

УДК 006.91:543.37.6:615.327

DOI: 10.31471/1993-9981-2019-1(42)-85-96

МЕТРОЛОГІЧНИЙ АНАЛІЗ МЕТОДИК ВИПРОБУВАНЬ МІНЕРАЛЬНИХ ВОД ТА ПРОПОЗИЦІЇ ЩОДО ЇХ ВПРОВАДЖЕННЯ В УКРАЇНІ

*А. Ю. Кисилевська*¹⁾, К. Д. Бабов²⁾, І. В. Прокопович¹⁾, Х. О. Коєва²⁾*

¹⁾ – Одеський національний політехнічний університет, кафедра «Металорізальні верстати, метрологія та сертифікація» м. Одеса, пр-т Шевченка, 1, 65044; *kisilevskaya07@gmail.com*;
tel +380674810719

²⁾ – Державна установа «Український науково-дослідний інститут медичної реабілітації та курортології Міністерства охорони здоров'я України», м. Одеса, пров. Лермонтовський, 6,
65014, koeva84@gmail.com

У зв'язку з необхідністю уніфікації процедур і вимог, що застосовуються до товарів і послуг, насамперед, щодо оцінки відповідності, з метою усунення технічних бар'єрів у торгівлі проаналізовано перелік методик випробувань мінеральних вод, згідно яких проводиться їх оцінка відповідності та визначення окремих показників безпечності та якості. У роботі виконано аналіз метрологічних характеристик методик, затверджених у вигляді міжнародних, національних стандартів, стандартів, прийнятих до 1992 р., методик випробувань щодо оцінювання їх придатності до реалізації не тільки у випробувальних, а й у виробничих лабораторіях. За результатами аналізу з 42 показників методики виконання вимірювань, які зазначено у ДСТУ 878-93 (нормативний документ на фасовані мінеральні води) та ГСТУ 42.10-02-96 (нормативний документ на лікувальні води, які застосовуються в санаторно-курортній практиці), 13 показників, які є обов'язковими до виконання, оскільки вони зазначені у відповідних нормативних документах, не чинні. За результатами аналізу метрологічних характеристик методик випробувань показників безпечності та якості мінеральних вод розроблено перелік методик випробувань мінеральних вод на період 2019–2021 рр., який включає національні стандарти, атестовані в Україні методики та ГОСТ на питні води, зокрема, на сульфати, амоній та залізо. Однак дію цих ГОСТ на випробування питних вод після 2021 р. буде скасовано, і їх також слід замінити або на міжнародні, або розробити національні стандарти. При підборі методик випробувань мінеральних вод враховували два аспекти: відповідність метрологічних характеристик методик при проведенні оцінки відповідності мінеральних вод, враховуючи особливості складу самих мінеральних вод (застосовність методики як для низько-, так і для високомінералізованих вод – рон), та економічну доцільність проведення випробування за відповідною методикою (через неможливість багатьох випробувальних та виробничих лабораторій використання високоартісного обладнання). З метою забезпечення сучасними стандартами (міжнародними та національними) виробників фасованих мінеральних вод та випробувальних лабораторій, які проводять оцінку відповідності мінеральних вод, запропоновано перелік методик випробувань мінеральних вод, які необхідно розробити в Україні на заміну міждержавним ГОСТ або методикам, метрологічні характеристики яких не відповідають чинним в Україні правилам законодавчої метрології, та надати їм статус національних стандартів (щодо визначення синьогнійної палички, сульфатів, амонію, бромідів та йодидів). Це надасть можливість українським виробникам фасованих мінеральних вод оптимізувати виробничі витрати щодо випуску української продукції та успішно розширити її частку на зовнішньому ринку.

Ключові слова: мінеральні води, методики випробування, метрологічні характеристики, валідація, стандарт.

В связи с необходимостью унификации процедур и требований, применяемых к товарам и услугам, прежде всего, по оценке соответствия, с целью устранения технических барьеров в торговле проанализирован перечень методик испытаний минеральных вод, согласно которым проводится их оценка соответствия и определение отдельных показателей безопасности и качества. В работе выполнен анализ метрологических характеристик методик, утвержденных в виде международных, национальных стандартов, стандартов, принятых до 1992 г., методик испытаний относительно оценки их пригодности к реализации не только в испытательных, но и в производственных лабораториях. По результатам анализа из

42 показателів методики виконання измерень, які вказані в ДСТУ 878-93 (нормативний документ на фасовані мінеральні води) і ГСТУ 42.10-02-96 (нормативний документ на лікувальні води, які застосовуються в санаторно-курортній практиці), 13 показателів, які є обов'язковими до виконання, оскільки вони вказані в відповідних нормативних документах, не діють. По результатам аналізу метрологічних характеристик методик випробувань показателів безпеки і якості мінеральних вод розроблено перелік методик випробувань мінеральних вод на період 2019-2021 гг., який включає національні стандарти, аттестовані в Україні методики і ГОСТ на питтєві води, зокрема, на сульфати, амоній і залізо. Однак дія цих ГОСТ на випробування питтєвих вод після 2021 буде скасовано, і їх також слід замінити або на міжнародні, або розробити національні стандарти. При виборі методик випробувань мінеральних вод враховували два аспекти: відповідність метрологічних характеристик методик при проведенні оцінки відповідності мінеральних вод, враховуючи особливості складу самих мінеральних вод (застосовність методики як для низько-, так і для високомінералізованих вод – рап, і економічну доцільність проведення випробування по відповідній методикі (через неможливість багатьох випробувальних і виробничих лабораторій використання дорогого обладнання). З метою забезпечення сучасними стандартами (міжнародними і національними) виробників фасованих мінеральних вод і випробувальних лабораторій, які проводять оцінку відповідності мінеральних вод, запропоновано перелік методик випробувань мінеральних вод, які необхідно розробити в Україні на заміну міжнародним ГОСТ или методикам, метрологічні характеристики яких не відповідають діючим в Україні правилам законодавчої метрології, і надати їм статус національних стандартів (по визначенню синьогнійної палички, сульфатів, амонія, бро мідюв і йодидів). Це дозволить українським виробникам фасованих мінеральних вод оптимізувати виробничі витрати по випуску української продукції і успішно розширити її частку на зовнішньому ринку.

Ключові слова: мінеральні води, методики випробування, метрологічні характеристики, валідація, стандарт.

In connection with the necessity to unify the procedures and requirements applicable to goods and services, first of all, with regard to conformity assessment, in order to eliminate technical barriers to trade, a list of methods for testing mineral waters has been analyzed, according to which their assessment of conformity and determination of individual safety and quality indicators. The paper analyzes the metrological characteristics of the methods approved in the form of international, national standards, standards adopted before 1992, test methods for assessing their suitability for implementation not only in the testing, but also in the production laboratories. According to the results of the analysis of 42 indicators of the measurement methodology, which are specified in DSTU 878-93 (regulatory document on packaged mineral water) and GSTU 42.10-02-96 (normative document on medical waters used in sanatorium practice), 13 indicators, which are mandatory, as they are specified in the relevant normative documents, are not valid. According to the results of the analysis of the metrological characteristics of the methods of testing the indicators of safety and quality of mineral waters, a list of methods of tests of mineral waters for the period 2019-2021 has been developed, which includes national standards certified in Ukraine methodology and GOST for drinking water, in particular, on sulfates, ammonium and iron. However, the effect of these GOST on the testing of drinking water after 2021 will be abolished, and they should also be replaced either internationally or to develop national standards. In selecting the methods of testing mineral waters, two aspects were taken into account: the conformity of metrological characteristics of the methods during the assessment of the conformity of mineral waters, taking into account the features of the composition of the mineral water itself (applicability of the method for both low and high mineral waters), and the economic feasibility of testing for the appropriate method (due to the impossibility of many testing and production laboratories to use high-value equipment). In order to provide modern standards (international and national) of packaged mineral water producers and test laboratories conducting an assessment of the conformity of mineral waters, a list of methods for testing mineral waters, which is to be developed in Ukraine for the replacement of interstate GOST or methods, the metrological characteristics of which do not correspond to the current one, is proposed. in Ukraine the rules of legal metrology, and to give them the status of national standards (for the definition of Pseudomonas spit, sulfates, ammonium, bro copper and iodide). This will enable Ukrainian producers of packaged mineral water to optimize production costs for the production of Ukrainian products and successfully expand its share in the foreign market.

Keywords: mineral waters, test methods, metrological characteristics, validation, standard.

Вступ.

Інтеграція України в світову економіку, активне просування вітчизняної продукції на світові ринки обумовили необхідність реформування законодавчої бази в сфері технічного регулювання, стандартизації та оцінки відповідності. Потужним інструментом розвитку міжнародної торгівлі є взаємне визнання сертифікатів і норм технічного регулювання. Угода про асоціацію між Україною та ЄС відкриває для України величезний ринок [1].

Враховуючи, те, що Україна перебуває в процесі приведення свого законодавства, у тому числі з технічного регулювання, у відповідність до вимог ЄС, питання удосконалення процесу оцінки відповідності (ОВ) продукції в умовах трансформації законодавства є актуальним.

В Україні, як і у всьому світі, зростає культура споживання води, і великої популярності набувають фасовані мінеральні води (МВ), зокрема, які можна вживати щоденно.

Не дивлячись на те, що гармонізація національного та міжнародного законодавства у сфері технічного регулювання відбувається швидкими темпами, у законодавстві та нормативній базі щодо МВ є ряд питань, які гальмують цю гармонізацію.

Новими законодавчими актами, зокрема, Законом України [2] усі МВ, включаючи лікувальні, безпідставно віднесено до харчових продуктів, і дотепер не розроблено гігієнічних вимог щодо МВ.

Стосовно методик випробувань показників безпечності та якості варто зазначити, що Постановою [3] 01.01.2019 р. сплив чотирьохрічний перехідний період, коли ГОСТ, розроблені до 1992 р., мали бути скасовані.

Частина показників безпечності та якості МВ оцінюються за радянськими стандартами ГОСТ, які наразі не є дійсними, процедура ОВ МВ недосконала, а це, звичайно, може вплинути на якість продукції та здоров'я споживачів.

Постановка завдання.

Отже метою роботи було проведення метрологічного аналізу методик випробувань МВ та розробка пропозицій з їх впровадження в Україні з урахуванням європейських вимог щодо їх метрологічних характеристик для

удосконалення процесу оцінки відповідності МВ.

Для вирішення цієї мети було поставлено наступні завдання:

– дослідити національну та європейську нормативну базу на МВ та методики їх випробувань;

– виконати аналіз метрологічних характеристик методик (межа виявлення, діапазон вимірювання, точність, повторюваність, відтворюваність, невизначеність тощо) щодо оцінювання їх придатності до реалізації не тільки у випробувальних, а й у виробничих лабораторіях, відповідність особливостям проведення випробувань МВ, правилам законодавчої метрології та їх економічну доцільність; звернути увагу на терміни дії методик, зокрема, ГОСТ, прийнятих до 1992 р.;

– розробити перелік методик випробувань МВ на період дії ГОСТ на питні води, який включає національні стандарти, атестовані в Україні методики та ГОСТ;

– запропонувати перелік методик випробувань МВ, які необхідно розробити в Україні на заміну міждержавним ГОСТ або методикам, метрологічні характеристики яких не відповідають чинним в Україні правилам законодавчої метрології, та надати їм статус національних стандартів.

Шляхи вирішення проблеми.

Оцінка безпечності та якості МВ здійснюється відповідно до ДСТУ 878-93, ГСТУ 42.10-02-96 [4]. Згідно з ДСТУ 878-93 роботи з щорічного повного контролю безпечності та якості МВ – особливого виду ОВ – виконує випробувальна лабораторія (ВЛ) Державної установи «Український науково-дослідний інститут медичної реабілітації та курортології Міністерства охорони здоров'я України». ВЛ акредитована на відповідність вимог ДСТУ ISO 17025.

Дослідження безпечності та якості МВ згідно вимог Закону України [5] відноситься до сфери державного метрологічного контролю і нагляду. Проведення цих робіт значною мірою залежить від єдності та достовірності вимірювань.

При оцінці якості МВ, зокрема за фізико-хімічними показниками безпечності та якості, застосовують кількісні методи. Під час

проведення хімічного аналізу МВ запорукою адекватної оцінки їх якості є відповідне метрологічне забезпечення, аналіз причин виникнення похибок, порівняння отриманих критеріїв надійності та точності методів хімічного аналізу [6].

Розглядаючи хімічний аналіз, доцільно означити ряд його метрологічних особливостей, оскільки різні методи відрізняються між собою за чутливістю, селективністю, трудомісткістю, а також за типом обладнання [7].

Аналіз нормативних документів щодо методик випробувань МВ показав, що за ДСТУ 878-93, ГСТУ 42.10-02-96 більшість з них є стандарти радянських часів. Зміни щодо нових методик до цих стандартів не вносилися. Проте зазначалося, що можлива ОВ за будь-якими

атестованими методиками. Частина методик випробувань, якими користується ВЛ, є національні стандарти, частина методик – методики виконання вимірювань, атестовані в Україні, а ще частина – методики випробувань, розроблені самою ВЛ, але є атестовані. Отже вже є суперечності між змістом стандартів ДСТУ 878-93, ГСТУ 42.10-02-96 та сферою акредитації ВЛ.

Варто відмітити, що крім ВЛ моніторинг окремих показників безпечності та якості МВ виконують також і виробничі лабораторії, атестовані на відповідність ДСТУ ISO 10012.

Перелік методик випробувань МВ згідно стандартів та які використовують лабораторії, наведено у табл. 1.

Таблиця 1 – Перелік методик випробувань МВ.

№ з/п	Показник	Методика випробування				
		Згідно ДСТУ 878, ГСТУ 42.10-02-96	Чинність методики у 2019 р.	За сферою акредитації ВЛ	Чинність методики у 2019 р.	Пропонована методика на 2019–2021 рр.
Санітарно-мікробіологічні показники						
1	Загальне мікробне число (ЗМЧ)	ГОСТ 18963	не чинний	ГОСТ 18963	не чинний	ДСТУ ISO 6222
2	Кількість бактерій групи кишкових паличок	ГОСТ 18963	не чинний	ГОСТ 18963	не чинний	ДСТУ ISO 9308-1 ДСТУ ISO 9308-2 МВ 10.2.1-113-2005
3	Синьогнійна паличка	МР [8]	–	Посібник [13]	–	Посібник [13] МР [8]
Органолептичні показники						
4	Запах	ГОСТ 23268.1	не чинний	ГОСТ 23268.1	не чинний	ДСТУ 878-93 (зм. 33) ДСТУ 7099
5	Прозорість					
6	Смак					
7	Колір					
Фізико-хімічні показники						
8	pH	ГОСТ 26449.1	не чинний	ДСТУ 4077	чинний	ДСТУ 4077
9	Eh	[9]	–	Посібник [14]	–	Посібник [14]
10	Перманганатна окисність	ГОСТ 23268.12	не чинний	ГОСТ 23268.12	не чинний	МВВ 081/12-0016-01
11	Діоксид вуглецю	ГОСТ 23268.2	не чинний	ГОСТ 23268.2 ДСТУ 7153	не чинний чинний	ДСТУ 7138 ДСТУ 7153
Макрокомпонентний склад						
12	Натрій та калій	ГОСТ 26929	не чинний	Посібник [14]	–	Посібник [14]
13	Кальцій	ГОСТ 23268.5	не чинний	ДСТУ ISO 6058	чинний	ДСТУ ISO 6058
14	Магній	ГОСТ 23268.5	не чинний	ДСТУ ISO 6059	чинний	ДСТУ ISO 6059
15	Хлориди	ГОСТ 23268.17	не чинний	ДСТУ ISO 9297	чинний	ДСТУ ISO 9297
16	Сульфати	ГОСТ 26449.1	не чинний	ГОСТ 26449.1	не чинний	ГОСТ 4389
17	Карбонати	ГОСТ 26449.1	не чинний	ГОСТ 26449.1	не чинний	ДСТУ ISO 9963-2
18	Гідрокарбонати	ГОСТ 23268.3	не чинний	ГОСТ 23268.3	не чинний	ДСТУ ISO 9963-1
Санітарно-хімічні показники						
19	Нітрити	ГОСТ 23268.8	не чинний	ГОСТ 23268.8	не чинний	ДСТУ ISO 6777 ГОСТ 4192

№ з/п	Показник	Методика випробування				
		Згідно ДСТУ 878, ГСТУ 42.10-02-96	Чинність методики у 2019 р.	За сферою акредитації ВЛ	Чинність методики у 2019 р.	Пропонована методика на 2019–2021 рр.
20	Нітраги	ГОСТ 23268.9	не чинний	Посібник [14]	–	ДСТУ 4078 Посібник [14]
21	Амоній	ГОСТ 23268.10	не чинний	ГОСТ 23268.10-78	не чинний	ГОСТ 4192
Специфічні біологічно активні компоненти та сполуки						
22	Йодиди	ГОСТ 23268.16	не чинний	Посібник [14]	–	Посібник [14]
23	Броміди	ГОСТ 23268.15	не чинний	Посібник [14]	–	Посібник [14]
24	Залізо загальне	ГОСТ 23268.11	не чинний	ГОСТ 23268.11	не чинний	ДСТУ ISO 6332
25	Залізо окисне	ГОСТ 23268.11	не чинний	ГОСТ 23268.11	не чинний	ДСТУ ISO 6332
26	Ортоборна кислота	[9]	–	Посібник [14]	–	Посібник [14]
27	Загальний органічний вуглець (ЗОВ)	[10]	–	ДСТУ EN 1484	чинний	ДСТУ EN 1484:2003
28	Метакремнієва кислота	[9]	–	Посібник [14]	–	Посібник [14]
Показники безпеки						
29	Уран	[11]	–	МБВ № 081/12-0923-14	чинна	МБВ № 081/12-0923-14
30	Радій	[12]	–	Посібник [14]	–	Посібник [14]
31	Феноли	ГОСТ 26449.1	не чинний	МБВ № 081/12-0905-14	чинна	МБВ № 081/12-0905-14
32	Ртуть	ГОСТ 26927	не чинний	Посібник [14]	–	Посібник [14]
33	Фториди	ГОСТ 23268.18	не чинний	ГОСТ 23268.18	не чинний	
34	Кадмій	ГОСТ 26933 РД 52.24.28	не чинний –	ДСТУ ISO 15586	чинний	ДСТУ ISO 15586
35	Селен	ГОСТ 19431 РД 52.24.28	не чинний –			
36	Свинець	ГОСТ 26932 РД 52.24.28	не чинний –			
37	Хром	РД 52.24.28	–			
38	Мідь	ГОСТ 26931 РД 52.24.28	не чинний –			
39	Миш'як	ГОСТ 26930 РД 52.24.28	не чинний –			
40	Цинк	ГОСТ 26934 РД 52.24.28	не чинний –			
41	Ванадій	РД 52.24.28	–			
42	Стронцій	ГОСТ 23950	не чинний	МБВ 081/12-4701-01	чинна	МБВ 081/12-4701-01

Проведемо аналіз даних табл. 1.

З 42 показників безпеки та якості МВ методики, якими користуються лабораторії, 13 методик, зокрема, ГОСТ, не чинні та вимагають заміни, за можливістю, на національні стандарти.

Однак слід зауважити, що при підборі методик варто враховувати два аспекти:

- відповідність метрологічних характеристик методик при проведенні ОВ МВ;
- економічна доцільність проведення випробування за відповідною методикою.

Економічна доцільність обґрунтовується неможливістю використання більшістю

лабораторій високовартісного обладнання (газорідних хроматографів, мас-спектрометрів з індуктивною плазмою тощо), що коштують сотні тисяч євро.

Отже розглянемо кожну методику, яка не є чинна та яку можна замінити на чинну, атестовану в Україні з максимальною економічною доцільністю.

Санітарно-мікробіологічні показники – ЗМЧ та кількість бактерій групи кишкових паличок – досліджуються на сьогодні майже усіма лабораторіями за нечинним ГОСТ 18963. ВЛ при контролюванні санітарно-мікробіологічних показників користуються Посібником [13], методики якого мають метрологічну атестацію. Як альтернативні

методики, їх можна використовувати. Однак є національні стандарти – ДСТУ ISO 6222, ДСТУ ISO 9308-1 та ДСТУ ISO 9308-2. Стосовно синьогнійної палички, то до теперішнього часу повноцінної альтернативної методики методичним рекомендаціям 1984 р. [8] немає, хоча є ДСТУ ISO 10712, але стандарт стосується стічних вод. Є міжнародний стандарт ISO 16266 на визначення синьогнійної палички методом мембранної фільтрації. Отже в Україні варто розробити національний стандарт на визначення синьогнійної палички у воді, можливо на основі міжнародного.

Органолептичні показники нині оцінюються за не чинним ГОСТ 23268.1. На безалкогольну продукцію щодо органолептичних показників діє ДСТУ 7099. Однак цей стандарт не враховує специфіки МВ.

Тому за нашою пропозицією до ДСТУ 878-93 було внесено зміни щодо методики визначення органолептичних показників МВ, які увійшли до зміни № 33 до ДСТУ 878-93.

Щодо перманганатної окисності в зміні № 33 до ДСТУ 878-93 вилучено цей показник. Він є більш інформативний для питних вод. Для МВ варто застосовувати показник умісту ЗОВ.

При визначенні вмісту діоксиду вуглецю в скляних пляшках використовують не чинний ГОСТ 23268.2. ДСТУ 7153 – лише для PET-пляшок, отже варто застосувати діючий стандарт для безалкогольної промисловості ДСТУ 7138.

Щодо інших хімічних показників безпечності та якості МВ метрологічний аналіз існуючих стандартів щодо методик випробувань викладено в табл. 2.

Таблиця 2 – Метрологічний аналіз діючих стандартів на методики випробувань МВ.

Нечинні ГОСТ/показники	Інформація щодо наявності чинних стандартів	Метод	Метрологічні характеристики методики	Можливість застосування лабораторіями	Висновок щодо заміни ГОСТ
26449.1 сульфати	ГОСТ 4389	гравіметрія (для питних)	межа виявлення – 0,2 mg/l; точність – ± 2 mg/l	нескладна реалізація (метод дуже розповсюджений)	стандарт діє до 2022 р.; потребує розробки ДСТУ
	ДСТУ ISO 10304-1	рідинна хроматографія	межа виявлення 0,1 mg/l; коефіцієнт вріації при діапазоні (1–10) mg/l: (0,8–4,5) %	передбачає наявність рідинного хроматографу; не підходить для розповсюдження	можливе застосування в якості альтернативної методики
23268.3 карбонати	ДСТУ ISO 9963-2	титриметрія	діапазон вимірювань: (6–6000) mg/l; точність: (8–21) %; повторюваність: (1–7) %; відтворюваність: (4–10) %	можлива реалізація; методика тотожна ГОСТ	можливе застосування в якості основної методики
23268.3 гідрокарбонати	ДСТУ ISO 9963-1	титриметрія	діапазон вимірювань: (6,1–6000) mg/l; точність: (8–21) %; повторюваність: (1–7) %; відтворюваність: (4–10) %	можлива реалізація; методика тотожна ГОСТ	можливе застосування в якості основної методики
23268.8 нітрити	ГОСТ 4192 – для питних	спектрофотометрія (для питних)	межа виявлення – 0,00 mg/l; точність – ± 5 %	нескладна реалізація (метод дуже розповсюджений)	стандарт діє до 2022 р.
	ДСТУ ISO 6777	спектрофотометрія	межа виявлення – 0,003 mg/l; точність – $\pm (18–30)$ %; повторюваність: (18–30) %; відтворюваність: (25–42) %	використовується велика кількість ортофосфорної кислоти	можливе застосування в якості основної методики
	МВВ № 081/12-0949-14	флуориметрія	межа виявлення – 0,005 mg/l; розширена невизначеність: (34–44) %	передбачає наявність флуориметру	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ ISO 10304-1	рідинна хроматографія	межа виявлення 0,05 mg/l; коефіцієнт вріації при діапазоні (0–1,0) mg/l: (1,2–3,5) %	передбачає наявність рідинного хроматографу	можливе застосування в якості альтернативної методики

Нечинні ГОСТ/показники	Інформація щодо наявності чинних стандартів	Метод	Метрологічні характеристики методики	Можливість застосування лабораторіями	Висновок щодо заміни ГОСТ
	МВВ № 081/12-0902-14	капілярний електрофорез	межа виявлення – 0,2 mg/l; точність – $\pm(3-8)$ %; повторюваність: (5–14) %; відтворюваність: (10-26) %	передбачає наявність системи електрофорезу; межа виявлення вища європейських норм	застосування методики недоцільне через високу межу виявлення
23268.10 амоній	ГОСТ 4192	спектрофотометрія (для питних)	межа виявлення – 0,05 mg/l; точність – ± 5 mg/l	нескладна реалізація (метод дуже розповсюджений)	стандарт діє до 2022 р.; потребує розробки ДСТУ
	ДСТУ ISO 6778	потенціометрія	межа виявлення – 0,2 mg/l; чутливість – зміна потенціалу давача приблизно на 60 mV за десятикратної зміни концентрації амонію	потребує очищення через колонку або сірчаною кислотою; застосування лугів	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ ISO 5664	дистиляція та титриметрія	межа виявлення – 0,2 mg/l; чутливість – 0,2 mg/l	потребує очищення через колонку або сірчаною кислотою	можливе застосування в якості альтернативної методики
	МВВ № 081/12-0962-15	капілярний електрофорез	межа виявлення – 0,5 mg/l; точність – $\pm (4-12)$ %; повторюваність: (5–15) %; відтворюваність: (10-30) %	передбачає наявність системи капілярного електрофорезу	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ ISO 7150-1 ДСТУ ISO 7150-2	спектрофотометрія	межа виявлення – 0,003 mg/l; повторюваність: 0,002 mg/l; відтворюваність: (0,004-0,01) mg/l	потребує очищення через колонку	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ ISO 15923-1	спектрофотометрія	межа виявлення – 0,01 mg/l	потребує наявності дискретного фотометричного аналізатору	можливе застосування в якості альтернативної методики
23268.11 залізо	ГОСТ 4011	спектрофотометрія (для питних)	межа виявлення – 0,05 mg/l; точність – ± 5 mg/l	нескладна реалізація (метод дуже розповсюджений)	стандарт діє до 2022 р.
	ДСТУ ISO 6332	спектрофотометрія	межа виявлення – 0,01 mg/l; точність: при значенні 1,003 mg/l розширена невизначеність 0,008 mg/l	застосування прекурсор (сірчана кислота); розчинити готувати щотижнево	можливе застосування в якості основної методики
	ДСТУ ISO 15586	атомно-абсорбційна спектрометрія	межа виявлення – 0,001 mg/l; діапазон вимірювань: (0,003–0,03) mg/l; відтворюваність (коефіцієнт варіації): 9,9 %	передбачає наявність атомно-абсорбційного спектрометру	можливе застосування в якості альтернативної методики
	МВВ № 081/12-0954-15	флуориметрія	межа виявлення – 0,01 mg/l; точність – $\pm (5-10)$ %; повторюваність: (9–16) %; відтворюваність: (20-40) %	передбачає наявність флуориметру; необхідність консервування проб	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ ISO 11885	атомно-емісійна спектрометрія	межа виявлення – 0,002 mg/l; коефіцієнт варіації при 0,196 mg/l: 1,7 %	передбачає наявність атомно-емісійного спектрометру ($\square 200$ тис. євро)	можливе застосування в якості альтернативної методики
23268.15	Посібник [14]	потенціо-	межа виявлення –	методика легко	можливе засто-

Нечинні ГОСТ/показники	Інформація щодо наявності чинних стандартів	Метод	Метрологічні характеристики методики	Можливість застосування лабораторіями	Висновок щодо заміни ГОСТ
броміди		метрія	0,001 mmol/l; діапазон вимірювань: (0,001–100) mmol/l; розбіжність: (7–15) %	реалізується	сування в якості основної методики
		екстракційна титриметрія	межа виявлення – 5 mg; діапазон вимірювань (5–100) mg/l; розбіжність (10–20) %	методика підходить для високомінералізованих МВ (роп)	можливе застосування в якості основної методики для роп
	ДСТУ 10304-1	ISO рідинна хроматографія	межа виявлення 0,05 mg/l; коефіцієнт варіації при діапазоні (0–1,0) mg/l: (0,6–3,8) %	передбачає наявність рідинного хроматографу; не підходить для роп	можливе застосування в якості альтернативної методики
	МВВ № 081/12-0903-14	капілярний електрофорез	межа виявлення – 0,05 mg/l; діапазон вимірювань: (0,05–100) mg/l;	передбачає наявність системи капілярного електрофорезу	можливе застосування в якості альтернативної методики
23268.16 йодиди	Посібник [14]	потенціометрія	межа виявлення – 0,001 mmol/l; діапазон вимірювань: (0,001–100) mmol/l; розбіжність: (7–15) %	методика легко реалізується	можливе застосування в якості основної методики; потребує розробки ДСТУ
	ДСТУ 10304-3	ISO рідинна хроматографія	межа виявлення 0,1 mg/l; діапазон вимірювань: (0,1–50) mg; коефіцієнт варіації при 0,248 mg/l: 4,89 %	передбачає наявність рідинного хроматографу; не підходить для роп	можливе застосування в якості альтернативної методики
	МВВ № 081/12-0903	капілярний електрофорез	межа виявлення – 0,1 mg/l; діапазон вимірювань: (0,1–100) mg/l;	передбачає наявність системи капілярного електрофорезу	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ДСТУ 4816	інверсійна вольтамперометрія (кінетичний)	межа виявлення – 0,05 mg/l; діапазон вимірювань: (0,1–100) mg/l;	передбачає наявність інверсійного вольтамперметру	можливе застосування в якості альтернативної методики
23268.18 фториди	ГОСТ 4386	потенціометрія (для питних)	межа виявлення – 0,1 mg/l; діапазон вимірювань: (0,1–190) mg/l; похибка: 7 %	нескладна реалізація (метод дуже розповсюджений)	стандарт діє до 2022 р.
	ДСТУ 10359-1	ISO потенціометрія	межа виявлення – 0,2 mg/l (0,02 mg/l з добавкою); діапазон вимірювань: (0,2–2,0) mg/l; коефіцієнт варіації при 0,283 mg/l: 2,4 mg/l	методика для легкозабруднених вод	можливе застосування в якості основної методики
	ДСТУ 10359-2	ISO потенціометрія	межа виявлення – 0,2 mg/l;	методика для стічних вод	можливе застосування в якості основної методики для забруднених вод
	ДСТУ 10304-1	ISO рідинна хроматографія	межа виявлення – 0,1 mg/l; коефіцієнт варіації при 2,14 mg/l: 4,1 %	передбачає наявність рідинного хроматографу	можливе застосування в якості альтернативної методики
	ISO/DIS 17951-2	спектрометрія	межа виявлення – 0,1 mg/l; діапазон вимірювань: (0,1–1,0) та (1,0–10,0) mg/l;	для стічних та поверхневих вод; дистиляція потоку з кислотами	можливе застосування в якості альтернативної методики

За даними табл. 2 можемо доопрацювати стовпчик № 7 табл. 1 – перелік пропонуванних методик, атестованих в Україні, яким можна користуватися при проведенні ОВ МВ. Проте цей перелік зміниться на початку 2022 р., коли частина ГОСТ на питні води стане не чинна.

За даними табл. 2 можемо також скласти перелік методик випробувань МВ, які необхідно розробити в Україні та надати їм статус

національних стандартів, враховуючи термін дії чинних ГОСТ для питних вод та те, що чинних тотожних методик взагалі немає або МВВ потребує приведення її метрологічних характеристик у відповідність до правил законодавчої метрології, зокрема, Закону [5] (табл. 3).

Таблиця 3 – Перелік показників та методик випробувань МВ, які необхідно розробити.

№ з/п	Показник	Інформація щодо наявності чинних методик	Чинність методики	Відповідність метрологічних характеристик методики вимогам Закону [5]	Висновок щодо розробки ДСТУ
1	синьогнійна паличка	Посібник [13]	чинна	не відповідає	потребує розробки ДСТУ на основі методики, зазначеної у Посібнику [13] з доопрацюванням метрологічних характеристик
2	сульфати	ГОСТ 4389	чинний до 01.01.2022 р.	не відповідає	потребує розробки ДСТУ на основі методики, зазначеної у ГОСТ, з доопрацюванням метрологічних характеристик
3	амоній	ГОСТ 4192	чинний до 01.01.2022 р.	не відповідає	потребує розробки ДСТУ на основі методики, зазначеної у ГОСТ, з доопрацюванням метрологічних характеристик
4	броміди	Посібник [14]	чинна	не відповідає	потребує розробки ДСТУ на основі методики, зазначеної у Посібнику [14] з доопрацюванням метрологічних характеристик
	йодиди	Посібник [14]	чинна	не відповідає	потребує розробки ДСТУ на основі методики, зазначеної у Посібнику [14] з доопрацюванням метрологічних характеристик

Варто також зазначити, що акредитовані лабораторії згідно вимог ДСТУ ISO 17025 при ОВ можуть застосовувати й нестандартизовані методики, але за умови проведення їх валідації. Вона проводиться для доведення того, що робочі характеристики методики дозволяють використовувати її для досягнення конкретної мети. Рівень валідації має бути достатнім для виконання вимог, пов'язаних із запланованим призначенням або застосуванням. Обсяг валідації залежить від призначення методики, сутності внесених змін і умов, в яких планується використовувати методику [15]. З цього випливає необхідність оцінки робочих характеристик методики.

Перелік робочих характеристик методики згідно [15] наступний:

- селективність;

- межа виявлення (LOD) та межа кількісного визначення (LOQ);
- робочий діапазон;
- аналітична чутливість;
- правильність (зсув, ступінь вилучення);
- прецизійність, збіжність (проміжна прецизійність та відтворюваність);
- невизначеність вимірювання;
- стійкість (робастність).

При розробці національних стандартів на методики випробувань МВ слід також користуватися цим переліком робочих характеристик методик, оскільки саме вони відповідають правилам законодавчої метрології, які діють в Україні з 2016 р., зокрема, Закону [5].

Однак неакредитовані лабораторії, наприклад, виробничі лабораторії, атестовані на

відповідність ДСТУ ISO 10012, не мають змогу застосовувати нестандартизовані методики. Отже з розробкою національних стандартів щодо методик випробувань МВ не варто зволікати. Звичайно, цей вид робіт потребує відповідної кваліфікації та наявності досвіду.

Згідно до сфери Технічних комітетів (ТК) стандартизації розробкою проектів цих стандартів можуть займатися два ТК: ТК № 124 «Природні та преформовані лікувальні ресурси» та ТК № 147 «Якість питної води». Отже слід ініціювати розробку проектів національних стандартів якомога швидше, оскільки сам процес потребує часу, а чинність ГОСТ на питні води спливає у кінці 2021 р.

Висновки.

Необхідність усунення технічних бар'єрів у торгівлі викликала потребу в уніфікації процедур і вимог, що застосовуються до товарів і послуг, насамперед, щодо оцінки відповідності. Враховуючи те, що з 2019 р. скасовано більшість ГОСТ, розроблених до 1992 р., процедура оцінки відповідності мінеральних вод недосконала, а це, звичайно, може вплинути на якість продукції та здоров'я споживачів. Скасування цих ГОСТ впливає й на роботу виробничих лабораторій. Отже слід розробити пропозиції щодо впровадження методик випробувань мінеральних вод з урахуванням європейських вимог щодо їх метрологічних характеристик.

За результатами аналізу метрологічних характеристик методик випробувань показників безпечності та якості мінеральних вод розроблено перелік методик випробувань мінеральних вод на період 2019–2021 рр., який включає національні стандарти, атестовані в Україні методики, заміна яких на сьогодні економічно недоцільна, та ГОСТ на питні води, зокрема, на сульфати, амоній та залізо. Також запропоновано перелік методик випробувань мінеральних вод, які необхідно розробити в Україні та надати їм статус національних стандартів. Це методики щодо визначення в мінеральних водах синьогнійної палички, сульфатів, амонію, бромідів та йодидів. Їх заміна на міжнародні стандарти на сьогодні економічно недоцільна, оскільки їх впровадження потребує великих фінансових витрат (придбання обладнання та його експлуатація) та не може бути реалізована буд-

якою українською лабораторією. Пропонується внести пропозицію щодо розробки проектів національних стандартів щодо методик випробувань мінеральних вод до профільних Технічних комітетів. Це надасть можливість українським виробникам фасованих мінеральних вод оптимізувати виробничі витрати щодо випуску української продукції та успішно розширити її частку на зовнішньому ринку.

Література

1. Махинова, А. / А. Махинова, В. Мыкуляк // Морское право от 28/04/15 (Тема номера: Морское право барьерная лестница). – [Електронний ресурс]. — Режим доступу: www.sk.ua/sites/default/files/barernaya_lestnica_-_yuridicheskaya_praktika.pdf
2. Про основні принципи та вимоги до безпечності та якості харчових продуктів: Закон України в редакції Закону від 22.07.2014 р. № 1602-VII // Відомості Верховної Ради України – 1998. – № 19. – Ст. 98.
3. Про затвердження Програми діяльності Кабінету Міністрів України: Постанова Кабінету Міністрів України від 09.12.2014 р. № 695. – [Електронний ресурс]. — Режим доступу: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/695-2014-%D0%BF>
4. Води мінеральні лікувальні. Технічні умови: ГСТУ 42.10-02-96. – [Чинний від 1996-06-24] — К.: Міністерство охорони здоров'я України, 1996. — 30 с. — (Галузевий стандарт України).
5. Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» // Відомості Верховної Ради (ВВР), – 2014. – № 30. – С. 1008.
6. Володарський В.С. Метрологічне забезпечення вимірювань і контролю: навчальний посібник / Володарський С. Т., Кухарчук В.В., Поджаренко В.О., Сердюк Г.Б. – Вінниця: ВДГУ, 2001. – 219 с.
7. Бубела, Т. З. Фізико-хімічні вимірювання. — Львів: Вид-во НУ «Львівська політехніка», 2005. – 150 с.
8. Выявление и идентификация *R. aeruginosa* в объектах окружающей среды (пищевых продуктах, воде, сточных жидкостях): методические рекомендации, утв. приказом Начальника Главного управления карантинных

инфекций Минздрава СССР В. П.Сергиева от 24.05.1984 г.

9. Резников, А. А. Методы анализа природных вод / А.А. Резников Муликовская Е. П., Соколов И. Ю. – М.: Недра, 1970 р. – 488 с.

10. Методика определения общего органического углерода в природных минеральных водах: авторское свидетельство № 1513398 від 21.06.88 р. – Одесса: Украинский научно-исследовательский институт медицинской реабилитации и курортологии, 1988 г. – 7 с.

11. Методика экспрессного определения объемной и удельной активности бета-излучающих нуклидов в воде, продуктах питания, растительности и почве методом «прямого» измерения «толстых» проб: приказ Главного санитарного врача Главного санитарно-профилактического управления Минздрава СССР от 12.08.86 р. № 123.

12. Метод люминесцентного определения урана: протокол заседания Ученого совета Украинского научно-исследовательского института медицинской реабилитации и курортологии от 03.10.1987 г. № 8. – Одесса: Украинский научно-исследовательский институт медицинской реабилитации и курортологии, 1988 г. – 8 с.

13. Посібник з методів контролю природних мінеральних вод, штучно-мінералізованих вод та напоїв на їх основі. Ч. 2. Мікробіологічні дослідження / Ніколенко С.І., Глуховська С.М., Хмельєвська О.М., Петровська В.Б. – МОЗ України; УкрНДІМРтаК. – Київ: КІМ, 2011. – 52 с.

14. Нікіпелова, О.М. Посібник з методів контролю природних мінеральних вод, штучно-мінералізованих вод та напоїв на їх основі. Ч.1. Фізико-хімічні дослідження / МОЗ України, УкрНДІМРтаК / Нікіпелова О.М., Філіпенко Т.Г., Солодова Л.Б. — Одеса: Спеціалізоване вид-во «ЮНЕСКО-СОЦІО», 2002. — 96 с. — ISBN 966-7251-15-2.

15. Настанова Eurachem «Придатність аналітичних методів для конкретного застосування. Настанова для лабораторій з валідації методів та суміжних питань»: за ред. Б. Магнуссона та У. Ернемарка: переклад другого видання 2014 р. – К.: ТОВ «Юрка Любченка», 2016. – 92 с.

References

1. Mahinova, A. / A. Mahinova, V. Mykulyak // Morskoe pravo ot 28/04/15 (Tema nomera: Morskoe pravo barernaya lestnica). – [Elektronnij resurs]. — Rezhim dostupu:

www.sk.ua/sites/default/files/barernaya_lestnica_--_yuridicheskaya_praktika.pdf

2. Pro osnovni principi ta vimogi do bezpechnosti ta yakosti harchovih produktiv: Zakon Ukrayini v relakcii Zakonu vid 22.07.2014 r. № 1602-VII // Vidomosti Verhovnoyi Radi Ukrayini – 1998. – № 19. – St. 98.

3. Pro zatverdzhennya Programi diyalnosti Kabinetu Ministriv Ukrayini: Postanova Kabinetu Ministriv Ukrayini vid 09.12.2014 r. № 695. – [Elektronnij resurs]. — Rezhim dostupu: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/695-2014-%D0%BF>

4. Vodi mineralni likuvalni. Tehnichni umovi: GSTU 42.10-02-96. – [Chinnij vid 1996-06-24] — K.: Ministerstvo ohoroni zdorov'ya Ukrayini, 1996. — 30 s. — (Galuzevij standart Ukrayini).

5. Zakon Ukrayini «Pro metrologiyu ta metrologichnu diyalnist» // Vidomosti Verhovnoyi Radi (VVR), – 2014. – № 30. – S. 1008.

6. Volodarskij V.Ye. Metrologichne zabezpechennya vimiryuvan i kontrolyu: navchalnij posibnik / Volodarskij Ye. T., Kuharchuk V.V., Podzharenko V.O., Serdyuk G.B. – Vinnicya: VDTU, 2001. – 219 s.

7. Bubela, T. Z. Fiziko-himichni vimiryuvannya. — Lviv: Vid-vo NU «Lvivska politehnika», 2005. – 150 s.

8. Vvyavlenie i identifikaciya P. aeruginosa v obektah okruzhayushej sredy (pishevyh produktah, vode, stochnyh zhidkostyah): metodicheskie rekomendacii, utv. prikazom Nachalnika Glavnogo upravleniya karantinnyh infekcij Minzdrava SSSR V. P.Sergieva ot 24.05.1984 g.

9. Reznikov, A. A. Metodi analizu prirodnyh vod / A.A. Reznikov Mulikovskaya E. P., Sokolov I. Yu. – М.: Nedra, 1970 р. – 488 s.

10. Metodika opredeleniya obshego organicheskogo ugleroda v prirodnyh minealnyh vodah: avtorskoe svдетельstvo № 1513398 vid 21.06.88 r. – Odessa: Ukrainskij nauchno-issledovatel'skij mnstitut medicinskoj rehabilitacii i kurortologii, 1988 g. – 7 s.

11. Metodika ekspresnogo opredeleniya obemnoj i udelnoj aktivnosti beta-izluchayushih nuklidov v vode, produktah pitaniya, rastitelnosti i pochve metodom «pryamogo» izmereniya «tolstyh» prob: prikaz Glavnogo sanitarnogo vracha Glavnogo sanitarno-profilakticheskogo upravleniya Minzdrava SSSR ot 12.08.86 r. № 123.

12. Metod lyuminescentnogo opredeleniya urana: protokol zasedaniya Uchenogo soveta Ukrainskogo nauchno-issledovatelskogo instituta medicinskoj rehabilitacii i kurortologii ot 03.10.1987 g. № 8. – Odessa: Ukrainskij nauchno-issledovatelskij mnstitut medicinskoj rehabilitacii i kurortologii, 1988 g. – 8 s.

Posibnik z metodiv kontrolyu prirodnih mineralnih vod, shtucho-mineralizovanih vod ta napoyiv na yih osnovi. Ch. 2. Mikrobiologichni doslidzhennya / Nikolenko S.I., Gluhovska S.M., Hmyelyevska O.M., Petrovska V.B. – MOZ

Ukrayini; UkrNDIMRtaK. – Kiyiv: KIM, 2011.– 52 s.

14. Nikipelova, O.M. Posibnik z metodiv kontrolyu prirodnih mineralnih vod, shtucho-mineralizovanih vod ta napoyiv na yih osnovi. Ch.1. Fiziko-himichni doslidzhennya / MOZ Ukrayini, UkrNDIMRtaK / Nikipelova O.M., Filipenko T.G., Solodova L.B. — Odesa: Specializovane vid-vo «YuNESKO-SOCIO», 2002. — 96 s. — ISBN 966-7251-15-2.

15. Nastanova Eurachem «Pridatnist analitichnih metodiv dlya konkretnogo zastosuvannya. Nastanova dlya laboratorij z validaciyi metodiv ta sumizhnih pitan»: za red. B. Magnussona ta U. Ernemarka: pereklad drugogo vidannya 2014 r. – K.: TOV «Yurka Lyubchenka», 2016. – 92 s.