

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

ООО «Мобильная экологическая лаборатория»  
по результатам экспертизы методик, используемых  
для мониторинга загрязнения поверхностных вод суши

На экспертизу представлены методики:

ПНД Ф 14.1:2.54-96 Методика выполнения измерений массовой концентрации свинца в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом с дити-зоном (издание 2004 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.95-97 Методика измерений содержаний кальция в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом (издание 2016 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.98-97 Методика измерений общей жёсткости в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом (издание 2016 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.99-97 Методика измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом (издание 2017 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.4.121-97 Методика выполнения измерений pH в водах потенциометрическим методом (издание 2004 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.4.123-97 Методика выполнения измерений биохимической потребности в кислороде после n-дней инкубации (БПКполн.) в поверхностных пресных, подземных (грунтовых), питьевых, сточных и очищенных сточных водах (издание 2004 г.);

ПНД Ф 14.1:2.3.4.242-2007 Методика измерений свободной и общей щелочности в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах методом потенциометрического титрования (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.4-95 Методика измерений массовой концентрации нитрат-ионов в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с салициловой кислотой (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.36-95 Методика выполнения измерений массовой концентрации бора в пробах природной, питьевой и сточной воды флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат 02» (издание 2010 г.)

ПНД Ф 14.1:2.4.50-96 Методика измерений массовой концентрации общего железа в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.111-97 Методика измерений массовой концентрации хлорид-ионов в питьевых, поверхностных и сточных водах меркуриметрическим методом (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.112-97 Методика измерений массовой концентрации фосфат-ионов в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с молибдатом аммония (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.128-98 Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных, питьевых, сточных вод на анализаторе жидкости «Флюорат-02» (издание 2012 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.154-99 Методика измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом (издание 2012 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.158-2000 Методика измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных (АПАВ) в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02» (издание 2014 г.);



ПНД Ф 14.1:2.4.182-2002 Методика измерений массовой концентрации фенолов (общих и летучих) в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02» (издание 2010 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.207-04 Методика выполнения измерений цветности питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом;

ПНД Ф 14.1:2.4.210-05 Методика выполнения измерений химического потребления кислорода (ХПК) в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом (издание 2013 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.215-06 Методика измерений массовой концентрации кремнекислоты (в пересчете на кремний) в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом в виде желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты (издание 2011 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.254-2009 Методика измерений массовых концентраций взвешенных веществ и прокаленных взвешенных веществ в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом (издание 2012 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.257-10 Методика измерений массовой концентрации меди в пробах природных, питьевых сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «ФЛЮОРАТ-02»;

ПНД Ф 14.1:2.4.261-2010 Методика выполнения измерений массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом (издание 2015 г.);

ПНД Ф 14.1:2.4.276-2013 Методика измерений массовой концентрации аммиака и аммоний-ионов в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Несслера.

Рассмотрев представленный перечень методик анализа поверхностных вод суши, Гидрохимический институт считает возможным его согласование в полном объеме для анализа очищенных сточных вод, а также поверхностных вод суши в случае аварийных (чрезвычайных) ситуаций. Для целей мониторинга загрязнения поверхностных вод суши с последующей передачей данных в Единый государственный фонд данных о состоянии окружающей природной среды в соответствии с постановлением Правительства РФ от 14 февраля 2000 г. № 128, расчета фоновых концентраций, либо для передачи экспериментальных данных другим организациям по договорам для расчета фоновых концентраций, разрешается использовать только методики, перечисленные в приложении к данному заключению с учетом приведенных ограничений.

Методика ПНД Ф 14.1:2.4.4-95 неселективна и недостаточно чувствительна. При действии концентрированной серной кислоты на выпаренную пробу, содержащиеся в ней органические вещества осмоляются, образуя окрашенные в желтый и желто-коричневый цвет соединения, окраска которых может идентифицироваться как нитраты. ПНД Ф 14.1:2.4.4-95 разрешается применять только для концентраций нитрат-ионов свыше  $2 \text{ мг/дм}^3$ . Для определения более низких концентраций нитратов наиболее подходящими являются РД 52.24.523-2009 «Методика выполнения измерений массовой концентрации нитратов в водах фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил) этилендиаминадигидрохлоридом после восстановления в кадмиевом редукторе» и РД 52.24.528-2012 «Массовая концентрация нитратов в водах. Методика измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил) этилендиаминадигидрохлоридом после восстановления сульфатом гидразина».

Из-за недостаточной чувствительности и селективности методика определения железа ПНД Ф 14.1:2.4.50-96 с сульфосалициловой кислотой может использоваться только при достаточно высоком содержании железа ( $> 1 \text{ мг/дм}^3$ ). При более низ-



ких концентрациях следует применять определение с 1,10-фенантролином по РД 52.24.358-2006 «Массовая концентрация железа общего в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с 1,10-фенантролином».

ПНД Ф 14.1:2:4.158-2000 недостаточно селективна. Методику можно применять при условии, что получаемые с ее помощью результаты будут менее  $0,1 \text{ мг/дм}^3$ , в противном случае следует использовать более селективную РД 52.24.368-2006 «Методика выполнения измерений массовой концентрации анионных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в водах экстракционно-фотометрическим методом».

ПНД Ф 14.1:2:4.182-02. При анализе природных вод допускается использовать методику определения летучих фенолов с предварительной отгонкой из объема пробы не менее  $200 \text{ см}^3$ .

ПНД Ф 14.1:2:4.210-05. Не допускается использовать пластиковую посуду при отборе проб воды.

Определение меди по ПНД Ф 14.1:2:4.257-10 допустимо проводить только после фильтрования пробы через мембранный фильтр. Фильтрование через бумажный фильтр недопустимо.

Просим обратить внимание, что при определении металлов и представлении данных в Госфонд следует четко разграничивать определяемые формы – растворенную, взвешенную, валовую. Обязательным является представление данных по содержанию растворенной формы металла. Это связано с тем, что существующие ПДК в основном разработаны для растворенной формы металла и соотносить их с валовым содержанием, как часто делают, некорректно. Растворенной принято считать часть соединений металла, отфильтрованных через фильтр со средним размером пор  $0,45 \text{ мкм}$  как можно быстрее после отбора пробы, причем фильтрование необходимо независимо от того, выглядит проба мутной или прозрачной. Недопустимо при определении растворенных форм консервировать нефильтрованую пробу с последующим фильтрованием перед анализом. В случае, если анализ не будет проведен в день отбора, пробу сразу после фильтрования консервируют кислотой.

Для определения валовой (т.е. суммы растворенных и взвешенных форм) используется нефильтрованная проба.

Главный метролог  
канд. хим. наук



А.А. Назарова

Заведующий лабораторией методов и  
технических средств анализа вод,  
канд. хим. наук



Ю.А. Андреев

СОГЛАСОВАНО  
Директор ФГБУ «ГХИ»

  
М.М. Трофимчук  
«05» февраля 2018 г.

Перечень методик, допускаемых к использованию

ООО «Мобильная экологическая лаборатория» при мониторинге загрязнения поверхностных вод суши с последующей передачей информации в Единый государственный фонд данных о состоянии окружающей природной среды

Определяемый показатель	Шифр НД	Аттестованный диапазон измеряемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	Примечание
Свинец*	ПНД Ф 14.1:2.54-96 (издание 2004 г.)	От 0,002 до 0,03 включ.	—
Бор	ПНД Ф 14.1:2.4.36-95 (издание 2010 г.)	От 0,05 до 5,0 включ.	—
Железо общее*	ПНД Ф 14.1:2.4.50-96 (издание 2011 г.)	От 0,05 до 10 включ.	Разрешается помещать в Госфонд данные при содержании железа свыше 1,0 мг/дм <sup>3</sup> . При содержании растворенного железа в пробах преимущественно ниже этого значения следует использовать определение железа с о-фенантролином
Кальций	ПНД Ф 14.1:2.3.95-97 (издание 2016 г.)	От 1,0 до 2000 включ.	—
Нитрат-ион**	ПНД Ф 14.1:2.4.4-95 (издание 2011 г.)	От 0,10 до 100 включ.	Применять только для концентраций нитрат-ионов свыше 2 мг/дм <sup>3</sup>
Жесткость	ПНД Ф 14.1:2.98-97 (издание 2016 г.)	От 0,1 до 50 °Ж	—
Гидрокарбонаты	ПНД Ф 14.1:2.99-97 (издание 2017 г.)	От 10,0 до 1200 включ.	—
Хлорид-ионы	ПНД Ф 14.1:2.4.111-10 (издание 2010 г.)	От 10 до 10000 включ.	—
Фосфат-ион**	ПНД Ф 14.1:2.4.112-97 (издание 2011 г.)	От 0,05 до 80,0 включ.	—
ХПК	ПНД Ф 14.1:2.4.210-2005 (издание 2013 г.)	От 10 до 30000 включ.	Отбор проб только в стеклянную посуду
Водородный показатель	ПНД Ф 14.1:2.3:4.121-97 (издание 2004 г.)	От 1 до 14 ед. pH	—
БПК <sub>5</sub>	ПНД Ф 14.1:2.3:4.123-97 (издание 2004 г.)	От 0,5 до 300,0 включ.	—
Нефтепродукты	ПНД Ф 14.1:2.4.128-98 (издание 2012 г.)	От 0,005 до 50,0 включ.	—
Окисляемость перманганатная	ПНД Ф 14.1:2.4.154-99 (издание 2012 г.)	От 0,25 до 100,0 включ.	—



Определяемый показатель	Шифр НД	Аттестованный диапазон измеряемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	Примечание
АПАВ	ПНД Ф 14.1:2:4.158-2000 (издание 2014 г.)	От 0,025 до 100 включ.	Применять при условии, что получаемые результаты будут менее 0,1 мг/дм <sup>3</sup>
Фенолы	ПНД Ф 14.1:2:4.182-2002 (издание 2010 г.)	От 0,0005 до 25,0 включ.	С отгонкой из объема пробы не менее 200 см <sup>3</sup>
Цветность	ПНД Ф 14.1:2:4.207-04 (издание 2004 г.)	От 1 до 500 град. цветности	—
ХПК	ПНД Ф 14.1:2:4.210-2005 (издание 2005 г.)	От 10 до 30000 включ.	—
Кремний	ПНД Ф 14.1:2:4.215-2006 (издание 2011 г.)	От 0,5 до 16 включ.	—
Общая и свободная щелочность	ПНД Ф 14.1:2:3:4.242-2007 (издание 2011 г.)	От 0,005 до 10 мг-экв./дм <sup>3</sup>	—
Взвешенные вещества	ПНД Ф 14.1:2:4.254-2009 (издание 2012 г.)	От 0,5 до 5000 включ.	—
Медь*	ПНД Ф 14.1:2:4.257-10	От 0,0005 до 5 включ.	Использование бумажных фильтров недопустимо
Аммиак и ионы аммония**	ПНД Ф 14.1:2:4.276-2013	От 0,1 до 100 включ.	—

\* При определении металлов и представлении данных в Госфонд следует четко разграничивать определяемые формы – растворенную, взвешенную, валовую. Растворенной принято считать часть соединений металла, отфильтрованную через фильтр с размером пор 0,45 мкм как можно быстрее после отбора пробы. После фильтрования, при необходимости, проба может быть законсервирована кислотой.

\*\* При определении ионов аммония, нитратов, фосфатов и представлении данных в Госфонд следует выражать результаты в пересчете соответствующий элемент, т.е. на азот, фосфор.