го разряда, описанном в предыдущем разделе. ГСО УЭП характеризуются прослеживаемостью:

- к единице величины удельной электрической проводимости (См/м) (посредством калибровки кондуктометрической установки);
- единице величины температуры (посредством поверки термометра).



Используемый метод позволяет проводить аттестацию ГСО УЭП с относительной погрешностью 0,25 % при доверительной вероятности 0,95 в широком диапазоне значений УЭП от 11,5 до 0,0047 См/м.

#### Спектрофотометрия

Используется для аттестации ГСО свойств водных сред — цветности (хром-кобальтовая шкала), мутности (формазиновая суспензия). Аттестация ГСО мутности и цветности водных сред (оптических свойств) производится в рамках аттестованных методик измерений (соответственно для цветности — ЦВ 4.04.36—00 и для мутности — ЦВ 4.04.19—96) с использованием образцового спектрофотометра СФ-26 (ОАО «ЛОМО», Санкт-Петербург), который ежегодно подвергается калибровке в ФБУ «Тест-С.-Петербург».

Мутность (по формазиновой шкале) и цветность (по хром-кобальтовой шкале) водных сред являются величинами, принятыми по определению, то есть когда строго определенным составам приготовленных эталонных суспензий или растворов, определяемым соответствующими нормативными документами (ИСО 7027:1999 [12]

и ГОСТ 3351-74 [13] — для мутности и ГОСТ 31868-2012 [14] — для цветности по хром-кобальтовой шкале) соответствуют строго определенные значения мутности (400 ЕМФ) и цветности (500 град).

ГСО мутности и цветности характеризуются прослеживаемостью к следующим единицам величин: масса (кг) (при приготовлении эталонных растворов и суспензий); спектральный коэффициент направленного пропускания по ГОСТ 8.557—2007 [11] (при калибровке СФ-26).

Использование аттестованных методик измерений на основе спектрофотометрического метода позволяет проводить аттестацию ГСО мутности и цветности водных сред соответственно с относительной погрешностью  $\pm 2,0$  и  $\pm 1,5$ % при доверительной вероятности 0,95 (соответствует относительной расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата  $k=2,\ U_{\rm отн},\ \%$ ).

Подробная информация о Центре, его производственной программе и измерительных возможностях представлена на сайте www.standmat.ru.

#### **ЛИТЕРАТУРА**

- 1. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения. Изменения 3 к СанПиН 2.1.4.1074—01: Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы // М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010. 27 с.
- 2. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования: Гигиенические нормативы. ГН 2.1.5.1315—03 (с изм. На 16.09.2013). М.: Минздрав России, 2003. 152 с.
- 3. Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного назначения: приказ Федерального агентства по рыболовству от 18.01.2010 № 20 // Рос. газета. 2010. 5 марта. URL: http://www.rg.ru/2010/03/05/voda-dok.html (дата обращения: 20.03.2015).
- 4. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers // ISO [сайт]. URL: http://www.iso. org/iso/home/store/catalogue\_tc/catalogue\_detail.htm?csnumber=50174 (дата обращения: 20.03.2015).
- 5. ISO Guide 35:2006 Reference Material General and statistical principles for certification // ISO [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue\_tc/catalogue\_detail.htm?csnumber=50174 (дата обращения: 20.03.2015).
- 6. ГОСТ Р 8.735.1—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрии. М.: Стандартинформ, 2015. 16 с.
- 7. ГОСТ Р 8.735.2—2013. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии. М.: Стандарт-информ, 2014. 11 с.
- 8. ГОСТ 8.457—2000 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей. Минск: ИПК Изд-во стандартов, 2003. 8 с.
- 9. ГОСТ 8.021-2005 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений массы. М.: Стандартинформ, 2007. 12 с.

- 10. ГОСТ 8.470—82 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений объема жидкости. М.: Изд-во стандартов, 1986. 8 с.
- 11. ГОСТ 8.557—2007 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 50,0 мкм, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм. М.: Стандартинформ, 2008. 12 с.
- 12. ISO 7027:1999 Water quality Determination of turbidity // ISO [сайт]. URL: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:7027:ed-3:v1:en (дата обращения: 20.03.2015).
- 13. ГОСТ 3351-74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности, мутности. М.: Изд-во стандартов, 2003. 8 с.
- 14. ГОСТ 31868-2012 Вода. Методы определения цветности. М.: Стандартинформ, 2014. 12 с.
- 15. ГОСТ 8.558—2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры. М.: Стандартинформ, 2012. 15 с.

# «CSOVV» LTD AND ITS CONTRIBUTION TO ENSURING THE TRACEABILITY OF THE MEASUREMENT RESULTS OF WATERS SAFETY AND QUALITY PARAMETERS

Atanov A.N., Boldina O.V., Gagarinov S.V., Kuzental' Iu.V., Sidorova L.S.

Center of Reference Material and High-Purity Substances Gostilitskoe shosse, 131a, St. Petersburg, 198504, Russian Federation Tel.: 8 (812) 428-49-54, 607-46-55

E-mail: atanov\_an@standmat.ru

The article presents information about one of the largest in RF manufacturer of the approved types reference materials (GSO), intended for the metrological assurance of safety and quality parameters control for water, aqueous medium and different types of production. It's shown measurement capabilities of the Center. It's also shown traceability schemes to primary standards and SI units for characterization results for all types of prodused CRM.

**Key words:** reference materials, metrology, ensuring the uniformity of measurements, traceability, water quality parameters, accreditation, measurement standards, methods of reference materials certification, verification scheme for measuring instruments.

When quoting reference: Atanov A.N., Boldina O.V., Gagarinov S.V., Kuzental' lu.V., Sidorova L.S. 000 «CSOVV» i ego vklad v obespechenie proslezhivaemosti rezul'tatov izmerenij pokazatelej bezopasnosti i kachestva vod [«Center of Reference Material and High-Purity Substances» Ltd and its contribution to ensuring the traceability of the measurement results of waters safety and quality parameters]. Standartnye obraztsy – Reference materials, 2015, No. 3, pp. 51–63. (In Russian).

#### REFERENCES:

Pit'evaia voda. Gigienicheskie trebovaniia k kachestvu vody centralizovannyh sistem pit'evogo vodosnabzheniia. Kontrol' kachestva.
 Gigienicheskie trebovaniia k obespecheniiu bezopasnosti sistem goriachego vodosnabzheniia. Izmeneniia 3 k SanPiN 2.1.4.1074–01:
 Sanitarno-ėpidemiologicheskie pravila i normativy [Potable water. Hygienic requirements to water quality of the centralized system of potable water supply. Quality control. Hygienic requirements to the safety assurance of the systems of hot water supply. Amendments



- No 3 to SanPin 2.1.4.1074–01: Health and hygiene rules and standards]. Moscow, Federal Hygiene and Epidemiology Centre of the Russian Federal Service for Surveillance on Consumer Rights Protection and Human Wellbeing, 2010. 27 p. (In Russian).
- Predel'no dopustimye koncentratsii (PDK) himicheskikh veshhestv v vode vodnykh ob''ektov hoziajstvenno-pit'evogo i kul'turnobytovogo vodopol'zovaniia: Gigienicheskie normativy. GN 2.1.5.1315-03 (s izmeneniiami na 16.09.2013) [Threshold limit value (TLV) of chemical substances in water of water objects of drinking and household, cultural and general water consumption: Hygienic standards. GN 2.1.5.1315-03 (with amendments as 16.09.2013)]. Moscow, The Ministry of Health of the Russian Federation, 2003, 152 p. (In Russian).
- 3. Normativy kachestva vody vodnykh ob''ektov rybohoziajstvennogo znacheniia, v tom chisle normativy predel'no dopustimykh kontsentratsij vrednykh veshchestv v vodakh vodnykh ob''ektov rybohoziajstvennogo naznacheniia [Standards for water quality of water objects for fishery] Order of the Federal Fishery Agency of 18.01.2010 No 20. Rossijskaia gazeta Russian newspaper. 2010. 5 March. Available at: http://www.rg.ru/2010/03/05/voda-dok.html (accessed 20 June 2015).
- 4. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers (2009). Available at: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:34:ed-3:v1:ru [accessed 20 March 2015].
- 5. ISO Guide 35:2006 Reference Material General and statistical principles for certification (2006). Available at: www.iso.org/obp/ui/ru/#iso:std:iso:guide:35:ed-3:v1:ru [accessed 10 March 2015].
- 6. GOST R 8.735.1–2014 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij soderzhaniia komponentov v zhidkikh i tverdykh veshchestvakh i materialakh. Peredacha edinits ot gosudarstvennogo pervichnogo etalona na osnove kulonometrii [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in liquid and solid substances and materials. Transfer of the units from the State Primary Standard based on coulometry]. Moscow, Standartinform Publ., 2015, 16 p. (In Russian).
- 7. GOST R 8.735.2–2013. GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij soderzhaniia organicheskikh komponentov v zhidkikh i tverdykh veshchestvakh i materialakh. Peredacha edinits ot gosudarstvennogo pervichnogo ėtalona na osnove zhidkostnoi i gazovoj khromato-mass-spektrometrii s izotopnym razbavleniem i gravimetrii [State system for ensuring the uniformity of measurements State hierarchy scheme for measuring instruments of the content of organic components in liquid and solid mediums and matenals. Transfer of the units from the state primary standard based on liquid and gas chromato-mass-spectrometry with isotope dilution and gravimetry]. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 11 p. (In Russian).
- 8. GOST 8.457–2000 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij udel'noj ėlektricheskoj provodimosti zhidkostej [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means of measuring specific conductivity of liquids]. Minsk: IPK Izdatel'stvo standartov, 2003. 8 p. (In Russian).
- GOST 8.021–2005 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij massy GOST 8.021–2005 [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for mass measuring instruments]. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 12 p. (In Russian).
- 10. GOST 8.470–82 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij ob"ëma zhidkosti [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring volume of liquid]. M.: Izdatel'stvo standartov, 1986. 8 p. (In Russian).
- 11. GOST 8.557–2007 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij spektral'nykh, integral'nykh i redutsirovannykh koeffitsientov napravlennogo propuskaniia i opticheskoj plotnosti v diapazone dlin voln ot 0,2 do 50,0 mkm, diffuznogo i zerkal'nogo otrazhenij v diapazone dlin voln ot 0,2 do 20,0 mkm [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring the spectral, integral and reduced regular transmittance and optical density within the wavelength range from 0,2 to 50,0 mm, diffused and regular reflections within the wavelength range from 0,2 to 20,0 mm]. Moscow, Standartinform Publ., 2008, 12 p. (In Russian).
- 12. ISO 7027:1999 Water quality Determination of turbidity (1999). Available at: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:7027:ed-3:v1:en [accessed 20 March 2015].
- 13. GOST 3351–74 Voda pit'evaia. Metody opredeleniia vkusa, zapakha, tsvetnosti, mutnosti [Drinking water. Methods for determination of odour, taste, colour and turbidity]. M.: Izdatel'stvo standartov, 2003, 8 p. (In Russian).
- 14. GOST 31868–2012 Voda. Metody opredeleniia tsvetnosti [Water. Methods for determination of colour] Moscow, Standartinform Publ., 2014, 12 p. (In Russian).
- 15. GOST 8.558–2009 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij temperatury [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring temperature]. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 15 p. (In Russian).