



---

**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ  
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**УТВЕРЖДАЮ**  
Заместитель Председателя  
Государственного комитета РФ  
по охране окружающей среды  
\_\_\_\_\_ А.А. Соловьянов  
21 марта 1997 г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**  
**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**  
**МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ**  
**В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД**  
**ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 14.1:2.122-97**

**Методика допущена для целей государственного экологического контроля**

**Москва 1997 г.**  
**(издание 2004 г.)**

**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа (КХА) проб природных и очищенных сточных вод для определения в них содержания жиров гравиметрическим методом при массовых концентрациях от 0,5 до 50,0 мг/дм<sup>3</sup>.

**1. ПРИНЦИП МЕТОДА**

Метод определения массовой концентрации жиров основан на извлечении последних органическим растворителем из анализируемой пробы воды (при рН > 2) и последующим количественном гравиметрическом определении.

**2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ**

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.



Таблица 1

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>г</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>Р</sub> , %
от 0,5 до 1,0 вкл.	30	9	12
св. 1,0 до 10,0 вкл.	18	5	7
св. 10,0 до 50 вкл.	11	3	4

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

#### 3.1. Средства измерений и вспомогательные оборудование

Весы лабораторные, 2 класса точности, ГОСТ 24104.

Цилиндры 2-500;

2-1000, ГОСТ 1770.

Воронка ВД-3-1000;

ВД-3-2000 ХС, ГОСТ 25336.

Колбы конические К-250-ТХС, ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые 3, 4, 5, ГОСТ 9147.

Стаканчики для взвешивания (бюксы), ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета, ГОСТ 25336.

Экстракционные патроны

Холодильник, ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный типа СНОЛ или аналогичного типа.

Колбы мерные наливные 2-100-2;

2-150-2, ГОСТ 1770.

Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1678.

Фильтры обезжиренные, ТУ 6-09-1705.

Бутылы из стекла с притертыми пробками вместимостью 2000 - 3000 см<sup>3</sup> для отбора и хранения проб.

#### 3.2. Реактивы и материалы

Петролейный эфир, (т. кип. 40 - 70 °С, плотность 1,59 г/см<sup>3</sup>)

Кислота соляная, ГОСТ 3118.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233.

Натрий серноокислый, безводный, ГОСТ 4166.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Песок просеянный, промытый и прокаленный.

Все реактивы должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.



#### 4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

4.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

#### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой гравиметрического анализа.

#### 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха ( $20 \pm 5$ ) °С;

атмосферное давление (84,0 - 106,7) кПа (630 - 800 мм. рт. ст);

относительная влажность ( $80 \pm 5$ ) %;

напряжение сети ( $220 \pm 10$ ) В;

частота переменного тока ( $50 \pm 1$ ) Гц.

#### 7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб»<sup>(\*)</sup>.

ПНД Ф 14.1:2.122-97 <sup>(\*)</sup> *Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.*

##### 7.1. Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной, затем 3 - 4 раза дистиллированной водой.

##### 7.2. Отбор и хранение проб воды

Пробы воды, объемом не менее 2000 см<sup>3</sup>, отбирают в бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Пробу сразу после отбора экстрагируют органическим растворителем (диэтиловый эфир, петролейный эфир). Если определение жиров в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2 - 4 см<sup>3</sup> экстрагента на 1 дм<sup>3</sup> воды. Сорбированные на стенках жиры должны быть смыты органическим растворителем и объединены с пробой. Законсервированные пробы можно хранить при температуре 3 - 5 °С не более 72 часов.

При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

должность, фамилию отбирающего пробу, дата.

#### 8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации жиров в пробах природных и сточных вод выполняют следующие операции.

8.1. Пробу воды объемом 500 - 1000 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку. Анализируемый раствор должен иметь рН > 2. Перед экстракцией в него вводят 2 - 3 г хлорида натрия. Если разделение слоев после экстракции проходит плохо, количество



прибавляемого хлорида натрия увеличивают. Экстрагентом служит петролейный эфир. Экстракцию проводят 2 - 3 раза (время проведения экстракции 1 - 2 мин) порциями по 20 - 25 см<sup>3</sup> органического растворителя, обмывая им стенки всех применяемых стеклянных сосудов: делительной воронки, склянки, в которой была проба. Экстракты объединяют и сушат прокаленным сернокислым натрием не менее 30 минут\*.

\* Иногда при использовании петролейного эфира экстракт получается мутным. В этом случае экстракт переносят в мерную колбу, пропуская через смоченный петролейным эфиром фильтр, и промывают остаток на фильтре тем же растворителем.

**8.2.** Затем экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, сернокислый натрий промывают 3 порциями по 3 см<sup>3</sup> органическим Растворителем, которые присоединяют к экстракту. Разбавляют используемым ранее органическим растворителем до метки и перемешивают. Отобрав аликвотную порцию экстракта, переносят ее в предварительно взвешенный бюкс и осторожно удаляют органический растворитель нагреванием, в конце при 100 - 105 °С, после чего взвешивают бюкс.

Взвешивание продолжают до получения постоянной массы.

По п. 9 находят содержание всех экстрагированных веществ.

Другую аликвотную порцию экстракта пропускают через колонку с оксидом алюминия и находят содержание нефтепродуктов.

**8.3.** При анализе сильно загрязненных сточных вод рекомендуется следующая предварительная обработка пробы. 500 см<sup>3</sup> пробы воды (рН > 2) помещают в фарфоровую или стеклянную чашку, прибавляют 30 г предварительно прокаленного и охлажденного песка, перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток количественно переносят на бумажный фильтр «синяя лента» или в экстракционный патрон, помещают в аппарат Сокслета, заливают эфиром и проводят экстракцию в течение 3 - 4 часов. Далее поступают так, как описано в п. 8.2, перенося экстракт в мерную колбу.

## 9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Содержание экстрагированных веществ  $X'$  (мг/дм<sup>3</sup>) находят по формуле:

$$X' = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times 1000}{V_1 \times V},$$

где  $m_1$  - масса бюкса с остатком после удаления экстрагента, мг;

$m_2$  - масса пустого бюкса, мг,

$V_1$  - объем аликвотной порции экстракта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - вместимость мерной колбы с экстрактом, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем пробы, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

Содержание жиров ( $X$ , мг/дм<sup>3</sup>) находят по разности содержаний экстрагированных веществ и нефтепродуктов.

За результат анализа  $X_{cp}$  принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r (X_1 + X_2)/200, \quad (1)$$

где  $r$  - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.



Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности  $P = 0,95$ 

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,5 до 1,0 вкл.	25
св. 1,0 до 10,0 вкл.	14
св. 10,0 до 50 вкл.	8

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности  $P = 0,95$ 

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,5 до 1,0 вкл.	34
св. 1,0 до 10,0 вкл.	20
св. 10,0 до 50 вкл.	11

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

## 10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа  $X_{cp}$  в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X_{cp} \pm \Delta$ ,  $P = 0,95$ , где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$ . Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X_{cp} \pm \Delta_l$ ,  $P = 0,95$ , при условии  $\Delta_l < \Delta$ , где

$X_{cp}$  - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_l$  - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

*Примечание.* При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

## 12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной прецизионности, погрешности).

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



**Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода разбавления**

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_x = |2X_{cp}' - X_{cp}|$$

где  $X_{cp}$  - результат анализа массовой концентрации жиров в экстракте, разбавленном в два раза, - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9;

$X_{cp}'$  - результат анализа массовой концентрации жиров в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{4\Delta_{x_{cp}}^2 + \Delta_{x_{cp}'}^2}$$

где  $\Delta_{x_{cp}}$ ,  $\Delta_{x_{cp}'}$  - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации жиров в разбавленной пробе и в исходной пробе соответственно.

*Примечание.* Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_l = 0,84\Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \tag{2}$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение  
(рекомендуемое)

**Форма записи результатов анализа**

Проба	Наименование компонента	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			Фактическое	Допускаемое	
1	2	3	4	5	6
		1. 2. среднее.			

**СОДЕРЖАНИЕ**

Область применения

1. Принцип метода
2. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих



3. Средства измерений, вспомогательные оборудование, реактивы и материалы
    - 3.1. Средства измерений и вспомогательные оборудование
    - 3.2. Реактивы и материалы
  4. Условия безопасного проведения работ
  5. Требования к квалификации операторов
  6. Условия выполнения измерений
  7. Отбор и хранение проб воды
    - 7.1. Подготовка посуды для отбора проб
    - 7.2. Отбор и хранение проб воды
  8. Выполнение измерений
  9. Обработка результатов анализа
  10. Оформление результатов анализа
  12. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории. 5
- Приложение. Форма записи результатов анализа