

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

В.И.Панева

Уральский НИИ метрологии
620219, Екатеринбург, Красноармейская, 4

Хозяйственная деятельность человека всегда была сопряжена с воздействием на окружающую среду. Все ускоряющееся развитие химической и других отраслей промышленности, широкое применение ископаемого сырья, расширение использования различных видов транспорта, в первую очередь автомобильного, сопровождаются поступлением в окружающую среду больших количеств различных химических соединений. Это заставляет считаться с возможностью возникновения неблагоприятных последствий: нарушений нормальной жизнедеятельности биосферы, изменение климата, снижение урожайности сельскохозяйственных культур, ухудшение здоровья населения.

Защите окружающей среды от возрастающего действия химических веществ антропогенного характера уделяется все большее внимание во всем мире. В нашей стране и за рубежом издаются природоохранные законы, разрабатываются безотходные технологические процессы, внедряются системы замкнутого водооборота, строятся сооружения для улавливания и очистки газов, коммунальных и промышленных стоков и т.п.

Панева Вера Ивановна - заведующая отделом сертификации веществ и аккредитации лабораторий, заведующая лабораторией метрологического обеспечения аналитического контроля Уральского НИИ метрологии. Кандидат технических наук, старший научный сотрудник, заслуженный метролог России.

Область научных интересов: разработка научных и организационных основ метрологического обеспечения аналитического контроля и сертификационных испытаний веществ и материалов.

В основе всех мероприятий по предотвращению или снижению загрязнения окружающей среды лежит контроль за содержанием вредных веществ. Контроль необходим для получения информации об уровне загрязнения, а также об источниках выбросов, причинах и факторах, определяющих загрязнение.

Контроль показателей загрязненности осуществляют службы многих министерств и ведомств, контрольные лаборатории отдельных предприятий и организаций.

Система государственного экоаналитического контроля (ЭАК) сформирована на базе сети государственных территориальных органов, включающей 224 специализированных инспекций государственного экологического контроля и анализа (СИГЭКА), действующих на территории России. Задача системы - обеспечить необходимый и достаточный контроль состава вод, воздушно-го бассейна, почв и отходов в соответствии с установленной номенклатурой нормируемых показателей для перечисленных сред и объектов.

Результаты такого контроля являются первичной информацией, на основе которой должны приниматься природоохранные решения и предъявляться санкции за нарушение уста-

новленных природоохранных нормативов и показателей. Помимо этого, получаемая в результате ЭАК вторичная информация позволяет оценить эффективность и качество проводимых природоохранных мероприятий.

Принятие решений по результатам оценки состояния загрязненности объектов окружающей среды, реализация экономических механизмов охраны природы базируются на системе количественной информации экоаналитического контроля, от достоверности которого зависят обоснованность и действенность принимаемых мер. Учитывая, что мероприятия по защите окружающей среды от выбросов производств, как правило, требуют больших экономических затрат, которые, в ряде случаев, могут достигать 40-50 % от стоимости основного производственного строительства [1], очевидны высокие требования к качеству экоаналитического контроля и его надежности.

В соответствии с Законом Российской Федерации "Об обеспечении единства измерений" деятельность по осуществлению экоаналитического контроля подпадает под сферу распространения государственного метрологического контроля и надзора. Это означает, что возможность получения отрицательных последствий за счет недостоверных результатов измерений, состояние метрологического обеспечения системы экоаналитического контроля взяты под контроль государства.

Обобщая накопленный в стране опыт как в части результатов рассмотрения общегосударственных, отраслевых нормативных документов и метрологической экспертизы свыше тысячи природоохранных методик количественного анализа, так и на основе практической аттестации методик аналитического контроля, а также испытаний средств измерений показателей загрязненности объектов окружающей среды, представляется обоснованным вывод: метрологическое обеспечение системы экоаналитического контроля нуждается в совершенствовании [2,3].

В основе оценок загрязненности объектов окружающей среды лежит система предельно-допустимых концентраций (ПДК). При этом достижение оптимального качества окружающей среды, а, следовательно, минимального уровня ее загрязнения возможно только в сочетании этого показателя с нормативами выбросов вредных веществ - предельно допустимых выбросов (ПДВ) и предельно-допустимых сбросов (ПДС)

В настоящее время документами различного уровня (правилами, инструкциями, руководства-

ми, сборниками и т.д.) установлены и утверждены ПДК более чем для 1,5 тыс. химических элементов и соединений. Однако действующая система ПДК (ПДВ, ПДС) охватывает далеко не полный перечень загрязняющих веществ, подлежащих контролю. Так, по данным Всемирной организации здравоохранения, в промышленной практике используется до 500 тысяч химических соединений, из которых около 40 тысяч обладают вредными для человека свойствами, а 12 тысяч являются токсичными. Применительно к существующему перечню ПДК следует отметить недостаточную обоснованность их нормирования: величины ПДК разработаны в основном для "чистых" форм химических соединений, в то время как в реальных объектах эти соединения находятся большей частью в связанном состоянии в виде комплексов или гидратов и обладают совершенно иными свойствами: во всех документах, устанавливающих ПДК, отсутствует регламентация норм погрешности результатов анализа показателей на уровне ПДК.

Обоснованно нормируемые ПДК должны формировать требования к точности контроля показателей загрязненности и регламентировать необходимый уровень метрологического обеспечения контроля состояния окружающей среды.

Для контроля показателей загрязненности объектов окружающей среды, регламентируемых ПДК, привлекается обширный круг методик, в основе которых лежат методы, как ик-масс- и ЯМР-спектроскопия, комбинационное рассеяние света, полярография, хроматография (газовая, жидкостная, газо-жидкостная с использованием различных селективных детекторов, включая масс-спектрометрический), спектрофотометрия, флуориметрия, атомная абсорбция, нейтронная активация и ряд других.

Анализ методик, используемых СИГЭКА и производственными экоаналитическими лабораториями, проведенный УНИИМ, показал, что они охватывают менее 60 % показателей, подлежащих контролю в соответствии с требованиями ПДК. Недостаточно обеспечены методическим материалом и методы определения "следовых" количеств веществ и химических соединений на фоновом уровне. Концентрация фоновых соединений может на порядок превышать концентрацию определяемых, в связи с чем общепринятые методики анализа во многих случаях не обеспечивают достоверного определения требуемых соединений. Действующие методики, как правило, ориентированы на определение 1-2 соединений, причем для одного соединения могут применять-

ся разнообразные методики, основанные на различных физико-химических методах. Использование набора таких методик вызывает необходимость оснащения лабораторий широким кругом приборов. Более 40 % применяемых методик базируются на методах анализа с использованием морально устаревшего аналитического оборудования, хотя в практике исследований научных учреждений нашей страны находят применение различные прогрессивные методики контроля, являющиеся результатом оригинальных научных разработок, конкурентноспособные с зарубежными методиками. Однако их стандартизация и внедрение в систему природоохранного аналитического контроля сдерживается уровнем отечественного экологического приборостроения, которое в целом ряде случаев не удовлетворяет современным требованиям ни по номенклатуре серийно выпускаемых приборов, ни по функциональным возможностям и эксплуатационным характеристикам. В то же время методики, ориентированные на использование зарубежных СИ, зачастую не удовлетворяют требованиям ГОСТ Р 8.563 [4].

К наиболее типичным недостаткам методик количественного химического анализа (КХА), снижающим их метрологический уровень, относятся [5]:

- отсутствие в большинстве методик норм погрешности измерений либо характеристик погрешностей, гарантируемых при применении методик КХА;

- некорректность способов оценивания характеристик погрешностей, устанавливаемых в документах, регламентирующих методики КХА (на основе непредставительных выборок, по данным оценивания лишь сходимости либо воспроизводимости измерения, без учета влияния сопутствующих компонентов, без применения образцовых средств и др.), что не позволяет судить о фактической погрешности получаемых результатов;

- назначение области применения методики без указания диапазонов мешающих компонентов;

- отсутствие метрологических требований к приготовлению градуировочных смесей и растворов, образцам для контроля, использование для этих целей неаттестованных веществ (реактивов);

- несоответствие правил построения и изложения документов на методики количественного анализа требованиям основополагающего стандарта системы ГСИ: ГОСТ Р 8.563.

Сложность процесса измерений показателей

состава веществ, наличие стадии подготовки пробы к анализу, влияние матрицы и физико-химических факторов пробы приводят к необходимости для обеспечения уверенности в результатах анализа не только устанавливать характеристики их погрешности на стадии разработки методики, но и обеспечивать при реализации методики подконтрольность всей процедуры анализа, а не только контроль правильности работы используемых средств измерений.

В связи с этим для обеспечения требуемого уровня точности в процессе рабочих измерений методика анализа должна содержать алгоритм контроля точности получаемых результатов, который предусматривает описание процедуры контроля, указание нормативов контроля, взаимовязанных с нормами погрешности, либо иметь ссылку на документ, регламентирующий систему контроля точности результатов в сети лабораторий. Однако во всех действующих методиках анализа, разработанных до 1985 г. и применяемых в настоящее время, процедуры оперативного контроля точности результатов анализа отсутствуют. И лишь в ряде методик предусмотрен алгоритм контроля воспроизводимости, но и в этом случае назначение нормативов контроля не всегда обоснованно (по данным 5-10 результатов параллельных определений).

Довольно низкий метрологический уровень применяемой НД, ориентация на разработку и использование аналитических приборов нового поколения (универсальных многоканальных анализаторов, приборов непрерывного контроля на базе универсальных лазерных методов, переносных приборов индивидуального пользования на основе малогабаритных селективных датчиков-сенсоров и т.д.) приводят к необходимости пересмотра имеющихся аналитических методик, разработки новых, более чувствительных методик анализа с использованием средств современной техники для обеспечения контроля всех показателей с утвержденными ПДК, включая фоновый мониторинг: расширения круга элементов и надежного их определения на уровне ПДК; стандартизации методик, внедрения международных стандартов ИСО (например, для контроля качества вод - стандартов ИСО ТК-147) и гармонизации с ними национальных стандартов, совпадающих по объектам контроля.

Начавшаяся с 1990 г. активизация работ ряда институтов Госстандарта в области разработки и аттестации методик природоохранного аналитического контроля (ГП "ВНИИМ им. Д.М. Менделеева", ВНИИМС), научно-методическая и прак-

тическая деятельность УНИИМ по аттестации широкого круга методик*¹ привели к созданию банка аттестованных методик, регламентирующих более совершенные методы анализа и более широкий спектр анализируемых показателей.

Большое внимание внедрению в практику государственного экоаналитического контроля, ответственность за функционирование которого возложена на территориальные СИГЭКА, уделяет Государственное управление аналитического контроля (ГУАК) при Госкомэкологии России.

С 23.09.95г. введен в действие Государственный реестр методик количественного химического анализа и оценки состояния объектов окружающей среды, допущенных для государственного экологического контроля и мониторинга. Ведение реестра осуществляет ГУАК Госкомэкологии России. Обязательным условием для внесения методик в Реестр является их метрологическая аттестация одним из государственных научных метрологических центров (ГМНЦ) Госстандарта России или заключение о метрологической экспертизе ГМНЦ, если методика разработана и аттестована вне рамок ГМНЦ. При этом аттестация методики может быть проведена только организацией, аккредитованной в соответствии с ПР 50.2.013-97 на этот вид деятельности. В настоящее время в Государственный реестр внесено более 180 методик КХА. При отсутствии в лабораториях оборудования, необходимого для внедрения внесенных в Госреестр методик, а также при контроле показателей состава, не обеспеченных внесенными в Госреестр методиками, временно допущено использование ранее внедренных в лаборатории методик анализа, при условии, если характеристики погрешности их измерений не превышают значений норм погрешности, установленных в соответствующих государственных стандартах. Накопленный опыт по аттестации МВИ поставил назревшим вопрос о пересмотре государственных стандартов, устанавливающих нормы погрешностей измерений показателей загрязненности в объектах окружающей среды (ГОСТ 27384-87, ГОСТ 17.2.4.02-81, РД 52.04-59, ГОСТ 17.4.3.03-85).

Основу для пересмотра ГОСТ 27384-87 и ГОСТ 17.4.3.03.85 создают предложения по установлению норм погрешности измерений для 136 показателей загрязненности вод и 30 показателей загрязненности почв, разработанные УНИИМ в

рамках темы "Разработка научных основ нормирования точности измерений приоритетных показателей загрязненности объектов окружающей среды", выполняемой по заданиям МНТП "Фундаментальная метрология" [6].

Требуют совершенствования и разработки алгоритмы оценивания метрологических характеристик методик экоаналитического контроля, в первую очередь - предназначенных для измерения показателей атмосферного воздуха и промвыбросов. Определенные рекомендации содержатся в МИ 2336-96 [7]. Необходимость учета погрешностей отбора проб, процедур концентрирования и разбавления выдвигает задачу реализацию новых методических подходов и схем решения. Программой совершенствования государственного экоаналитического контроля, составленной ГУАК Госкомэкологии России по согласованию с ГНМЦ Госстандарта России, предусмотрен перечень НД, требующих первоочередной разработки, направленных на повышение метрологического уровня методик ЭАК и внедрение в практическую деятельность экспрессных и несложных методов комплексной оценки качества (тест-методы, тест-системы).

Не менее важен вопрос о создании единой в стране нормативной базы экоаналитического контроля и мониторинга объектов окружающей природной среды, что требует объединения усилий специально уполномоченных органов различных природоохранных ведомств (Госкомэкология России, МЧС России, Минздрав России (Госсанэпиднадзор), Минсельхозпрод России, Росгидромет и т.п.), так как практически для целей измерений ими используются одни и те же или близкие по сути МВИ, но имеющие различную процедуру узаконения и допуска к применению. Инициативу подготовки такого Соглашения, при поддержке Федерального экологического фонда, взяло на себя ГУАК Госкомэкологии России. В настоящее время проект Соглашения о взаимодействии и сотрудничестве в работах по созданию единой нормативной базы аналитического контроля объектов окружающей среды находится в стадии подписания участниками Соглашения.

Достоверность контроля показателей загрязненности требует надежного метрологического обеспечения всех средств измерений (СИ), предусмотренных к применению МВИ. В соответ-

*¹ Разработаны программы аттестации и выполнена практическая аттестация свыше 800 методик контроля показателей загрязненности объектов окружающей среды (контроль содержания техногенных металлов, фосфатов, фенолов, полиароматических углеводородов в ПАВ, нефтепродуктов, пестицидов и др. в пробах вод, суши, донных отложений, отходов, атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны).

ствии с установленным законодательством порядком, все используемые в природоохранной деятельности СИ должны пройти Государственные испытания с целью утверждения типа и затем, в процессе эксплуатации, проходить поверку. При этом методика, предусматривающая применение СИ, должна быть аттестована ГНМЦ или организацией, аккредитованной на этот вид деятельности, и внесена в Государственный реестр, если предназначена для целей государственного экологического контроля. В связи с этим разработчики аналитических приборов и комплексов, применяемых в ЭАК, наряду с испытанием СИ и разработкой соответствующих методик поверки СИ, активизировали деятельность по целенаправленной разработке соответствующих аттестованных методик анализа. Причем, эта тенденция характерна не только для отечественных производителей СИ, но и поставщиков СИ зарубежных фирм.

Для контроля загрязнений окружающей среды используют свыше 90 типов приборов, метрологическое обеспечение которых может быть эффективно осуществлено на основе СО, из них 35 типов - для непосредственного измерения контролируемых показателей (первая группа СИ) и свыше 60 типов аналитических приборов универсального назначения (вторая группа СИ). Анализ метрологического обеспечения двух групп приборов показал, что существует определенное различие в вопросах их поверки и градуировки.

К первой группе отнесены газоанализаторы, рН-метры, титраторы, анализаторы, концентратомеры, мутномеры, солемеры. Шкалы этих приборов, как правило, проградуированы в единицах контролируемых показателей, и процедура поверки обеспечивает правильность их измерений.

Применяемые для их поверки средства - поверочные газовые смеси, буферные растворы, поверочные растворы на основе чистых газов, стандарт-титров, чистых веществ и реактивов по своему метрологическому назначению играют роль СО, хотя и не являются ими (за исключением серийно выпускаемых ГСО-ПГС, для которых созданы и внедрены эффективные методы передачи размеров единиц содержания компонентов от первичных эталонных мер [8]). Для большинства таких средств поверки, кроме поверочных газовых смесей и буферных растворов, характеристики погрешности не установлены, что не позволяет оценивать качество поверки. Для повышения эффективности поверки СИ данной группы необходим перевод указанных поверочных средств в ранг СО. В свою очередь, это потребует расши-

рения номенклатуры аттестованных чистых газов, аттестации методик приготовления поверочных средств, разработки и аттестации СО чистых веществ, необходимых для аттестации стандарт-титров, непосредственного приготовления поверочных растворов, контроля качества веществ гарантированной чистоты, служащих для приготовления поверочных растворов.

Приборы второй группы - кондуктометры, нефелометры, рефрактометры, полярографы, фотокolorиметры, хроматографы, фотометры, спектрографы, спектрофотометры, масс-спектрометры и т.п. - являются измерителями физических свойств контролируемых объектов, функционально связанных с концентрацией определяемых элементов и требуют индивидуальной градуировки применительно к конкретной аналитической задаче, устанавливаемой методикой. Поверка таких приборов гарантирует правильность их работы только как измерителей определенных физических величин. Для обеспечения же требуемой точности измерений концентраций определяемых компонентов необходимо проверять подконтрольность всей процедуры анализа.

Поверку приборов второй группы осуществляют при помощи образцовых мер (например, с использованием набора нейтральных светофильтров для колориметров, набора рефрактометрических призм для рефрактометров), стандартных образцов (СО водных растворов для полярографов), поверочных смесей веществ стабильного состава (для хроматографов), непосредственным сличением поверяемого прибора с образцовым (для кондуктометров). Чтобы полностью охватить поверкой СИ данной группы во всем диапазоне их действия и повысить ее эффективность были проведены работы по организации серийного производства СО водных растворов с аттестованным содержанием ионов металлов, по аттестации ряда новых СО для поверки полярографов.

Отметим, что в целом поверка СИ второй группы проводится удовлетворительно. За небольшим исключением средствами градуировки данных СИ служат градуировочные смеси и растворы, для приготовления которых используют химические реактивы и чистые вещества. Практика показывает, что методики приготовления таких смесей, как правило, не аттестованы, а качество используемых химических реактивов далеко не всегда позволяет получать результаты измерений с требуемой точностью. В данной ситуации наиболее эффективен перевод указанных градуировочных средств в ранг СО. Такой вариант был реализован при создании СО для контроля мик-

розэлементов в поверхностных водах и металлов в аэрозолях. К сожалению, для большинства компонентов невозможно создание градуировочных растворов в виде СО из-за их нестабильности. В этом случае наиболее приемлемым остается путь жесткой регламентации и аттестации методик приготовления поверочных и градуировочных смесей и растворов и создания СО чистых веществ, необходимых как для непосредственного приготовления градуировочных растворов, так и для контроля качества веществ гарантированной чистоты, используемых для этой цели.

Разработанные в ГНМЦ Госстандарта установки высшей точности создают реальную основу для метрологически грамотной аттестации широкого круга чистых веществ и возведения их в ранг СО (например, [9]). Однако создание СО чистых веществ требует кооперации усилий ГНЦ и организаций химического комплекса.

Учитывая, что аттестованные методики предусматривают проведение оперативного контроля точности получаемых результатов, аналитическая общественность всё упорнее поднимает вопрос обоснованности проведения поверки СИ универсального назначения при их эксплуатации (в первую очередь - хроматографов и хромато-масс-спектрометров). Это обусловлено учетом экономических аспектов поверки, внедрением в практику деятельности лабораторий их аккредитации, последующего инспекционного контроля, процедур метрологического надзора за аттестованными МВИ.

Госстандартом создана рабочая группа по выработке рекомендаций по поверке СИ универсального назначения. Представляется возможным при положительных результатах грамотно функционирующей в аккредитованной^{*)} лаборатории системы контроля точности результатов анализа, получаемых по аттестованной методике, отказаться от периодической поверки СИ, прибегая к ней лишь в случаях выявленных недочетов в процессе инспекционного контроля или при государственном метрологическом надзоре за деятельностью аккредитованной лаборатории. Требуют решения и вопросы, выдвинутые перед Госстандартом Госкомэкологии России о создании региональных центров поверки СИ на базе служб Минэкологии. Аккредитация этих служб на право поверки СИ (таких как ротаметры от аспираторов, пневмометрические трубки, БЖ-тесторы, электроаспираторы, ряд типов импортных хроматографов, газоанализаторов и

т.п.) позволила бы исключить перевозку приборов из регионов в Санкт-Петербург, что привело бы к существенной экономии средств на поверочные работы.

Отсутствие в рамках системы государственного экологического контроля централизованной поставки экоаналитических приборов и комплексов создает определенные сложности в приобретении СИГЭКА приборов и зачастую приводит к покупке ими некачественного оборудования, непригодного для государственного экоаналитического контроля, или во многих случаях лишенного необходимого методического обеспечения. В связи с этим ГУАК Госкомэкологии России предусматривает разработку документа, регламентирующего процедуру поступления на сеть СИГЭКА информации о проведенных испытаниях конкретных СИ и возможности их применения для целей государственного экологического контроля.

Эффективной формой совершенствования ЭАК и повышения достоверности его результатов может явиться оснащение экоаналитических лабораторий новым видом измерительных систем - химико-аналитическими комплексами (ХАК) [10].

Под ХАК следует понимать стандартизованную, с учетом комплексности составляющих элементов, систему, включающую аппаратное, методическое, метрологическое обеспечение, подсистемы обеспечения расходными материалами, обучения персонала, постгарантийного обслуживания и пр., что позволяет ХАК обеспечивать гарантию получения достоверных результатов применительно к решающим задачам аналитического контроля, а аналитической лаборатории дает возможность аккредитоваться по номенклатуре объектов и показателей, отвечающих области применения ХАК.

Работы по созданию и внедрению первых в стране ХАК для экоаналитического контроля осуществляет НПО "Химавтоматика" совместно с "Аналит Инвест".

Для организации серийного выпуска и повсеместного внедрения ХАК в практику государственного экоаналитического контроля методология проведения испытаний ХАК с целью утверждения типа и внесения в государственный реестр лицензирования производителей подлежит дополнительному рассмотрению и согласованию в установленном порядке.

Испытания СИ, их последующая поверка, ат-

^{*)} В Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров)

тестация и стандартизация методик выполнения измерений являются необходимыми, но недостаточными условиями получения результатов с требуемой точностью в процессе текущих измерений. Необходимость обеспечения гарантии качества результатов ЭАК потребовала разработки и внедрения в практическую деятельность природоохранных лабораторий системы контроля качества получаемых результатов анализа. При этом наряду с внутрилабораторным контролем для оценки реального качества измерений, выполняемых лабораторией, предусматривают проведение внешнего контроля. В зависимости от решаемых задач, структуры погрешности измерений, установленной на стадии аттестации методики, наличия средств контроля, могут быть использованы различные формы и алгоритмы контроля [11-13]:

1) внутрилабораторный оперативный контроль (ВОК) сходимости, воспроизводимости, точности с использованием: образцов для контроля - стандартных образцов (СО) по ГОСТ 8.315 и аттестованных смесей (АС) по МИ 2334-95, рабочих проб с известной добавкой определяемого компонента, рабочих проб, разбавленных в определенном отношении с известной добавкой, с применением другой аттестованной методики;

2) внутрилабораторный статистический контроль (ВСК) - выборочный статистический контроль воспроизводимости, точности по альтернативному признаку, воспроизводимости, правильности - по количественному признаку, периодическая проверка подконтрольности процедуры выполнения анализа;

3) внешний контроль, проводимый в отдельно взятой лаборатории с использованием алгоритмов проведения внутрилабораторного контроля;

4) внешний межлабораторный контроль, реализуемый в виде контрольных межлабораторных проверок (с использованием алгоритмов оперативного контроля) или в виде межлабораторных сравнительных испытаний.

ВОК осуществляют на основе результатов контрольных измерений, выполненных для отдельно взятой контрольной процедуры (например, основной и повторный анализ рабочей пробы). Контрольные процедуры согласно ГОСТ Р 8.563 должны быть зарегистрированы в документах на методики анализа.

ВОК выполняет функции предупредительно-контрольного и служит для принятия оперативных мер в ситуациях, когда погрешности (составляющие погрешности) измерений, выполняемых при контроле, не соответствуют нормативу, взаи-

моувязанному с приписанной (допускаемой) характеристикой погрешности результатов анализа (или ее составляющих) и установленному для соответствующего алгоритма контроля.

В качестве норматива контроля принимают численное значение, являющееся критерием для признания характеристики погрешности (составляющей погрешности) результатов анализа соответствующей либо несоответствующей установленным требованиям.

ВСК, основанный на выборочной проверке части результатов анализа, проводят с целью оценки реального качества результатов анализа рабочих проб, выполненных за контролируемый период, и эффективного управления этим качеством.

Внешний контроль проводят территориальные органы государственных служб контроля и надзора, в т.ч. органы государственной метрологической службы, аккредитующие органы, метрологические службы юридических лиц и т.п. с целью обеспечения доверия к аналитической информации лабораторий, осуществляющих экоаналитический контроль за загрязнением и состоянием объектов окружающей среды.

Взаимоувязка элементов системы контроля должна базироваться на реализации таких принципов, как комплексность, профилактичность, экономичность и быть ориентирована на предупреждение возникновения некачественных результатов анализов.

Внедрение в практику деятельности экоаналитических лабораторий аттестованных МВИ привело к организации в лабораториях оперативного контроля. В целом ряде аккредитованных лабораторий начаты работы по проведению ВСК и контроля метрологических характеристик используемых методик методом проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа. Программой совершенствования государственного экологического контроля, разработанной ГУАК Госкомэкологии России, предусмотрена разработка документов, регламентирующих организацию и проведение внутрилабораторного и внешнего контроля качества результатов экоаналитического контроля с учетом рекомендаций МИ 2335-96 [14] и специфики выполнения измерений показателей загрязненности в различных объектах окружающей среды.

Реализация программ метрологической аттестации методик, обеспечение единообразия используемых в этих методиках средств измерений (испытания, градуировка, поверка), внедрение систем контроля точности результатов измере-

ний при реализации методик требуют разработки и внедрения широкого парка образцовых средств измерений в виде веществ и материалов. Эффективность применения таких образцовых средств измерений зависит от их адекватности объектам исследования, что связано со спецификой аналитических измерений, обусловленной тем, что определенный компонент распределен в матрице пробы и химически связан с компонентами матрицы. Компоненты матрицы пробы, ее физико-химические свойства, могут оказывать влияние на результаты измерений и на значения показателей их точности. Эти обстоятельства определяют широкое использование в качестве образцовых средств измерений стандартных образцов (СО).

Внедрение СО в практику измерений позволяет обеспечить метрологический контроль за всеми стадиями получения измерительной информации, начиная от разработки, аттестации и стандартизации методик измерений, включая метрологическое обеспечение используемых приборов, и кончая процедурой контроля их практического применения. Именно это делает правомерным рассмотрение СО как метрологической основы измерений показателей загрязненности объектов окружающей среды, т.е. основным звеном в системе метрологического обеспечения

контроля экологической безопасности, на базе которого могут быть внедрены остальные ее элементы.

Сложность централизованного создания СО с установленным для них сроком действия метрологических характеристик и обеспечения заинтересованных организаций такими СО привели в ряде случаев к использованию в практике выполнения метрологических операций смесей веществ с установленными (по процедуре приготовления) содержанием контролируемых компонентов и характеристиками их погрешности аттестованных смесей (АС), которые готовят непосредственно на месте применения по аттестованной методике.

Целесообразность и эффективность метрологического обеспечения контроля состояния окружающей среды на основе СО признана многими странами.

В настоящее время в Государственный реестр средств измерений (раздел "Стандартные образцы") внесено около 9000 типов стандартных образцов, которые могут быть использованы для метрологического обеспечения экоаналитического контроля [15]. В таблице представлена номенклатура разработанных типов ГСО (по состоянию на 1.12.1998 г.).

Государственные стандартные образцы для целей экологического мониторинга

Объект анализа	Контролируемые показатели	Количество типов ГСО
1 Атмосферный воздух, промвыбросы	1. Токсичные газы и летучие органические компоненты	590
	2. Тяжелые металлы	7
2 Почва, илы, донные отложения, осадочные породы	1. Агрехимические показатели	30
	2. Тяжелые металлы	40
	3. Радиоактивные элементы	27
3 Природные воды	1. Неорганические катионы и анионы	250
	2. Поверхностно-активные вещества	5
	3. Нефтепродукты	2
	4. Мутность	1
Стандартные образцы состава чистых веществ и их растворов:		
	1. Пестициды	51
	2. СПАВ	4
	3. Фенолы и хлорфенолы	5
	4. Органические соединения	16
	5. ПАУ	2
	6. Хлор- и фтордиоксины	5

По степени адекватности объектам анализа СО для экоаналитических целей можно разделить на две группы:

1) СО на естественной основе с естественным или искусственно повышенным уровнем содержания показателей загрязненности;

2) СО, представляющие собой химические вещества гарантированной чистоты и их растворы.

К первой группе относятся около 700 типов государственных стандартных образцов (включая 590 типов стандартных образцов состава газовых смесей). Основной метрологической функцией этих образцов является аттестация методик анализа и контроля точности получаемых результатов, т.к. СО на естественной основе, адекватные по своему составу объектам окружающей среды, могут непосредственно являться объектами анализа при определении какого-либо показателя загрязненности. Примерами подобных образцов являются ГСО состава почв, илов и осадочных отложений, ГСО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице, а также ГСО ионно-солевого состава природных вод.

Вторую группу составляют СО чистых веществ и их растворов. По существу, это вещества, являющиеся загрязнителями объектов окружающей среды в результате техногенной деятельности человека. Примерами подобных образцов являются ГСО состава растворов ионов металлов и неметаллов, ГСО состава пестицидов, растворы радионуклидов, токсичные органические вещества. Основной функцией СО, отнесенных к второй группе, является градуировка средств измерений. Наряду с этим СО второй группы могут быть использованы в качестве добавок в естественную анализируемую матрицу при аттестации методик анализа и контроле точности получаемых результатов.

Номенклатура стандартных образцов для экоаналитических целей, выпускаемых в России, позволяет практически полностью обеспечить анализ природной и очищенной сточной воды на содержание неорганических ионов и большей части органических загрязнителей. Отсутствуют стандартные образцы состава тригалометанов, хлорированных этиленов и ряда супертоксикантов типа полихлорированных дибензо-диоксинов и фуранов.

Значительно хуже обеспечены стандартными образцами такие объекты анализа, как атмосферный воздух, промышленные выбросы, почва, отходы. В основном это объясняется специфическими особенностями данных объектов анализа.

К сожалению, разработанные типы СО (за исключением СО состава газовых смесей) не всегда получают правовое закрепление в соответствующей НД на методики анализа, в связи с чем даже в тех случаях, когда СО разработаны для поверки или градуировки СИ довольно часто применяют смеси, растворы, для приготовления которых используют химические реактивы, чистые вещества, погрешность установления которых не определена и методики приготовления которых не аттестованы. Кроме того, при разработке СО не учитываются интересы всех заинтересованных организаций, занимающихся природоохранной деятельностью, часто ограничиваются разработкой лишь разовых партий, не налажено производство СО состава чистых веществ требуемой номенклатуры, методы аттестации СО далеки от совершенства. Особо актуальной является проблема аттестации все расширяющейся номенклатуры СО состава органических веществ (пестицидов, хлорорганических соединений и других подобных высокотоксичных веществ). Для ее решения требуются фундаментальные исследования по созданию уникальных высших метрологических звеньев на базе новейшей аналитической техники и методологии.

Учитывая роль СО в системе метрологического обеспечения контроля экологической безопасности, межотраслевой характер проблемы, необходимо решение вопросов на государственном уровне о координации деятельности и объединении усилий заинтересованных ведомств, организаций по созданию СО и их серийному производству. Формы организации работ могут быть различны: на договорных началах, при доле участия, на уровне инновационных государственных программ. Должен быть определен перечень организаций, как входящих в структуру ГССО, так и из числа органов по экологической сертификации, на которые следует возложить организацию работ по анализу состояния измерений для определения потребностей в СО и формированию программ актуальных и перспективных разработок СО. Задачу разработки программы обеспечения государственными стандартными образцами экоаналитического контроля параметров сточных и природных вод, атмосферы, промышленных выбросов, воздуха, почв поставило ГУАК Госкомэкологии России.

Внедрение с 1.07.98 г. межгосударственного стандарта 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения" создает правовую основу для обеспечения надлежащего развития работ в сфе-

ре компетенции ГССО. В целях обеспечения надлежащего качества СО предстоит развернуть работы по лицензированию деятельности по выпуску или продаже ГСО утвержденных типов, аккредитации метрологических служб организаций на право проведения проверки технической документации на тип СО и метрологической экспертизы документации на СО, инспекционному контролю за деятельностью аккредитованных и лицензированных организаций. Важным моментом является разработка нормативной документации, регламентирующей требования к метрологическим характеристикам СО, предназначенным для целей экологического мониторинга, а также рекомендаций по применению подобных образцов для различных метрологических целей. В деятельности ГССО системе государственного экоаналитического контроля должно быть отведено одно из центральных мест.

Обеспечению требуемой достоверности ЭАК способствует активно развернувшиеся в последние пять лет работы по аккредитации экоаналитических лабораторий. Основная задача аккредитации - установить техническую компетентность лабораторий в проводимых исследованиях. Аккредитация экоаналитических лабораторий осуществляется в соответствии с требованиями и в порядке, установленном руководящим документам Госстандарта "Система аккредитации аналитических лабораторий (центров)" и с учетом разработанных в его развитие документов: "Аттестация специализированных инспекций аналитического контроля Министерства охраны окружающей среды и природных ресурсов Российской Федерации и аккредитация экоаналитических лабораторий" и "Аккредитация лабораторий, выполняющих измерения в области мониторинга состояния и загрязнения окружающей природной среды".

Особенностью Системы аккредитации аналитических лабораторий является то, что данная Система рассматривается как элемент Государственной системы обеспечения единства измерений, что нашло свое отражение в Правилах Системы, при этом, применительно к экоаналитическим лабораториям эти Правила учитывают и то, что деятельность экоаналитических лабораторий подпадает под сферу государственного метрологического контроля и надзора.

Согласно правилам Системы аккредитацию органов по аккредитации экоаналитических лабораторий Госстандарт проводит во взаимодействии с ГУАК Госкомэкологии. В свою очередь органы по аккредитации аккредитуют экоанали-

тические лаборатории с представителями территориальных подразделений Госкомэкологии. При этом правами аккредитации лабораторий, осуществляющих государственный экоаналитический контроль, а также выполняющих анализы на контрактной основе, по договорам наделены лишь три органа Системы: УНИИМ, ГП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева", ГУАК Госкомэкологии.

По состоянию на 1 апреля 1999 года аккредитовано 225 экоаналитических лабораторий, среди них:

40 специализированных инспекций Госкомэкологии;

16 лабораторий Росгидромета;

25 лабораторий МП "Водоканал";

5 центров Госсанэпиднадзора.

Обязательным этапом аккредитации является экспериментальная проверка качества выполнения аналитических измерений с использованием шифрованных проб и заданных планов контроля, проводимая как на стадии аккредитации лабораторий, так и в процессе инспекционного контроля.

При проведении проверок наряду со схемами внутрилабораторного оперативного контроля широко применяют метод проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа, а в последнее время - алгоритмы межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ). Предусматривается МСИ использовать в качестве основного механизма проведения инспекционного контроля аккредитованных экоаналитических лабораторий. Для активного внедрения МСИ запланировано проведение работ по разработке методических схем и приемов проведения МСИ, технических средств (образцов для контроля) для проверки технической компетентности лабораторий, выполняющих однотипные анализы, создание сети компетентных органов (координаторов), аккредитованных на проведение экспериментальной проверки технической компетентности групп лабораторий, объединенных по областям деятельности, с правом узаконения образцов, если они специально разрабатываются для проведения МСИ в процессе инспекционного контроля аккредитованных лабораторий.

Опыт практической деятельности структурных элементов Системы, разрабатываемые положения и правила по проведению аккредитации в Российской Федерации, переход на новый порядок узаконения средств измерений, внедряемая аккредитация оснащенных ХАК лабораторий, расширение видов исследований (количественный химический анализ, идентификация

объектов, биотестирование и т.п.), резкое увеличение перечня аккредитующих органов и отсутствие должной координации их деятельности вызывают необходимость разработки, координации и уточнения с последующим закреплением на уровне нормативных документов Системы целого ряда положений и процедур, необходимых

для эффективного функционирования системы аккредитации экоаналитических лабораторий, которая по сути стала инструментом внедрения и отслеживания функционирования элементов метрологического обеспечения ЭАК и в какой-то мере процессом его управления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Люблина Е.И. и др. Возможности расчета ориентировочных безопасных уровней воздействия (ОБУВ) органических веществ по доступным физико-химическим константам и параметрам острой токсичности // Некоторые вопросы экспериментальной промышленной токсикологии. М.: Медицина, 1977. С.28-44
2. В.И.Панева и др. Анализ метрологического обеспечения на основе СО контроля состояния окружающей природной среды // Обзорная информация. М.: ВНИИКИ, 1983. Вып.1.
3. Панева В.И. Метрологические аспекты анализа объектов окружающей среды // Всероссийская конференция "Экоаналитика-94": Тезисы докладов
4. ГОСТ Р 8.563 ГСИ. Методики выполнения измерений
5. Панева В.И. Метрологическое обеспечение системы сертификации в области питьевой воды // Аналитика и контроль. 1997. № 2. С.19-32
6. Панева В.И., Кочергина О.В., Авербух А.И. К вопросу нормирования точности измерений показателей загрязненности объектов окружающей среды (вод, почв) // Всероссийская конференция "Экоаналитика-96": Тезисы докладов
7. МИ 2336-95 ГСИ. Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания. НВПП "ОРМЕТ". Екатеринбург
8. Козлов М.Г., Конопелько Л.А., Нежиковский Г.Р. Государственная поверочная схема для СИ содержания компонентов в газовых средах // Измерительная техника. 1990. № 7
9. Проскурников А.А., Левченко Ю.Н. и др. Метрологическое обеспечение титрометрических измерений на основе СО состава чистых веществ // Измерительная техника, 1985. № 2
10. Попов А.А. и др. Образ современного эколого-аналитического приборно-методического комплекса // Системы эколого-аналитического контроля в действии. М.:1994. Из-во "Фолиум",
11. Панева В.И., Авербух А.И. и др. Методы контроля точности результатов измерений химического состава веществ и материалов // Метрологическое обеспечение измерений. Выпуск 2 (ВНИИКИ). Москва, 1989.
12. Панева В.И., Пономарева О.Б. Контроль качества результатов количественного химического анализа. Экологическая химия. СПб.:Теза, 1995. № 4(2).
13. Paneva V.I., Ponomareva O.B.. Quality assurance in analytical measurement // J. Accreditation and Quality Assurance. 1999. V4, №5.
14. МИ 2335-95 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. НВПП "ОРМЕТ". Екатеринбург
15. Леонов В.В., Семенко Н.Г., Горяева Л.И. Роль стандартных образцов в системе экологического мониторинга. Первая международная конференция // Интернациональные и национальные аспекты экологического мониторинга: Тезисы докладов. Санкт-Петербург, 1997

* * * * *