

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ МЕТОДИЧЕСКОЙ БАЗЫ В ОБЛАСТИ АНАЛИЗА ВОДЫ

(по материалам доклада на семинаре «Вопросы аналитического контроля качества вод. Современное состояние нормативной базы», 12.04.2017)



*Н.К. Куцева,
кандидат химических наук,
начальник отдела физико-химических методов анализа
Аналитического центра ЗАО «РОСА», Москва,
kutseva@rossalab.ru*

В течение последних 20-25 лет существенно изменился подход к вопросам анализа воды. В первую очередь это связано с тем, что анализ воды был включён в сферу распространения государственного метрологического надзора и контроля. Ужесточились требования к качеству воды. При этом химический анализ стал основным способом технического контроля, выросли требования к его точности.

В связи с развитием инструментальных методов аналитической химии, автоматизацией процесса анализа при ужесточении требований к качеству воды различных типов всё большее значение приобретает методическое обеспечение количественного химического анализа.

При этом обилие нормативных требований к качеству воды создает проблему с их применением. Казалось бы, все очевидно. Аналитической лаборатории, которая занимается контролем качества воды или разрабатывает новые методики анализа, достаточно руководствоваться требованиями к компетентности лабораторий по ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 [1] и преимущественно ориентироваться на государственные и национальные стандарты. При разработке методик в первую очередь это относится к ГОСТ Р 8.563-2009 [2] и ГОСТ Р 50.2.090-2013 [3], где определены общие требования к разработке, аттестации и применению методик. Специальные требования к организации и методам контроля качества питьевой воды изложены в ГОСТ Р 51232-98 [4]. Это хотя и достаточно старый, но, тем не менее, действующий государственный стандарт, устанавливающий, в частности, требования к такому важному показателю, как нижняя граница диапазона определяемых содержаний. Согласно этому документу, она не должна превышать

0,5 ПДК (п. 4.10). Также важен ГОСТ 27384-2002 [5], регламентирующий нормы погрешности измерений состава и свойств воды. Диапазон метрологических измерений состояний и загрязнений окружающей среды в сточных, морских, поверхностных и подземных водах, а также в атмосферных осадках приведен в приказе Министерства природных ресурсов и экологии РФ от 7.12.2012 г. № 425.

Общее число действующих ГОСТ и ГОСТ Р с конкретными методиками анализа составляет порядка 50. Информация о них содержится на сайте единой базы ГОСТов РФ - «ГОСТ ЭКСПЕРТ» [7]. Следует заметить, что часть этих документов, в основном более старых, распространяется на анализ только питьевой воды.

Однако собранные в ГОСТах методики анализа воды составляют лишь незначительную долю от их общего числа. Так, крупнейшим держателем этих документов является реестр Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений Федерального Агентства по техническому регулированию и метрологии РФ (Росстандарт). Этот фонд был создан во исполнение Федерального закона от 26.06.2012 г. № 102-ФЗ. «Об обеспечении единства измерений» (ст.20) [8] и «Стратегии обеспечения единства измерений в России до 2015 г.» (п.п. 4.4.8) [9]. Методики, включенные



реестр фонда, имеют маркировку ФР. В новой «Стратегии обеспечения единства измерений в России до 2025 г.» [10] они определены как основа для установления значений показателей развития системы ОЕИ (п.п. 6.2).

В реестре фонда в разделе «Физико-химические измерения» можно найти более 600 методик ФР, связанных с анализом воды. Однако, несмотря на полноту представления, перечнем, приведенным на сайте фонда [11], пользоваться не очень удобно. Классификация здесь производится не по объектам исследования, а по сменяемым для этого методам (раздел физико-химические измерения). И в одной и той же группе оказываются методики анализа не только воды, но и почв, воздуха, сплавов и других объектов. Это сильно затрудняет поиск. Впрочем, задача значительно упрощается, если обладать информацией о названии методики или номере свидетельства её метрологической аттестации. Такие сведения являются обязательной составной частью документов ФР и могут успешно использоваться в поисковых запросах.

Еще одним крупным держателем методик анализа воды является Реестр методик количественного химического анализа и оценки состояния объектов окружающей среды, допущенных для государственного и производственного экологического контроля. Он достаточно популярен у химиков-аналитиков и включает более 200 нормативных документов, представленных

более чем 40 организациями-разработчиками. Ответственный за ведение реестра - ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» [12]. Методики, размещенные в реестре, имеют маркировку ПНД Ф. Информация о них доступна на сайте «Эколого-аналитического информационного центра - СОЮЗ» [13]. В его информационной системе используется очень удобная система поиска, все содержащиеся там методики сгруппированы по разделам:

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

За переизданием методик ПНД Ф можно следить по публикациям на Российском химико-аналитическом портале anchem.ru [14].

На сайте «Эколого-аналитического информационного центра - СОЮЗ» также можно увидеть еще целый ряд аттестованных методик анализа воды.

Прежде всего, это документы с маркировкой РД 52.24. Они объединяют методики анализа воды, разработанные Ростовским ФБУ



Ис. 1. Методики анализа воды

«Гидрохимический институт» [15] и включенные в «Федеральный перечень методик выполнения измерений, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга загрязнения окружающей среды». Область применения ограничивается оценкой состава природных и очищенных сточных вод.

Перечень РД 52.24 включает свыше 100 методик анализа воды, которые отличаются широким списком определяемых показателей, ясным изложением процедур анализа, большим разнообразием используемых методов, регулярной актуализацией. Достоинством документов является наличие в них специального раздела, позволяющего оценить затраты времени на проведение аналитических процедур. В методиках строго соблюдается принцип: один объект исследования – один используемый метод. Например, определение хлоридов можно проводить методами потенциометрии с ион-селективными электродами, меркуриметрическим и аргентометрическим титрованием, и это разные методики. Аналогично, фотометрия с 1,10-фенантролином применяется для измерения содержания $Fe_{\text{общ}}$ и Fe^{+2} . Тем не менее, по перечню РД 52.24 это тоже две самостоятельные методики.

Также на сайте «Эколого-аналитического информационного центра - СОЮЗ» можно найти перечни по анализу вод подземных (МУ 08-47, разработчики ГОУ ВПО «Томский политехнический университет», ООО «Сиб-СТРИМ», ООО «ВНПФ «ЮМХ», УНПК «Аналит») и морских (РД52.10, разработчик НПО «Тайфун», Обнинск), порядка 30 методик в каждом. 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, который постоянно актуализируется (последняя на момент написания статьи дата актуализации - 05.05.2017).

Отдельно следует упомянуть о методических указаниях Роспотребнадзора: МУК 4.1 – МУК 4.3 [17]. Таких методик порядка полсотни, и большинство из них посвящено определению конкретных веществ, в основном пестицидов, в водных средах (например, вытяжках из продукции), в том числе и в воде. Но встречаются и совершенно, казалось бы, простые, но уникальные, не имеющие аналогов документы, например, МУК 4.3.2900-11 («Измерение температуры горячей воды систем централизованного горячего водоснабжения»).

Приведенный обзор наглядно демонстрирует, что нормативных документов по выполнению анализа воды слишком много. Часто методики, основанные на одном и том же принципе метода анализа, распространяются на разные объекты, различаются по пределам определения (таблица). При этом число методик продолжает увеличиваться, а действующие - постоянно обновляются. Эти обновления публикуются, в том числе, на сайте «Эколого-аналитического информационного центра - СОЮЗ» в разделе «Об утверждении, аттестации и выходе новых редакций методик измерений в 2016-2017 годах» [17]. Дополнительную сложность создает то, что в значительной части нормативных документов требования по качеству воды имеют неоднозначные формулировки, которые сложно обеспечить методиками. Какой выход здесь можно предложить?

Прежде всего, это воспользоваться рекомендациями Росстандарта. На протяжении 2016 г. работал комитет этого агентства, который занимался разработкой справочника по наилучшим доступным технологиям. Он был опубликован

Таблица. Методики определения цианидов.

Принцип метода: фотометрия с пиридином и барбитуровой кислотой

Нормативные данные на методику выполнения измерений	Область распространения	Предел определения, мг/л
ПНД Ф 14.1:2.56	Природные, очищенные сточные воды	0,005
РД 52.24.519	Природные и очищенные сточные воды	0,005
ГОСТ Р 51680	Питьевая вода и источники хозяйственно-питьевого водоснабжения	0,01



Под названием «Общие принципы производственно-экологического контроля и его метрологического обеспечения» [18]. В частности, в этом издании содержится приложение, которое перечисляет рекомендованные методики анализа сточных вод по достаточно широкому перечню показателей, включенных в «Перечень загрязняющих веществ, в отношении которых применяются меры государственного регулирования в области охраны окружающей среды» в соответствии с Распоряжением Правительства РФ от 08.07.2015 г. № 1316 и Постановлением Правительства РФ от 13.09.2016 г. № 913.

Другой подход состоит в том, чтобы максимально точно соотнести свои возможности в области аккредитации, аттестованному измерительному оборудованию и квалификации сотрудников с областью применения методики и требуемым пределам измерений. Во многих случаях удается подобрать технологию определения показателя качества воды, отвечающую требуемой точности выполнения анализа, при этом менее трудоемкую, менее сложную и более дешевую.

Литература

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
2. ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».
3. ГОСТ Р 50.2.090-2013 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Общие требования

к разработке, аттестации и применению».

4. ГОСТ Р 51232-98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».
5. ГОСТ 27384-2002 «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств».
6. Министерство природных ресурсов и экологии РФ. Приказ от 07.12.2012 г. № 425 «Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды, и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности измерений».
7. URL: <http://gostexpert.ru/>.
8. Федеральный закон от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений». Принят Государственной Думой РФ 11.06.2008 г. Одобрен Советом Федерации РФ 18.06.2008 г.
9. Стратегия обеспечения единства измерений в России до 2015 г. Утверждена приказом Минпромторга РФ от 17.06.2009 г. № 529.
10. Стратегия обеспечения единства измерений в России до 2025 г. Утверждена распоряжением Правительства Российской Федерации от 19.04.2017 г. № 737-р.
11. URL: http://www.fundmetrology.ru/06_metod/2list.aspx.
12. URL: <http://fcao.ru/metodiki-kkha>.
13. URL: <http://center-souz.ru>.
14. URL: <http://www.anchem.ru>.
15. ФБУ «Гидрохимический институт», Ростов-на-Дону. URL: <http://www.ghi.aanet.ru/>
16. URL: <http://rospotrebnadzor.ru/>
17. URL: <http://center-souz.ru/certification-methods>
18. Общие принципы производственно-экологического контроля и его метрологического обеспечения: ИТС 22.1-2016 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. М.: Бюро НДТ, 2016. •



Эис. 2. Выбор методики выполнения измерений