

# Главная тема. Водный контроль: уроки для аналитиков

## Читайте и узнаете:

- чем отличается метод от методики;
- всегда ли использование методик, основанных на разных методах анализа, позволяет получить сопоставимые результаты;
- нужно ли лаборатории проходить процедуру расширения области аккредитации для использования новой версии устаревшей методики

## Ключевые слова:

анализ воды, показатели качества воды, методы анализа, методики анализа

## О методах и методиках анализа воды

**Н.К. Куцева**

начальник отдела физико-химических методов анализа Аналитического центра ЗАО «РОСА», канд. хим. наук

**П**равильная организация контроля качества воды — задача непростая. Одной из проблем аналитических лабораторий, выполняющих исследования воды, является выбор подходящего метода и методики анализа.

В соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» лаборатория должна использовать «методики испытаний, включая методы отбора образцов, которые отвечают потребностям заказчиков и пригодны для предпринимаемых испытаний». Выполнение этого справедливого требования стандарта осложняется разнообразием типов воды, вариативностью ее состава, применимостью для анализа водных растворов множества методов исследования, наличием огромного количества методик анализа.

Для начала следует отметить, что метод и методика — понятия разные.

Обсуждается проблема сопоставимости результатов определения ряда показателей качества воды, полученных при использовании разных методов анализа. Систематизированы методики анализа воды, сравниваются те из них, в основе которых лежит один аналитический метод

### Методы

Метод — способ получения информации о химическом составе вещества (материала) объекта аналитического контроля на основе одного или нескольких принципов анализа вещества (материала)<sup>1</sup>, то есть по сути метод — это совокупность принципов, положенных в основу анализа безотносительно к конкретному объекту и определяемому веществу.

При выборе метода учитывается объект анализа, примерное содержание определяемого компонента, возможное наличие мешающих влияний, требуемая точность, затраты времени, наличие измерительного и вспомогательного оборудования, ориентировочная стоимость и др. Одновременное выполнение всех

этих условий не всегда возможно. Часто для получения результата с максимальной точностью, высокой чувствительностью и селективностью необходимо больше времени, дорогостоящее оборудование и материалы, а если требуется провести испытания быстро, то приходится пренебрегать некоторыми требованиями.

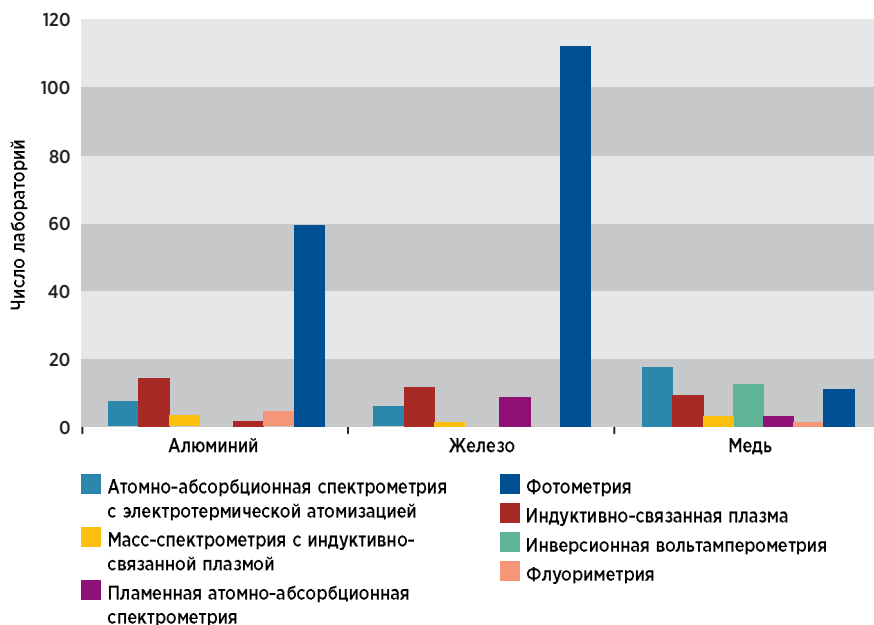
Для анализа водных сред применимо большинство известных на сегодняшний день методов химического и физико-химического анализа. Например, для определения металлов в воде можно использовать титриметрический метод анализа (для кальция, магния), фотометрический (для алюминия, железа, хрома, меди и др.), инверсионную вольтамперометрию (для меди, мышьяка, никеля и др.), флуориметрию (для алюминия, меди, железа и др.), атомно-абсорбционную спек-

<sup>1</sup> ГОСТ Р 52361-2005. Контроль объекта аналитический. Термины и определения

# Главная тема. Водный контроль: уроки для аналитиков

Рисунок

Используемые лабораториями методы анализа воды (по данным 1-го этапа межлабораторных сравнительных испытаний, провайдер ЗАО «РОСА», 2017 г.)



трометрию с пламенной и электротермической атомизацией (для большинства металлов), атомно-эмиссионную спектрометрию (для щелочных металлов), атомно-эмиссионную спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой и масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой (практически для всех металлов), ионную хроматографию и капиллярный электрофорез (для щелочных и щелочноземельных металлов) и др. Каждый из методов имеет свои плюсы и минусы, при этом основным «недостатком» высокотехнологичных инструментальных методов является высокая стоимость оборудования. В то же время в ряде случаев, особенно в рамках производственного контроля, многими лабораториями успешно применяются давно известные и хорошо себя зарекомендовавшие методы спектрофотометрии (см. рисунок).

Выбор метода (и методик анализа, которые будут рассмотрены ниже), как правило, осуществляет сама аналитическая лаборатория. Все зависит от уровня ее приборного обеспечения, квалификации аналитиков, требований к оперативности предоставления результатов. Конечно, результат определения содержания конкретного вещества в воде не должен зависеть от используемого метода анализа. При применении разных методов результаты исследований должны быть сопоставимы, что, как правило, подтверждается в ходе МСИ и данными, полученными с использованием разных методов анализа в одной лаборатории, например, при определении металлов различными спектральными методами (табл. 1) или при определении анионов с помощью ионной хроматографии и фотометрии (табл. 2).

Однако не всегда использованные методик, основанных на раз-

ных методах анализа, позволяет получить сопоставимые результаты. Подобное происходит при определении обобщенных, интегральных показателей качества воды, например, нефтепродуктов, фенолов, жиров и др., объединяющих большое количество индивидуальных органических соединений.

Основными методами определения нефтепродуктов в водах являются гравиметрический, ИК-спектроскопический, газохроматографический и флуориметрический. Самыми распространенными в России стали методы флуориметрии и ИК-спектроскопии, и именно сопоставление результатов, полученных с их использованием, вызывает наибольшие проблемы. О зависимости результатов флуориметрического определения нефтепродуктов в пробе воды от их типа известно [1], но особенно наглядно различие данных, полученных разными методами, иллюстрируется результатами МСИ. Так, в первом этапе МСИ 2017 г.<sup>2</sup> в определении нефтепродуктов приняли участие около 150 лабораторий, из которых 60 % использовали флуориметрию, 40 % — ИК-спектроскопию. Полученные результаты МСИ четко разделены на две группы: флуориметрия —  $(0,240 \pm 0,007)$  мг/л, ИК-спектроскопия —  $(0,61 \pm 0,01)$  мг/л.

Для определения индивидуальных соединений, относящихся к группе фенолов (всех или летучих с паром), используют методы газовой или жидкостной хроматографии. Установление значения фенольного индекса предполагает спектрофотометрическое определение отог-

<sup>2</sup> <http://www.rossalab.ru/services/checks.shtm>

нанных с водяным паром фенолов с 4-аминоантипирином. П-крезол и другие фенолы с замещенными группами в параположении не вступают в реакцию с 4-аминоантипирином [2, 3], следовательно, значения фенольного индекса практически всегда будут ниже, чем суммарное содержание фенолов. В то же время летучие с паром фенолы намного токсичнее и обладают более интенсивным запахом при хлорировании. Возможно, поэтому в питьевой воде одновременно нормируется и значение фенольного индекса и содержание индивидуальных фенолов. При этом не совсем понятен подход к нормированию фенолов в питьевой воде. ПДК для фенольного индекса 0,25 мг/л, ПДК фенола 0,001 мг/л, крезолов 0,004 мг/л<sup>3</sup>. Следует обратить внимание и на то, что при контроле состава сточных вод, поступающих в централизованную систему канализации, речь идет именно об общем содержании фенолов [4].

Жиры объединяют большую группу органических соединений, которые в основном состоят из триглицеридов — сложных эфиров глицерина и любой из нескольких жирных кислот. Состав животных жиров представлен преимущественно олеиновой, пальмитиновой и стеариновой кислотами; в состав естественных жиров входят миристиновая, линолевая, линоленовая кислоты. Жиры наряду с белками и углеводами входят в состав всех растительных и животных клеток. Как и нефтепродукты, «жиры» представляют собой

Результаты определения металлов в воде спектральными методами

[табл. 1]

	Железо, мг/л		Медь, мг/л	
	Пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия	Индуктивно-связанная плазма	Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой	Индуктивно-связанная плазма
	ПНД Ф 14.1:2.4.139-98	ПНД Ф 14.1:2.4.143-98	ЦВ 3.18.05-2005	ПНД Ф 14.1:2.4.143-98
1	0,79±0,24	0,99±0,20	0,40 ± 0,06	0,50 ± 0,12
2	0,26±0,08	0,32±0,06	0,15 ± 0,02	0,18 ± 0,04
3	6,6±1,5	7,4±1,1	0,055 ± 0,008	0,066 ± 0,016
4	0,42±0,13	0,46±0,09	0,91 ± 0,13	1,1 ± 0,1
5	0,16±0,05	0,21±0,04	0,11 ± 0,02	0,082 ± 0,020
6	1,7±0,4	2,0±0,3	0,12 ± 0,017	0,13 ± 0,03
7	1,4±0,3	1,7±0,3	0,10 ± 0,01	0,099 ± 0,025
8	0,27±0,08	0,32±0,06	0,092 ± 0,013	0,078 ± 0,020

Результаты определения анионов в воде методом ионной хроматографии и методом спектрофотометрии

[табл. 2]

	Хлориды, мг/л		Нитраты, мг/л	
	Спектрофотометрия	Ионная хроматография	Спектрофотометрия	Ионная хроматография
	Методика Мерк № 01.1:1.2.4.41-06	ПНД Ф 14.2:4.176-2000	Методика Мерк № 01.1:1.2.3.4.14-05	ПНД Ф 14.2:4.176-2000
1	127 ± 13	121 ± 18	8,1 ± 1,6	8,6 ± 2,0
2	216 ± 22	227 ± 34	8,3 ± 1,7	7,7 ± 1,8
3	56 ± 6	52 ± 8	8,4 ± 1,7	7,8 ± 1,8
4	469 ± 47	460 ± 69	8,7 ± 1,8	8,6 ± 2,0
5	5,4 ± 0,5	6,8 ± 1,0	8,8 ± 1,8	7,7 ± 1,8
6	11,7 ± 1,2	12,1 ± 1,8	9,1 ± 1,8	7,8 ± 1,8
7	25 ± 3	28 ± 4	8,3 ± 1,7	8,6 ± 2,0
8	54 ± 5	56 ± 8	8,0 ± 1,6	7,7 ± 1,8

обобщенный показатель. Для определения жиров в воде чаще всего применяют методы гравиметрии и ИК-спектроскопии, реже — газовой хроматографии, позволяющий идентифицировать конкретные органические вещества.

Проблема сопоставимости результатов определения жиров разными методами не стоит так остро, как в случае с нефтепродуктами. Возможно, это объясняется отсутствием нормативов на жиры для питьевой и природной воды, хотя последствия попадания последних в водоем могут быть достаточно серьезными: загрязнение жирами даже в незначительных количествах существенно влияет на органолепти-

ческие свойства воды и способствует более активному развитию микрофлоры. С 2017 г. ПДК жиров в сточной воде составляет 50 мг/л [4] и, как показывает практика, при хроматографическом определении жиров лишь в редких случаях (менее 5 %) наблюдаются превышения этого норматива.

### Методики

Методика анализа вещества (объекта аналитического контроля) — это документированная совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результата анализа вещества объекта аналитического контроля с установленными характеристиками по-

<sup>3</sup> СанПиН 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества.

# Главная тема. Водный контроль: уроки для аналитиков

грешности или неопределенностью, а для методик качественного анализа — с установленной достоверностью (в соответствии с ГОСТ Р 52361-2005).

В методике четко и подробно описано, как следует выполнять анализ определенного объекта, применяя конкретный метод для решения поставленной аналитической задачи. Основные требо-

стране уже в 40-х гг. XX в. В последующие годы их перечень постоянно расширялся. Государственные стандарты СССР (ГОСТы) вводились в действие непосредственно Госстандартом СССР, и их соблюдение было обязательным. В развитии методической базы государственных стандартов в области анализа воды прослеживаются несколько этапов.

рого являются ведущие лаборатории, стала определяться требованиями разрабатываемого в то время технического регламента по питьевой воде и питьевому водоснабжению, который, однако, так и не был принят, и адаптацией российских и международных стандартов ИСО в связи с намерением России вступить во Всемирную торговую организацию.

С момента создания Таможенного Союза ЕврАзЭС национальные стандарты постепенно заменяются межгосударственными (ГОСТ). Важно отметить, что теперь многие ГОСТы распространяются не только на питьевую, но и на все типы воды. В настоящее время действует более 60 ГОСТов на методики анализа и отбор проб воды. Однако до сих пор часть действующих и весьма востребованных стандартов требует переработки как с точки зрения детализации процедур выполнения анализа, так и с точки зрения метрологического обеспечения.

С 60-х гг. прошлого столетия перечень методик анализа воды постоянно расширялся. Для питьевой воды помимо государственных стандартов (ГОСТ) широкое применение получили методики, опубликованные в сборнике [5]. При анализе сточных вод настольной книгой химиков-аналитиков на протяжении многих лет была монография Ю.Ю. Лурье [6], претерпевшая несколько переизданий. Не меньшей популярностью до сих пор пользуются и другие издания [7, 8], а также и более современные руководства [9].

В то же время, учитывая возрастающее с каждым годом значение результатов контроля качества воды с точки зрения право-

---

**Результат определения содержания конкретного вещества в воде не должен зависеть от используемого метода анализа. При применении разных методов результаты исследований должны быть сопоставимы**

---

вания к методикам анализа изложены в ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений» и Р 50.2.090-2013 «ГСИ. Методики количественного химического анализа. Общие требования к разработке, аттестации и применению», но существуют еще и дополнительные: применяемый метод контроля питьевой воды должен иметь нижнюю границу диапазона определяемых содержаний не более 0,5 ПДК в соответствии с ГОСТ Р 51232-98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества», погрешность измерения не должна превышать значения согласно ГОСТ 27384-2002 «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств».

Самые первые четко прописанные методики анализа питьевой воды появились в нашей

Так, в 70-х гг. прошлого столетия большая часть принятых в послевоенные годы стандартов была пересмотрена. В начале 80-х гг. начался следующий этап, когда были утверждены ГОСТы на определение фторидов, алюминия, селена, стронция, мышьяка и др. После распада СССР эти ГОСТы фактически стали межгосударственными стандартами.

С конца 90-х гг. начался этап внедрения инструментальных методик определения органических веществ и металлов. В начале XXI столетия развитие продолжилось и в рамках работы Технического комитета Росстандарта ТК 343 «Качество воды» были приняты национальные стандарты ГОСТ Р по использованию для анализа воды газовой и ионной хроматографии, капиллярного электрофореза, вольтамперометрии и др. методов.

В дальнейшем работа ТК 343 «Качество воды», членами кото-

вых и финансовых последствий, в большинстве случаев по требованиям действующего в России законодательства<sup>4</sup> анализ воды необходимо проводить в аккредитованной лаборатории с использованием аттестованных в установленном порядке методик анализа, поверенных средств измерения и стандартных образцов. Только при выполнении этих условий результаты количественного химического анализа (КХА) имеют «юридическую силу». Применение стандартизованных аттестованных методик оправдано, поскольку позволяет в большинстве случаев привлекать к выполнению рутинных анализов работников с относительно невысокой квалификацией, хотя, конечно, они должны иметь профильное образование и достаточный опыт работы. Надежность результатов, полученных по таким методикам при условии выполнения всех необходимых процедур контроля качества, как правило, выше. За последние 10–15 лет количество аттестованных методик анализа воды существенно увеличилось.

Все аттестованные методики, за исключением ГОСТов, включены в соответствующий перечень методик, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений Росстандарта<sup>5</sup>. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений Федерального Агентства по техническому регулированию и

метрологии РФ создан во исполнение Федерального закона от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и Стратегии обеспечения единства измерений в России до 2015 г. (п.п. 4.4.8)<sup>6</sup>. У каждой методики, включенной в реестр, есть два номера: регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру (для воды ФР 1.31...) и номер, присвоенный разработчиком или другим реестром (например, ПНД Ф, МУК).

Методики химического анализа воды включены в раздел «Физико-химические измерения». К сожалению, ориентироваться в огромном перечне методик этого раздела непросто, поскольку в нем приведена информация о более чем 10 тысячах методик анализа различных объектов, из которых свыше 700 посвящены анализу различных типов воды.

Наряду с ГОСТами наиболее часто для анализа воды используются методики в ранге ПНД Ф (природоохранный нормативный документ федерального уровня). Реестр методик КХА и оценки состояния объектов окружающей среды, допущенных для государственного и производственного экологического контроля (ПНД Ф), был введен в действие 23.09.1995 г. в целях реализации единой научно-технической политики в области экологического контроля на территории РФ. В настоящее время этот реестр ведет ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» Росприроднадзора. Реестр является официальным источником информации о допу-

стимости применения методик анализа для целей государственного и производственного экологического контроля в области природопользования и охраны окружающей среды.

Реестр включает следующие разделы:

- КХА вод;
- КХА почв, грунтов, донных отложений, осадков сточных вод и др.;
- КХА промышленных выбросов в атмосферу, атмосферного воздуха;
- общие вопросы (инструкции по отбору проб, идентификация, техника безопасности и т.д.);
- токсикологические методы контроля.

Методические указания по методам контроля Роспотребнадзора (МУК) — документы, содержащие обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, которые оказывают или могут оказывать опасное и вредное влияние на здоровье населения. Письмо Федеральной службы по надзору в свете защиты прав потребителей и благополучия человека № 01/14262-8-32 от 02.12.2008 г. определяет перечень основных действующих нормативно-методических документов по методам лабораторного и инструментального контроля в системе государственного санитарно-эпидемиологического нормирования. В перечне около 50 методик, касающихся анализа воды. Отличительной особенностью МУК является то, что большая их часть посвящена определению токсичных органических ве-

<sup>4</sup> Федеральный закон от 07.12.2011 г. № 416-ФЗ «О водоснабжении и водоотведении».

<sup>5</sup> <http://www.fond-metrology.ru>

<sup>6</sup> Утверждена Приказом Минпромторга России от 17.06.2009 г. № 529.

# Главная тема. Водный контроль: уроки для аналитиков

ществ, в частности, пестицидов. Как правило, МУК распространяются не только на воду, но и на другие объекты (почву, водные вытяжки, смывы и др.). Часть из них включена в перечень методик ФР. Применяются МУК, главным образом, в лабораториях Роспотребнадзора.

Другой очень распространенной серией используемых в России методик являются документы Росгидромета под шифром РД 52.24. Разработчиком и правообладателем нормативных документов РД.52.24. является Гидрохимический институт Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды в г. Ростов-на-Дону. Силами ГУ ГХИ разработано около 100 методик анализа поверхностных и очищенных сточных вод для определения более 150 показателей. Методики включены в Федеральный перечень МВИ, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей среды. Большая часть методик на сегодняшний день актуализирована с учетом действующих требований и их срок действия не ограничен. Методики 1995 г. действуют до их пересмотра.

Отличительные особенности методик РД 52.24:

- широкий перечень определяемых показателей;
- хорошее изложение процедур анализа;
- регулярная актуализация методик;
- большое разнообразие методов анализа;
- распространяются на природные и очищенные сточные воды;
- содержат раздел по затратам времени на проведение анализа;

- в большинстве методик в расчет погрешности включена систематическая составляющая;

- в методиках, как правило, приводится один метод анализа.

Методики с шифром РД 52.10 распространяются на анализ морской воды, включены в ФР.

Федеральный перечень методик выполнения измерений, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей природной среды приведен в РД 52.18.595-96 (в ред. от 01.02.2017 г.).

Помимо указанных, в России действует огромное число методик, которые также допущены к применению для целей экологического контроля и надзора и включены в перечень Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений Росстандарта (Перечень Росстандарта), то есть имеют номер ФР (табл. 3).

Таким образом, в нашей стране действует огромное количество аттестованных методик анализа воды. Помимо включенных в государственные и межгосударственные стандарты методик, лаборатории различных ведомств, производители аналитического оборудования создают собственные. При этом каждый разработчик при незначительных принципиальных отличиях старается «узаконить» свою специфику. Например, для определения нитритов с реактивом Грисса в перечень Росстандарта включены несколько однотипных с точки зрения принципа метода анализа методик (табл. 4). Без тщательного их изучения сделать правильный выбор непросто.

В целях унификации методик анализа, выполняемых сетевыми

лабораториями, крупные предприятия и ведомства формируют собственные перечни используемых методик. Ведение таких перечней целесообразно с точки зрения регулирования работы лабораторий, централизации их материально-технического обеспечения и сопоставления результатов.

Однако есть серьезная проблема, когда в документ, нормирующий качество объекта, разработчики включают в качестве обязательных конкретные методики выполнения измерений. Так, в перечень нормативных документов для целей оценки соответствия продукции для детей и подростков Единым санитарно-эпидемиологическим и гигиеническим требованиям к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому контролю, включено значительное количество методик анализа воды, поскольку контроль проводится путем анализа водных вытяжек из продукции. Для определения органических веществ чаще всего указаны МУК — методики, применяемые в лабораториях Роспотребнадзора, несмотря на то, что многие из них на сегодняшний день явно устарели как с технической точки зрения, так и с точки зрения общих требований к аттестованным МВИ. Учитывая, что методиками в ранге МУК пользуются преимущественно в Роспотребнадзоре, подобные требования ограничивают конкуренцию при выборе исполнителя для проведения испытаний даже из круга аналитических лабораторий, включенных в Единый перечень Таможенного союза.

Есть и положительные примеры. В частности, в [10] перечень методик определения большого

числа показателей качества сточных вод приводится как справочный материал.

Огромной проблемой является и то, что установленные в НД на качество воды требования сложно обеспечить соответствующей методикой. Например, на практике почти невозможно определять ртуть на уровне менее 0,00005 мг/л (ПДК для воды рыбо-хозяйственного назначения – 0,00001 мг/л), нефтепродукты на уровне менее 0,01 мг/л (ПДК для питьевой воды, расфасованной в емкости, высшей категории 0,01 мг/л) и др. В последнем случае из всех аттестованных методик только для флуориметрического метода анализа заявлен предел определения 0,005 мг/л.

Методики КХА воды – рабочие «живые» документы, которые в ходе применения могут быть усовершенствованы в части выполнения конкретных процедур, изменения диапазона определяемых содержаний, пересмотра показателей точности. При этом принцип метода не затрагивается. Так, с увеличением размера платы за негативное воздействие на работу централизованных систем водоотведения подход к оценке результатов анализа проб сточных вод резко изменился. Любой результат, выходящий за верхнюю границу диапазона аттестованной методики КХА, может быть оспорен в судебном порядке. Лаборатории оказались в сложной ситуации, когда с точки зрения аналитической химии после соответствующего разбавления пробы можно определить достаточно высокие содержания загрязняющего вещества, но этот результат будет нелегитимным с точки зрения действующего законодательства.

Аттестованные методики анализа воды

[табл. 3]

Межгосударственные стандарты (ГОСТ) Государственные стандарты РФ (ГОСТ Р)	Методики, применяемые в сферах распространения государственного экологического контроля и надзора (ФР 1.31...)			
	ПНД Ф 14...	МУК 4.1...	РД 52.24... РД 52.10...	Прочие
Единая база государственных стандартов РФ «Госэксперт»	Реестр методик количественного химического анализа и оценки состояния объектов окружающей среды	Перечень основных действующих нормативно-методических документов по методам лабораторного и инструментального контроля в системе государственного санитарно-эпидемиологического нормирования	Федеральный перечень методик выполнения измерений, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей природной среды	
Росстандарт	Росприроднадзор	Роспотребнадзор	Росгидромет	Сотни организаций-разработчиков

Методики определения нитритов в воде с реактивом Грисса

[табл. 4]

Номер в реестре	Область применения	Диапазон определения, мг/л	Погрешность
ГОСТ 33043-2014	Питьевые, природные и сточные воды	0,003 – 0,15 0,15 – 0,30 0,30 – 30	50 % 38 % 25 %
ФР.1.31.2006.02522	Поверхностные воды суши и очищенные сточные воды любой минерализации	0,01 – 0,25	(0,13X + 0,04) мг/л
ФР.1.31.2013.13907	Питьевые, природные и сточные воды	0,002 – 0,005 0,005 – 0,1 0,1 – 1 1 – 16 16 – 400	40 % 35 % 28 % 19 % 14 %
ФР.1.31.2015.20121	Сточные, природные, питьевые и технические воды	0,02 – 0,2 0,2 – 300	(0,18X + 0,0024) мг/л (0,06X + 0,031) мг/л
ФР.1.31.2016.22719	Питьевые (воды, расфасованные в емкости и вода централизованных систем питьевого водоснабжения), минеральные, подземные, природные пресные, морские, сточные и технологические, вода рыбных хозяйств и потоков систем водоподготовки	0,005 – 0,02 0,02 – 2,5	16,5 % 7,1 %
ФР.1.31.2017.25986	Питьевые, природные и сточные воды	0,05 – 5	15 %

# Главная тема. Водный контроль: уроки для аналитиков

Разработчики в срочном порядке приступили к пересмотру действующих методик с целью расширения диапазонов определяемых содержаний. Еще одной причиной актуализации методик КХА является ограниченный срок действия свидетельств о метрологической аттестации, хотя формально требований к нему нет. Все это приводит к появлению новых изданий (версий) методик. В соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 применение отмененных или утративших силу действия методик испытаний аккредитованной лабораторией неправомерно. В то же время следует иметь в виду, что если в методике указано, что она выпущена взамен устаревшей, лаборатория может применять ее, не проходя процедуру расширения области аккредитации. При этом обязательно предварительно в лаборатории должна быть проведена процедура оценки пригодности методики и сделано заключение об отсутствии изменений метрологических характеристик. Если в методике не указано, что она выпущена взамен предыдущей версии, можно обратиться за разъяснениями к разработчику.

В случае государственных стандартов следует руководствоваться Письмом Федеральной службы по аккредитации от 02.12.2015 г. № 47588/04-СМ о возможности применения национальных и межгосударственных стандартов, разработанных на основе (взамен) ранее действующих.

## Использованная литература:

1. Гладилович Д.Б. Флуориметрический метод контроля содержания нефтепродуктов в во-

дах // Партнеры и конкуренты. — 2001. — № 12. — С. 11–15.

2. Антонова Т.В., Вершинин В.И., Иванова В.А., Шилигин П.В. К вопросу о точности спектрофотометрических оценок суммарного содержания фенолов // Аналитика и контроль. — 2012. — т. 16. — № 4. — С. 343–349.

3. Тропынина Л.В., Карташова А.В., Жилина И.В., Романов П.В. Достоверность и информативность показателя «фенольный индекс» // Контроль качества продукции. — 2012. — № 12. — С. 27–30.

4. Разъяснения РАВВ по использованию методик выполнения измерений показателя «Фенолы (сумма)» в сточных водах. [Электронный ресурс] // Российская ассоциация водоснабжения и водоотведения. — <https://raww.ru/deyatelnost/kommentarii-i-razyasneniya-otraslevogo-zakonodatelstva/> (дата обращения: 19.09.2017).

5. Унифицированные методы исследования качества вод. Часть 1. Методы химического анализа // М.: СЭВ, 1987. — 550 с.

6. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод // М.: Химия, 1984. — 448 с.

7. Лурье Ю.Ю. Унифицированные методы анализа вод // М.: Химия, 1973. — 376 с.

8. Новиков Ю.В., Ласточкина К.О., Болдина З.Н. Методы определения вредных веществ в воде водоемов // М.: Медицина, 1981. — 376 с.

9. Ноллет Лео М.Л. Анализ воды. Справочник // СПб: Профессия, 2012. — 920 с.

10. ИТС 22.1-2016. Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям «Общие принципы производственно-экологического контроля и его метрологического обеспечения».



## Резюме

В статье затронуты вопросы только лабораторного количественного химического анализа воды. Однако на практике не всегда требуется работать по аттестованным методикам, часто применяются методы вне-лабораторного контроля, в том числе и с использованием автоматических анализаторов. В ряде случаев могут быть весьма информативны методы скрининг-анализа, особенно когда важно оценить загрязнение воды органическими веществами. Контролирующие органы и разработчики нормативной документации по качеству воды и других объектов, где применяются методики анализа воды, должны уделять больше внимания вопросам предотвращения загрязнения водных объектов, правильно формулировать требования к используемым методам и методикам исследования и ни в коем случае не обязывать применять конкретную методику.