

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ, ПРЕДНАЗНАЧЕННОГО ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МУТНОСТИ

© Горяева Л.И., Лебедева Е.Л.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
г. Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: gorieva@uniim.ru

Поступила в редакцию 15 февраля 2017 г., после доработки – 25 мая 2017 г.
Принята к публикации 29 мая 2017 г.

Введение. Представлена информация о разработке стандартного образца минерального состава воды природной. Раствор материала, содержащегося в экземпляре стандартного образца, в дистиллированной воде имитирует минеральный состав природной поверхностной воды. Аттестуемыми характеристиками стандартного образца являются массовые концентрации нитрат-ионов, хлорид-ионов и фторид-ионов, железа общего и мутности по формазиновой шкале.

Материалы и методы. Установление аттестованных значений массовых концентраций компонентов выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления, для аттестованного значения мутности по формазиновой шкале – по аттестованной методике измерений турбидиметрическим методом.

Результаты исследования. Относительная расширенная неопределенность (при $k = 2$) аттестованных значений мутности не превышает 5 %, массовых концентраций компонентов – 3,5 %. Относительная стандартная неопределенность от неоднородности не превышает 1,0 %. Срок годности разработанного стандартного образца установлен равным 3 года.

Обсуждение и заключения. Разработанный стандартный образец внесен в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 10815–2016. Стандартный образец предназначен для контроля точности результатов измерений аттестованных характеристик, в том числе при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний. Стандартный образец может применяться при аттестации методик измерений.

Ключевые слова: мутность, нитрат, фторид, хлорид, общее железо, вода природная, формазин, турбидиметрия, стандартный образец

Ссылка при цитировании:

Горяева Л.И., Лебедева Е.Л. Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности. Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36.

For citation:

Gorjaeva L.I., Lebedeva E.L. Development of certified reference material of mineral composition of natural water designed to control of turbidity measurement accuracy. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2017, vol. 13, no. 1, pp. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36. (In Russ.)

DEVELOPMENT OF CERTIFIED REFERENCE MATERIAL OF MINERAL COMPOSITION OF NATURAL WATER DESIGNED TO CONTROL OF TURBIDITY MEASUREMENT ACCURACY

© Liudmila I. Gorjaeva, Elena L. Lebedeva

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, the Russian Federation
e-mail: gorieva@uniim.ru

Received – February 15, 2017; Revised – May 25, 2017

Accepted for publication – May 29, 2017

Introduction. *The results of development of a certified reference material (CRM) of mineral composition of natural water are presented. A solution prepared from the material of the CRM specimen imitates mineral composition of natural surface water. The certified values are mass fractions of nitrate ions, chloride ions, fluoride ions, and total iron and turbidity according to formazine scale.*

Materials and methods. *The certified values of mass concentrations of the components were determined using calculated experimental evaluation procedure; the certified turbidity value was determined using the certified turbidimetric method.*

Results. *The relative expanded uncertainty ($k = 2$) of the certified turbidity values does not exceed 5 %, the same value for mass concentrations is not more than 3.5 %. Relative standard uncertainty from heterogeneity does not exceed 1.0 %. The shelf life of the developed CRM is set to 3 years.*

Discussion and conclusion. *Developed CRM was registered in the State Register of CRM's as GSO 10815–2016. The CRM is designed to control the accuracy of results of the certified characteristics measurements, including proficiency testing of laboratories using interlaboratory comparative tests. The CRM can be used for validation of measurement procedures.*

Keywords: turbidity, nitrate, fluoride, chloride, total iron, natural water, formazine, turbidimetry, certified reference material

Принятые сокращения

БПК – биологическое потребление кислорода
ВОЗ – Всемирная организация здравоохранения
ЕМ – единица мутности
ЕМФ – единица мутности по формазиневой шкале
МСИ – межлабораторные сличительные испытания
ПДК – предельно допустимая концентрация
СО – стандартный образец
ХПК – химическое потребление кислорода

Abbreviations

BOD – biochemical oxygen demand
WHO – World Health Organization
TU – Turbidity Unit
FTU – Formazine Turbidity Unit
NTU – Nephelometric Turbidity Unit
ICT – interlaboratory comparative tests
MPC – maximum permissible concentration
RM – reference material
COD – chemical oxygen demand

Введение

Одним из показателей качества природной воды водоемов рыбохозяйственного, санитарно-бытового и питьевого назначения является мутность. Мутность воды – результат взаимодействия между светом и взвешенными в воде частицами, вызывающий снижение прозрачности воды. Мутность природной

воды обусловлена присутствием в ней взвешенных нерастворенных и коллоидных веществ неорганического и органического происхождения – взвешенных частиц почвы, глины и ила, кремниевой кислоты, гидроксидов железа и алюминия, органических коллоидных веществ, микроорганизмов и планктона, которые нарушают прохождение света.

Высокая мутность оказывает отрицательное влияние на микробиологическое качество питьевой воды, способствуя росту числа бактерий и вирусов на поверхности взвешенных частиц. Способность взвешенных частиц к адсорбции может также привести к захватыванию присутствующих в воде вредных веществ, в частности к образованию прочных гуминовых комплексов токсичных металлов. Имеется связь между высокой мутностью воды и ее привкусом и запахом. Мутность является простым и наглядным показателем изменения качества воды. Внезапное изменение мутности указывает на дополнительный источник загрязнения (природный или техногенный) или сигнализирует о проблемах в процессе обработки воды. Значение мутности воды централизованных источников питьевого водоснабжения является мерой эффективности процессов водоподготовки – коагуляции, осаждения, фильтрации.

Определение мутности проб водных объектов является одним из наиболее распространенных видов измерений при химическом анализе вод и входит в область деятельности значительного числа аналитических лабораторий. Несмотря на простоту методик измерений мутности, результаты измерений обычно содержат значительные ошибки, обусловленные влиянием температуры анализируемых проб воды, осаждением взвешенных частиц на стенках химической посуды, степенью чистоты веществ, использованных для приготовления стандартной формазиновой суспензии, и другими факторами. Результаты измерений мутности проб воды, полученные в разных лабораториях, можно сопоставить только при условии, что они получены одним методом, при одной длине волны.

Организация внутреннего контроля точности измерений и участие в проверках квалификации или иных видах межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являются одними из обязательных требований к аккредитованным лабораториям по ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [1]. Как внутренний, так и внешний контроль точности требует наличия образцов для контроля, которые позволяли бы достоверно оценивать качество получаемых лабораторией результатов измерений. Наиболее эффективным способом контроля точности измерений показателей состава и свойств веществ и материалов является проведение измерений с использованием стандартных образцов (СО). При этом обоснованность переноса заключений о точности результатов измерений, полученных на материале СО, на результаты измерений рабочих проб будет в значительной мере определяться степенью близости материала СО материалу рабочих проб испытываемого объекта.

Для объектов испытаний достаточно стабильного состава. В качестве исходного материала СО обычно используют материал самого объекта, прошедший специальную обработку с целью достижения требуемой однородности и стабильности. Поскольку реальные пробы водных объектов имеют сравнительно низкую временную стабильность по показателям состава и свойств, возможности создания СО с приемлемым сроком годности на естественной основе практически отсутствуют. Приемлемым выходом из этого положения является создание синтетических СО-имитаторов, растворы которых в дистиллированной воде близки по минеральному составу и некоторым свойствам к соответствующим типам вод. Начиная с 2001 года ФГУП «УНИИМ» выпускает серию СО минерального состава воды природной, в которой к настоящему времени насчитывается 12 типов (ГСО 7886–2001, ГСО 8124–2002, ГСО 8938–2008, ГСО 9450–2009, ГСО 9511–2009, ГСО 9835–2011, ГСО 9894–2011, ГСО 9895–2011, ГСО 9896–2011, ГСО 10168–2012, ГСО 10448–2014, ГСО 10815–2016). Аттестуемыми характеристиками СО являются массовые концентрации отдельных элементов, анионов и некоторые свойства воды (жесткость, ХПК, БПК, перманганатная окисляемость).

Целью настоящей работы была разработка стандартного образца-имитатора минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности.

Обзор литературы

Наиболее распространенным методом измерения мутности воды является турбидиметрический метод, основанный на измерении интенсивности света, прошедшего через воду, содержащую взвешенные частицы. Метод может быть реализован в нескольких вариантах в зависимости от положения детектора по отношению к направлению светового луча. Обычно измерения интенсивности света проводят в прямом направлении светового луча или под углом 90° к этому направлению.

Турбидиметрический метод измерений является косвенным и требует градуировки используемого средства измерений по стандартным суспензиям. Традиционно при измерениях мутности воды в качестве стандартной используют суспензию каолина, а результат измерений выражают в миллиграммах (каолина) на дециметр кубический. Подготовка каолиновой суспензии является достаточно трудоемкой, и каолиновая единица мутности плохо воспроизводится.

В России и за рубежом вместо каолиновой суспензии широкое распространение при измерениях мутности

воды получило использование стандартной суспензии формазина.

Формазин был впервые синтезирован в 1926 году Кингсбери и Кларком [2]. Он представляет собой полимерное вещество красного цвета, образующееся при взаимодействии в водном растворе сульфата гидразина $((\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)$ и гексаметилентетрамина $((\text{CH}_2)_6\text{N}_4)$. Реакция проходит в две стадии. На первой стадии гексаметилентетрамин взаимодействует с серной кислотой от сульфата гидразина с образованием формальдегида. Затем в результате реакции формальдегида с гидразином образуется формазин. Поскольку молекулы формазина имеют разную массу и размеры, а также в результате скручивания могут существенно различаться по форме, суспензия гидразина хорошо моделирует природную воду, содержащую разнообразные взвешенные частицы.

Для приготовления основной стандартной суспензии формазина необходимо растворить навеску сульфата гидразина массой 0,50 г и навеску гексаметилентетрамина массой 5,00 г в 1 дм³ дистиллированной воды и выдержать раствор при температуре 25 °С в течение не менее 24 часов. Мутность основной стандартной суспензии формазина считают равной 400 ЕМ/дм³ и обозначают 400 ЕМФ. Основная стандартная суспензия формазина нетоксична, проста и дешева в приготовлении, обладает хорошей временной стабильностью без консервации и не требует особых условий хранения. При использовании исходных веществ надлежащего качества и при точном соблюдении процедуры приготовления и условий хранения стандартная суспензия формазина воспроизводится с точностью до 1 %.

В европейских странах единицу мутности по формазину обозначают 1 FTU (Formazine Turbidity Unit). Агентство по охране окружающей среды США (U.S.EPA) и Всемирная организация здравоохранения (ВОЗ) используют единицу измерения мутности NTU (Nephelometric Turbidity Unit) [3, 4]. Эти единицы измерений мутности численно равны: 1 ЕМФ = 1 FTU = 1 NTU.

В действующем в настоящее время в России ГОСТ 3351 [5] при измерениях мутности питьевой воды допускается использование как каолиновой, так и формазинной шкалы и установлено соотношение между единицами: 1 ЕМФ = 0,58 мг/дм³. С 1 января 2018 года в России вводится в действие ГОСТ Р 57164 [6], в котором при измерениях мутности питьевой воды регламентировано применение только формазинной шкалы мутности.

Мутность природной воды, в том числе воды источников питьевого водоснабжения, может колебаться в значительных пределах. По нормам СанПиН 2.1.4.1074 [7]

мутность питьевой воды не должна быть выше 1,5 мг/дм³ (2,6 ЕМФ). Согласно нормам ГОСТ 2761 [8] мутность воды источников хозяйственно-питьевого водоснабжения 3-го класса не должна превышать 10,0 мг/дм³ (17,24 ЕМФ) для подземных источников и 10 000 мг/дм³ (17241 ЕМФ) для поверхностных источников. Основной причиной нормирования является то, что мутная вода защищает микроорганизмы при ультрафиолетовом обеззараживании и способствует росту бактерий. ВОЗ с точки зрения влияния на здоровье человека мутность не нормирует, с точки зрения внешнего вида рекомендует мутность не выше 5 NTU, а с точки зрения обеззараживания – не выше 1 NTU.

Материалы и методы

В качестве исходных веществ для приготовления материала СО были использованы промышленно выпускаемые реактивы минеральных солей. При выборе реактивов принимали во внимание растворимость в воде, отсутствие в составе вещества кристаллизационной воды, устойчивость состава каждого индивидуального вещества, цвет получаемого раствора и другие факторы.

В каждом из реактивов, использованных в качестве исходных веществ для приготовления материала СО первой партии, были проведены измерения массовой доли основного вещества по аттестованным методикам измерений, основанным на методе визуальной титриметрии. Коэффициент поправки соответствующего титранта устанавливали с использованием стандартных образцов исходных химических веществ – калия двуххромовокислого (ГСО 2215–81¹), натрия хлористого (ГСО 4391–88²) и трилона Б (ГСО 2960–84³).

Исходные вещества были измельчены до крупности частиц не более 0,044 мм в ступке из диоксида циркония, высушены при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы. Подготовленные реактивы хранили в склянках из темного стекла с шлифованными пробками, в эксикаторе, заполненном прокаленным при температуре около 500 °С гранулированным хлоридом кальция.

Навески исходных веществ были отобраны на аналитических весах I&DJR-202 (Япония), обеспечивающих измерения массы с погрешностью не более $\pm 0,00014$ г

¹ ГСО 2215–81 СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202215-81.

² ГСО 2960–84 СО состава трилона Б 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202960-84.

³ ГСО 2960–84 СО состава трилона Б 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202960-84.

в диапазоне от 0,001 до 42 г. Навески были объединены и тщательно перемешаны в сосуде из нержавеющей стали методом «пьяная бочка».

При проведении испытаний с целью утверждения типа СО от подготовленного материала первой партии СО до его расфасовки на экземпляры была отобрана проба массой примерно 3,5 г. Проба была высушена при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы. От высушенной пробы были отобраны 10 навесок массой по (250 ± 3) мг, что соответствует массе материала в одном экземпляре СО. Каждая навеска была помещена в пакет из кальки и запаяна в полиэтилен. До проведения измерений экземпляры СО хранили в помещении лаборатории при комнатной температуре.

При исследовании однородности материала СО каждую навеску растворяли в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в дистиллированной воде с добавлением 1–2 см³ азотной кислоты. Объем каждого раствора доводили до 1 дм³. В условиях повторяемости измеряли массовую концентрацию железа в каждом приготовленном растворе методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой в соответствии с РЭ 251–0068 «ГВЭТ 196-1-2012. Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах. Руководство по эксплуатации»¹. Результаты измерений были обработаны в соответствии с РМГ 93–2015 [9].

Определение аттестованного значения мутности проводили турбидиметрическим методом с использованием калиброванного спектрофотометра марки ПЭ-5400ВИ производства ООО «ЭКОХИМ» в условиях внутрилабораторной прецизионности. С интервалом в несколько дней измеряли мутность по формазиновой шкале в растворе одного из экземпляров СО. Подготовку СО к измерениям проводили в соответствии с инструкцией по его применению. В соответствии с сертификатом калибровки спектрофотометра № 149–268–251 расширенная неопределенность измерений при $k = 2$ коэффициента пропускания при длине волны $\lambda = 520$ нм не превышает 0,32 %. Градуировку спектрофотометра проводили по ГСО 7271–96² – стандартному образцу мутности (формазиновая суспензия).

¹ ГВЭТ 196–1–2012 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/081_etalon_s_v/disp.aspx?id=315.

² ГСО 7271–96 СО мутности (формазиновая суспензия) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207271-96.

Результаты и обсуждение

В 2016 году был разработан стандартный образец минерального состава воды природной (МСВ М), предназначенный для контроля точности результатов измерений массовых концентраций нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, железа общего и мутности по формазиновой шкале турбидиметрическим методом в питьевой воде, природных и очищенных сточных водах.

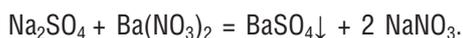
Материалом СО МСВ М является механическая смесь растворимых в воде веществ. Каждый экземпляр СО представляет собой навеску исходного материала массой (250 ± 3) мг, которая предназначена для получения 1 дм³ раствора путем растворения в дистиллированной воде. Состав раствора близок к составу природной воды, содержащей нитрат-ионы, хлорид-ионы, фторид-ионы, сульфат-ионы, железо общее и некоторые другие компоненты.

При выборе интервалов допустимых значений массовых концентраций аттестуемых компонентов в материале СО учитывали значения предельно допускаемых концентраций (ПДК) этих компонентов в питьевой воде [7], границы диапазонов измерений наиболее распространенных аттестованных методик измерений, а также степень минерализации природных поверхностных вод. Необходимость учета степени минерализации (сухого остатка) природных поверхностных вод приводит к ограничению массы материала СО в одном экземпляре и тем самым к ограничению возможных значений аттестуемых компонентов в материале СО.

В состав материала СО входит комплексное неорганическое соединение, содержащее железо. Наличие железа обусловлено стремлением максимально приблизить компонентный состав раствора материала СО-имитатора к составу природной поверхностной воды, в которой железо присутствует практически всегда. С учетом того что железо оказывает мешающее влияние при измерениях содержания фторидов в пробах воды как фотометрическим, так и ионометрическим методом, присутствие в растворе материала СО железа, в частности, позволяет лабораториям по результатам контроля точности измерений ионометрическим методом с применением данного СО правильно подобрать буферный раствор и другие условия измерений. Как показали предварительные исследования, выполненные на стадии разработки СО, и результаты МСИ, проведенных с применением этого образца в аккредитованных лабораториях, присутствие в материале СО железа не приводит к значимому увеличению погрешности результатов измерений массовой концентрации фторидов

фотометрическим и ионометрическим методами по сравнению с погрешностью, установленной при аттестации методики измерений.

Мутность раствора, получаемого при растворении материала СО в 1 дм³ дистиллированной воды, обусловлена тонкодисперсной взвесью, которая образуется в результате реакции обмена между нитратом бария и сульфатом натрия, входящими в состав материала СО:



Частицы взвеси сульфата бария имеют различные формы и размеры аналогично взвешенным частицам, присутствующим в природной воде. Значение мутности по формазиновой шкале раствора СО хорошо воспроизводится в пределах нескольких часов при условии тщательного перемешивания при каждом измерении.

Исследование однородности материала СО

Полученный материал СО был исследован на однородность. В качестве компонента-индикатора однородности было использовано железо общее. При выборе компонента-индикатора было учтено следующее:

1. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации железа при растворении материала одного экземпляра СО в 1 дм³ дистиллированной воды составляет от 0,1 мг/дм³ до 1,5 мг/дм³. При этом массовая доля железа в материале СО составляет от 0,04 % до 0,6 %. Минимальные значения массовой доли каждого из остальных компонентов материала СО также составляют не менее 0,04 %.

2. Все исходные вещества, которые входят в состав материала СО, имеют одинаковую крупность частиц.

3. Массовую концентрацию железа в растворе материала СО можно измерить методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой без проведения дополнительной пробоподготовки, что позволяет провести исследования по оцениванию однородности материала СО в условиях, близких к условиям повторяемости.

Результаты экспериментов, выполненных на стадии разработки СО, показали, что стандартная неопределенность от межэкземплярной неоднородности для мутности раствора материала СО в 1 дм³ дистиллированной воды не превышает значения стандартной неопределенности от неоднородности для железа при значениях мутности от 1 ЕМФ до 20 ЕМФ и при условии, что отношение массы нитрата бария к массе железа составляет не менее 5. Соответствующее ограничение учтено в методике приготовления материала СО.

В соответствии с требованиями технического задания на разработку СО относительная стандартная неопределенность от неоднородности u_g для железа не должна превышать 1,0 %. При выполнении этого условия относительную стандартную неопределенность от неоднородности материала СО для всех аттестуемых компонентов и мутности принимают равной 1,0 %.

Для материала первой партии СО величина $u_g = 0,79$ %. Материал первой партии СО признан однородным.

Исследование стабильности материала СО

Стабильность аттестованных значений материала СО в течение предполагаемого срока годности (3 года) была подтверждена стабильностью близкого по составу ГСО 7886–2001¹ – стандартного образца минерального состава воды природной (МСВ А1), а также результатами экспериментальных исследований воспроизводимости значения мутности по формазиновой шкале, проведенных в течение 2,5 года на материале опытной партии СО. Относительная стандартная неопределенность от нестабильности значения мутности по формазиновой шкале для экземпляров опытной партии СО составила 0,53 % и была учтена при установлении расширенной неопределенности аттестованного значения мутности.

Определение аттестованных значений и их неопределенностей

Установление аттестованных значений массовых концентраций нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов и железа общего в растворе материала, содержащегося в одном экземпляре СО, было выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления в соответствии с МИ 1992 [10].

При оценивании относительной расширенной неопределенности аттестованных значений массовых концентраций компонентов учитывали:

- вклады, связанные с установлением массовой доли основного вещества и (в необходимых случаях) примесей в каждом из исходных веществ;
- вклады, обусловленные неточностью измерений масс навесок исходных веществ при приготовлении материала СО и масс навесок материала СО при его расфасовке на экземпляры;
- допускаемые методикой приготовления материала СО отклонения масс навесок исходных веществ и навесок готового материала СО от расчетных значений;

¹ ГСО 7886–2001 СО минерального состава воды природной (СО МСВ А1) // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207886-2001.

– вклады за счет потерь при переносе материала СО в раствор;

– вклад от измерений объема при приготовлении раствора СО;

– вклад от межэкземплярной неоднородности материала СО.

Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений массовых концентраций компонентов при коэффициенте охвата 2 не превышает 3,5 %.

Определение аттестованного значения мутности проводили турбидиметрическим методом по аттестованной методике измерений, разработанной на основе ПНД Ф 14.1:2.4.213 [11]. Предварительно было установлено, что мутность раствора материала СО достигает максимального значения примерно через 30 минут после растворения при использовании дистиллированной воды с температурой (20 ± 1) °С.

Аттестованное значение СО мутности по формазиновой шкале для экземпляров первой партии было принято равным среднему арифметическому значению полученных результатов 10 измерений – 3,50 ЕМФ. Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата 2 аттестованного значения мут-

ности по формазиновой шкале с учетом вкладов от возможной неоднородности и нестабильности материала СО не превышает 5 %.

СО МСВ М был внесен в Государственный реестр утвержденных типов СО под номером ГСО 10815–2016¹. Требования к метрологическим характеристикам СО, установленные в описании типа СО, приведены в табл. 1.

Метрологические характеристики СО

Требования к метрологическим характеристикам СО, установленные в описании типа СО, приведены в табл. 1.

Достаточно широкие диапазоны допускаемых значений позволяют изготовителю выпускать партии СО данного типа, существенно различающиеся по значениям каждой аттестованной характеристики. В паспорте и на этикетке экземпляра СО обязательно указан номер партии, что позволяет однозначно идентифицировать материал СО. В табл. 2 приведены значения метрологических характеристик экземпляров СО партии

¹ ГСО 10815–2016 СО минерального состава воды природной (МСВ М) // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%2010815-2016.

Таблица 1. Требования к метрологическим характеристикам ГСО 10815–2016

Table 1. Requirements for the metrological characteristics of CRM 10815–2016

Аттестуемая характеристика СО, единица величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при коэффициенте охвата 2
Массовая концентрация нитрат-ионов (NO_3^-), мг/дм ³	1–75	3,5 %
Массовая концентрация хлорид-ионов (Cl^-), мг/дм ³	5–150	3,5 %
Массовая концентрация фторид-ионов (F^-), мг/дм ³	0,1–10	3,5 %
Массовая концентрация железа общего, мг/дм ³	0,1–1,5	3,5 %
Мутность по формазиновой шкале, ЕМФ	1–20	5 %

Таблица 2. Значения метрологических характеристик партии № 1 ГСО 10815–2016

Table 2. Values of metrological characteristics of GSO 10815–2016, batch 1

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Аттестованное значение СО	Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при коэффициенте охвата 2, %
Массовая концентрация нитрат-ионов (NO_3^-) мг/дм ³	20	3,5
Массовая концентрация хлорид-ионов (Cl^-), мг/дм ³	100	3,5
Массовая концентрация фторид-ионов (F^-), мг/дм ³	0,4	3,5
Массовая концентрация железа общего, мг/дм ³	0,2	3,5
Мутность по формазиновой шкале, ЕМФ	3,5	5

№ 1 в соответствии с паспортом. Для экземпляров СО партии № 1 значение относительной расширенной неопределенности принято равным значению, установленному в описании типа СО. Это же значение будет указываться для экземпляров последующих партий СО при серийном выпуске. В процессе разработки СО было установлено, что при соблюдении требований технического задания на разработку СО методики приготовления материала СО и программы испытаний при серийном выпуске расширенная неопределенность аттестованных значений содержания компонентов в материале любой партии СО и расширенная неопределенность аттестованного значения мутности не превышают значений, установленных в описании типа СО.

Аттестованные значения массовой концентрации-нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов и железа общего прослеживаются:

- к единице массы (кг) посредством использования в процессе приготовления материала СО поверенных весов;

- к единице объема (m^3) посредством использования при приготовлении раствора материала СО поверенных мерных колб;

- к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 173–2013 посредством использования аттестованных на данном эталоне стандартных образцов состава калия двуххромовокислого (ГСО 2215–81), натрия хлористого (ГСО 4391–88) и трилона Б (ГСО 2960–84) при установлении массовой доли основного вещества в исходных реактивах.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2012. 29 с.
2. The rapid determination of albumin in urine / F.B. Kingsbury [et al.] // *Journal of Laboratory and Clinical Medicine*. 1926. No. 11. Pp. 981–989.
3. ISO 7027–1:2016 Water quality – Determination of turbidity – Part 1: Qualitative methods. 9 p.
4. U.S. EPA Method 180.1 Determination of turbidity by nephelometry. Washington, D.C., EPA. 1993. 10 p.
5. ГОСТ 3351–74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. С. 321–328.

Кроме того, прослеживаемость аттестованного значения массовой концентрации железа общего обеспечивается прямыми измерениями на ГВЭТ 196–1–2012.

Аттестованное значение мутности по формазиновой шкале прослеживается к ГСО 7271–96.

СО минерального состава воды природной предназначен для контроля точности результатов измерений аттестованных характеристик, в том числе при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний. СО может применяться при аттестации методик измерений.

Заключение

Разработан и утвержден стандартный образец минерального состава воды природной (МСВ М), предназначенный для обеспечения единства измерений содержания нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, железа общего и мутности по формазиновой шкале в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. Аттестованные значения ГСО 10815–2016 прослеживаются к единицам массы, объема, ГЭТ 173–2013, ГЭТ 196–2015 и ГСО 7271–96.

Материал первой партии СО был использован для проверки квалификации посредством межлабораторных сличительных испытаний 27 аккредитованных аналитических лабораторий. Среднее значение результатов измерений, полученных участниками проверки, отклоняется от соответствующего аттестованного значения не более чем на 4 %, что является практическим подтверждением применимости разработанного СО.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

REFERENCES

1. GOST ISO/IEC 17025–2009 Obshchie trebovaniia k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovocnykh laboratorij [ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories]. Moscow, Standartinform Publ., 2012. 29 p. (In Russ.)
2. Kingsbury F.B., Clark C.P., Williams C., Post A.L. The rapid determination of albumin in urine. *Journal of Laboratory and Clinical Medicine*, 1926, 11, pp. 981–989.
3. ISO 7027–1:2016 Water quality – Determination of turbidity – Part 1: Qualitative methods. 9 p.
4. U.S. EPA Method 180.1 Determination of turbidity by nephelometry. Washington, D.C., EPA. 1993. 10 p.
5. GOST 3351–74 Voda pit'evaja. Metody opredeleniia vkusa, zapakha, tsvetnosti i mutnosti [State Standard 3351–74 Drinking water. Methods for determining the taste, odor, color and turbidity]. Moscow, PPC Izdatel'stvo Standartov, 2003. Pp. 321–328. (In Russ.)

6. ГОСТ Р 57164–2016 Вода питьевая. Методы определения запаха, вкуса и мутности. М.: Стандартиформ, 2016. 23 с.

7. СанПиН 2.1.4.1074–01 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 2002. 62 с.

8. ГОСТ 2761–84 Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора. М.: Стандартиформ, 2006. 12 с.

9. РМГ 93–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2011. 28 с.

10. МИ 1992–98 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре приготовления. Основные положения. Екатеринбург: УНИИМ, 1998. 11 с.

11. ПНД Ф 14.1:2:4.213–05 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений мутности питьевых, природных и сточных вод турбидиметрическим методом по каолину и по формазину. М.: ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия», 2005. 14 с.

6. GOST R 57164–2016 Voda pit'evaia. Metody opredeleniia zapakha, vkusa i mutnosti [State Standard 3351–74 Drinking water. Methods for determining the odor, taste and turbidity]. Moscow, Standartinform Publ., 2016. 23 p. (In Russ.)

7. SANPIN 2.1.4.1074–01 Pit'evaja voda. Gigienicheskie trebovaniia k kachestvu vody centralizovannykh sistem pit'evogo vodosnabzheniia. Kontrol' kachestva [Sanitary Rules and Norms 2.1.4.1074-01 Potablewater. Hygienic requirements for water quality in central potable water supply systems. Quality control]. Moscow, Informatsionno-izdatel'skij centr Minzdrava Rossii, 2002. 62 p. (In Russ.)

8. GOST 2761–84 Istochniki tsentralizovannogo khoziajstvenno-pit'evogo vodosnabzheniia. Gigienicheskie, tekhnicheskie trebovaniia i pravila vybora [State Standard 2761–84 Sources of centralized household and drinking water supply. Hygienic, technical requirements and selection rules]. Moscow, Standartinform Publ., 2006. 12 p. (In Russ.)

9. RMG 93–2009 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Otsenivanie metrologicheskikh kharakteristik standartnykh obraztsov [Recommendations on interstate standardization 93–2009 State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials]. Moscow, Standartinform Publ., 2011. 28 p. (In Russ.)

10. MI 1992–98 Rekomendatsiia. Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Metrologicheskaiia attestatsiia standartnykh obraztsov sostava veshchestv i materialov po protsedure prigotovleniia. Osnovnye polozeniia [Methodical instruction 1992–98 Recommendation. State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological certification of reference materials of substances and materials according to the preparation procedure. Main principles]. Ekaterinburg: UNIIM Publ., 1998. 11 p. (In Russ.)

11. PND F 14.1:2:4.213–05 Kolichestvennyj khimicheskij analiz vod. Metodika vypolneniia izmerenij mutnosti pit'evykh, prirodnykh i stochnykh vod turbidimetriceskim metodom po kaolinu i po formazinu [Federal Environmental regulations 14.1:2:4.213–05 Quantitative chemical analysis of water. Method for measuring the turbidity of drinking water, natural water and sewage water using kaoline and formazineturbidimetric methods]. Moscow, FCAA, 2005. 16 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Горяева Людмила Ивановна –

канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург,

Красноармейская, 4

тел.: (343) 217-48-62

e-mail: gorieva@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Liudmila I. Gorjaeva –

Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher, Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, Ural Scientific Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

e-mail: gorieva@uniim.ru

Лебедева Елена Леонидовна –

канд. хим. наук, научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4

тел.: (343) 217-85-90

e-mail: LebedevaEL@uniim.ru

ORCID ID: 0000-0002-7942-0600

Elena L. Lebedeva –

Cand. Sci. (Chem.), Researcher, Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, Ural Scientific Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

e-mail: LebedevaEL@uniim.ru

ORCID ID: 0000-0002-7942-0600