

УДК 543.3

Читайте и узнаете:

- кем устанавливаются показатели состава сточных вод, сбрасываемых в ЦСВ;
- почему перечень нормируемых показателей, установленный Постановлением правительства РФ № 644, вызвал недопонимание со стороны аналитических лабораторий;
- избавит ли корректировка ПП № 644 лаборатории от необходимости предоставления судам большого количества первичных документов для подтверждения полученных результатов.

Ключевые слова:

сточные воды, контроль, лабораторный анализ, методики, нормируемые показатели, перечень загрязняющих веществ, ПДК, диапазон измерений

Практика контроля состава и свойств сточных вод

Н.К. Куцева, начальник отдела физико-химических методов анализа ЗАО «РОСА», канд. хим. наук

Обсуждается опыт применения отдельных положений Постановления Правительства № 644 «Об утверждении Правил холодного водоснабжения и водоотведения» аналитическими лабораториями в рамках контроля состава и свойств сточных вод. Затронуты вопросы использования методик аналитического контроля, в том числе для определения ряда запрещенных к сбросу веществ.

Нормирование состава сточных вод, сбрасываемых в централизованные системы водоотведения (ЦСВ), осуществляется в целях охраны водных объектов от загрязнения, а также предотвращения негативного воздействия на работу централизованной системы водоотведения.

Состав вод, сбрасываемых в ЦСВ

На протяжении двух десятилетий показатели состава сточных вод, сбрасываемых в ЦСВ, устанавливаются органами местного самоуправления или уполномоченной ими организацией водопроводно-канализационного хозяйства для охраны водных объ-

ектов от загрязнения в соответствии с Постановлением Правительства РФ № 167¹.

С 2014 г. Постановлением правительства РФ № 644² (далее — ПП РФ № 644) в целях предотвращения негативного воздействия на работу централизованных систем водоотведения определен перечень максимальных допустимых значений нормативных показателей общих свойств сточных вод и концентраций загрязняющих веществ. С этого момента АЦ «РОСА» приступил к исследо-

ванию сточных вод на соответствие требованиям, установленным данным постановлением. Перечень нормируемых показателей в тот период вызвал некоторое недопонимание со стороны аналитических лабораторий. Прежде всего это касалось наименований отдельных показателей, в частности «минерализация (плотный остаток)», «сумма азота органического и аммонийного». С одной стороны, было понятно, каким образом выполнять анализ, но с другой — в аттестованных методиках эти показатели назывались иначе.

Вопросы возникали также по возможности применения методик определения фенольного индекса для оценки содержания суммы фенолов, по расшифровке перечня веществ, входящих в группу летучих органических соединений и пр. Недопонимание было устранено достаточно быстро, хотя даже сейчас, спустя шесть лет после вступления в силу ПП РФ № 644, далеко не во всех регионах сточные воды абонентов контролируются по всем перечисленным в Постановлении показателям.

¹ Постановление Правительства РФ № 167 от 12.02.1999 г. «Правила пользования системами коммунального водоснабжения и канализации».

² Постановление Правительства РФ № 644 от 29.07.2013 г. «Правила холодного водоснабжения и водоотведения».

Испытания, измерения, анализ

Табл. 1. Максимальные допустимые концентрации загрязняющих веществ в сточных водах, мг/дм³

Показатель	Максимальная допустимая концентрация согласно ПП РФ № 644	
	1-ая редакция (2014 г.)	2-ая редакция (2016 г.)
Фенолы (сумма)	0,25	5
Сульфаты	300	1000
Алюминий	3	5
Железо	3	5
Медь	0,5	1
Мышьяк	0,01	0,05

Табл. 2. Обобщенные данные по превышению допустимых концентраций загрязняющих веществ, %

Показатель	2016 г.		Норматив, мг/дм ³ с 2017 г.	2017 г.	2018 г.
	Норматив, мг/дм ³	Частота превышений, %		Частота превышений, %	
Фенолы	0,25	1,5	5	0	0
Сульфаты	300	0,1	1000	0	0,03
Алюминий	3	2,7	5	1,2	4,4
Железо	3	12,1	5	4,6	5,3
Медь	0,5	1,6	1	0	0

Первая редакция ПП РФ № 644 действовала недолго. Уже в 2016 г. Постановлением Правительства РФ № 1134³ в документ были внесены изменения. Так, во 2-ой редакции ПП РФ № 644 из перечня контролируемых показателей в сточных водах были исключены:

- сумма азота органического и аммонийного.
- Одновременно список был дополнен новыми показателями:
- СПАВ анионные;
- полихлорированные бифенилы;
- азот общий.

Не все существующие методики анализа воды правомерно использовать для анализа сточных вод

- минерализация (плотный остаток);
- стронций;
- кратность разбавления;
- индекс токсичности;

В ряде случаев максимальные допустимые концентрации загрязняющих веществ были смягчены (табл. 1).

На основе обобщения результатов анализов проб сточных вод по ряду показателей за 2016–2018 гг. можно констатировать, что после

увеличения максимально допустимых концентраций фенолов, сульфатов и меди превышений нормативов в пробах сточных вод, поступающих на анализ в ЗАО «РОСА», практически не бывает (табл. 2).

В настоящее время Постановления Правительства РФ № 525⁴ (ПП РФ № 525) и ПП РФ № 644 также находятся в стадии пересмотра, и уже скоро их новые редакции вступят в силу.

Напрямую эти документы не касаются деятельности лабораторий, но на практике контроль состава сточных вод проводится путем их анализа, который в соответствии с действующим законодательством осуществляется юридическими лицами, индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации. В связи с этим аккредитованным лабораториям, выполняющим анализ сточных вод, следует быть готовым к предполагаемым изменениям постановлений правительства.

Методическое обеспечение аналитических работ

В России существует большое количество методик анализа воды, но не все они могут правомерно использоваться для анализа сточных вод. Особое внимание на легитимность применения методик обращается при оценке сопоставимости результатов анализов параллельных проб, отобранных в рамках контроля сточных вод абонентов на соответствие требованиям ПП РФ № 644. При этом особенно часто возникают вопросы, касающиеся:

⁴ Постановление Правительства РФ № 525 «Об утверждении Правил осуществления контроля состава и свойств сточных вод».

³ Постановление Правительства РФ № 1134 от 03.11.2016 г. «О вопросах осуществления холодного водоснабжения и водоотведения».

- области применения методики;
- пределов определения;
- значений верхних границ диапазонов определяемых содержаний;
- условий хранения проб;
- процедуры пробоподготовки (при определении металлов).

Проблемы, возникающие при оценке сопоставимости результатов анализов параллельных проб, привели к тому, что в проекте изменений ПП РФ № 525 предложено закрепить требования к применяемым методикам. В частности, нижняя граница диапазона измерений применяемой методики не должна быть выше половины нормативного значения контролируемых показателей, а верхняя граница диапазона измерений должна быть по крайней мере в два раза выше него. Результаты, полученные по методикам, не соответствующим данным требованиям, во внимание приниматься не будут. Сформулированные в проекте изменений ПП РФ № 525 требования к методикам анализа сточных вод обязывают лаборатории уже сейчас оценить корректность используемых ими методик, а разработчикам методик анализа сточной воды следует запланировать пересмотр методик в случае необходимости приведения их в соответствие с предполагаемыми требованиями.

Перечень загрязняющих веществ

Планируемые изменения ПП РФ № 644 будут связаны и с изменением перечня загрязняющих веществ. В частности, предложено конкретизировать перечень запрещенных к сбросу веществ. В действующей редакции ПП РФ

№ 644 (приложение № 4) запрещенные к сбросу вещества перечислены в общем виде (моно- и полициклические, хлорорганические, фосфорорганические, азоторганические и сероорганические вещества и пр.), что вызывает множество разногласий между организациями, отвечающими за водоотведение (как правило, водоканалами), и абонентами. Вопросы вызывает и формулировка постановления относительно норматива — *«запрещен сброс этих веществ в концентрации, превышающей более чем в 4 раза минимальную предельно допустимую*

ют бурный протест со стороны абонентов и заканчиваются многолетними судебными разбирательствами.

В проекте изменений предлагается дополнить приложение № 4 ПП РФ № 644 перечнем, включающим индивидуальные летучие хлорорганические вещества, бенз(а)пирен, нафталин, ряд моноциклических органических веществ, полихлорированные бифенилы и пр., с указанием нормативов.

Частичная конкретизация перечня запрещенных к сбросу веществ и их нормативов в какой-

После увеличения значений максимально допустимых концентраций фенолов, сульфатов и меди в сточных водах превышений нормативов в поступающих на анализ пробах практически не бывает

концентрацию, установленную для этих веществ для водных объектов». Водоканалы обычно ориентируются на значения предельно допустимых концентраций (ПДК), установленные для водных объектов рыбохозяйственного значения⁵, а также на то обстоятельство, что сброс веществ, для которых не установлены ПДК, в такие водные объекты запрещен⁶.

Конечно, платежи, начисленные за сброс незначительных количеств полиароматических углеводородов, галогенорганических веществ, фталатов и пр. вызыва-

то степени облегчит взаимопонимание между водоканалами и абонентами в вопросах правомерности применения конкретных значений нормативов, но не избавит лаборатории от необходимости предоставления судам большого количества первичных документов для подтверждения полученных результатов.

Сточные воды, в отличие от питьевых и природных, порой имеют настолько сложный состав, что для подтверждения результатов, особенно в случае превышения нормативов, приходится повторять анализы. Например, при определении летучих органических веществ в случае превышения норматива хотя бы по одному из относящихся к этой группе веществ анализ повторяется после нескольких разбавлений пробы. Хроматографический анализ

⁵ «Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения» утверждены приказом Минсельхоза России № 552 от 13.12.2016 г. (зарег. Минюстом России 45203 от 13.91.2017 г.).

⁶ Федеральный закон № 166-ФЗ от 20.12.2004 г. «О рыболовстве и сохранении водных биологических ресурсов», ст. 47 ч. 2.

экстрактов при определении фталатов и полуволетучих органических веществ проводят в двух режимах сканирования: *SIM* и *SCAN*. *SIM* режим (*Selected Ion Monitoring* — мониторинг выбранных ионов) позволяет повысить чувствительность определения по ионам, характерным для анализируемого соединения. В режиме *SCAN* (режим полного сканирования) чувствительность определения меньше, чем в *SIM*, но измерение всех ионов позволяет получить полный спектр вещества и сравнить его с библиотечным, что повышает достоверность идентификации определяемых соединений. Использование двух режимов при выполнении анализов в данном случае повышает надежность полученных результатов.

Конечно, сложности могут возникать и при определении показателей, перечисленных в приложении № 5 ПП РФ № 644. В частности, определение металлов в сточных водах требует предварительной минерализации проб, а выполнить эту процедуру с использованием обычного термического нагрева, избежав потерь некоторых металлов, затруднительно. С этой точки зрения оптимальным является применение микроволновых систем.

Проблемой на протяжении многих лет остается и определение нефтепродуктов в сточных водах. Несмотря на то, что отбор параллельных проб на нефтепродукты проводить не рекомендуется, иногда это делается. Сложность при этом состоит не только в обеспечении равномерного распределения нефтепродуктов по параллельным пробам, но и в том, какой метод анализа (ИК-спектрометрия или флуоримет-

рия) применяется, как конкретно проводится подготовка пробы в случае ИК-спектрометрии.

Подобных примеров проблем при анализе сточных вод можно привести множество, поэтому на лабораториях, выполняющих анализы стоков, лежит огром-

ная ответственность за достоверность результатов. Обучение персонала, улучшение оснащения лабораторий, обсуждение общих проблем — это основные пути реального повышения качества работы аналитических лабораторий.



Резюме

В ближайшее время вступят в силу новые редакции двух постановлений Правительства РФ — «Об утверждении Правил осуществления контроля состава и свойств сточных вод» и «Правила холодного водоснабжения и водоотведения», которые находятся в стадии пересмотра. Поэтому лабораториям целесообразно уже сейчас оценить правильность применения ими методик анализа сточных вод с учетом требований, установленных в первом, и при необходимости расширить область аккредитации, в том числе на определение запрещенных к сбросу веществ в соответствии с изменениями во втором.

TITLE: _____

The practice of monitoring the composition and properties of wastewater

AUTHOR: _____

N.K. Kutseva, Head of the Department of Physical and Chemical Methods of Analysis of JSC ROSSA, Candidate of Chemical Sciences

ABSTRACT _____

The practice of applying certain provisions of Government Decree № 644, On the approval of rules for cold water supply and sanitation, by analytical laboratories in the framework of monitoring the composition and properties of wastewater is discussed. The issues of application of analytical control methods, including for determining a number of prohibited substances for dumping, were discussed.

KEYWORDS: _____

wastewater, monitoring, laboratory analysis, methods, standard indicators, list of pollutants, limit values, measurement range

SUMMARY _____

In the near future, new versions of two decrees of the government of the Russian Federation will come into force — On approval of rules for monitoring the composition and properties of wastewater and Rules for cold water supply and sanitation, which are under review. Therefore, it is advisable for laboratories to assess the correctness of the application of waste water analysis methods by these documents, taking into account the requirements established in the first, and if necessary, expand the scope of accreditation, including the definition of prohibited substances for discharge in accordance with the changes in the second.