НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

СУУНУН САПАТЫ

Сыноолорду тандоо. 1-Бөлүк. Программаларды түзүү жана сыноолордун жолдору боюнча жетекчилик

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб

(ISO 5667-1:2006, IDT)

Издание официальное

Кыргызстандарт

Бишкек

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. В области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Национальным институтом стандартизации и метрологии Кыргызской Республики

ВНЕСЕН Управлением стандартизации

2 ПРИНЯТ приказом НИСМ от 16 апреля 2009 г. № 35-СТ

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 5667-1:2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1.Руководство по составлению программ и методик отбора проб.

Стандарт был подготовлен Техническим комитетом ISO/ТК 147 *Качество воды* Подкомитетом (ПК)6 *Отбор проб (общие методы)* совместно с Техническим Комитетом CEN/TC 230, *Анализ воды*

4 ВВЕДЕН впервые

© Кыргызстандарт, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Кыргызстандарта

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Термины и определения 1

4 Общие меры безопасности 2

5 Составление программ отбора проб 3

6 Характеристики и условия, влияющие на отбор проб 6

7 Отбор проб воды специфических типов 7

8 Время и частота отбора проб 9

9 Измерения потока и ситуации, обосновывающие измерения потока для целей определения качества воды 12

10 Методы взятия образцов 15

11 Пробоотборное оборудование 17

12 Пробоотборное оборудование для определения физических или химических характеристик 19

13 Исключение загрязнения 23

14 Транспортировка и хранения проб на станции или в лаборатории 24

15 Идентификация проб и регистрация 25

Приложение А Диаграммы, иллюстрирующие типы периодических и непрерывных проб 26

Библиография 28

Подписано в печать 24.08.2009. Усл. печ.л.3,72.
Формат 60x84/8 Заказ 68. Тираж 30.
Кыргызстандарт, 720040, г. Бишкек, ул. Панфилова, 197

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

СУУНУН САПАТЫ

Сыноолорду тандоо. 1-Бөлүк. Программаларды түзүү жана сыноолордун жолдору боюнча жетекчилик

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб

Water quality. Sampling. Part 1:Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques

Дата введения с 2009-10-01

1 Область применения

Настоящая часть ISO 5667 устанавливает общие принципы обеспечения руководства по составлению программ и методик отбора проб, охватывая все аспекты отбора проб воды, включая сточные воды, осадки, стоки и донные отложения.

Данная часть не включает детальные инструкции, касающиеся специфических ситуаций отбора проб, которые рассмотрены в других частях ISO 5667. Кроме того, она не включает микробиологический отбор проб, который охватывает ISO 19458 [23].

2 Нормативные ссылки

В стандарте использована ссылка на следующий документ, обязательный для применения настоящего стандарта:

ГОСТ 30813-2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения.

3 Термины и определения

Исходя из назначения настоящего документа, применимы термины и определения, приведенные в ГОСТ 30813 и нижеследующие.

3.1 периодический отбор проб

periodic sampling

процесс взятия образцов при фиксированных интервалах, которые могут зависеть от времени, объема или потока

3.2 регионально-профильный отбор проб

area profile sampling

процесс взятия образцов в выбранном месте на определенной площади с учетом других параметров (например, времени, глубины), выдерживаемых, насколько это возможно, постоянными

3.3 глубинно-профильный отбор проб

depth profile sampling

процесс взятия образцов на выбранном глубине на определенном месте с учетом других параметров (например, времени, потока), выдерживаемых, насколько это возможно, постоянными.

Издание официальное

4 Общие меры безопасности

Исключительно обширный диапазон условий, отмечаемых при отборе проб водных тел и донных отложений, может быть сопряжен с рядом рисков для безопасности и здоровья лиц, производящих такой отбор. Меры предосторожности должны быть приняты для того, чтобы исключить вдыхание токсичных газов и проникновение токсичных материалов через нос, рот и кожу. Лица, ответственные за составление программ и проведение операций отбора проб, должны принять меры к тому, чтобы персонал, производящий отбор проб, был ознакомлен с необходимыми мерами предосторожности, которых следует придерживаться в ходе операций взятия образцов.

Внимание обращается на требования национальных и/или региональных постановлений по безопасности и охране здоровья.

ПРИМЕЧАНИЕ Может возникнуть необходимость в принятии мер предосторожности против несчастных случаев. Более специальные ситуации рассмотрены в 5.3.

Погодные условия должны учитываться для обеспечения безопасности персонала и оборудования; важно, чтобы спасательные жакеты и спасательные тросы были надеты при отборе проб больших масс воды. Перед отбором проб вод, покрытых льдом, следует тщательно проверить местоположение и протяженность тонкого льда. При использовании автономного, подводного, дыхательного оборудования или другого оборудования для погружения в воду с целью обеспечения его безопасности необходимо всегда проверять и поддерживать в технически исправном состоянии в соответствии с надлежащими международными или национальными стандартами.

Лодки или платформы, используемые при отборе проб, должны поддерживаться в устойчивом состоянии. На всех водах должны быть приняты меры предосторожности в отношении коммерческих и рыболовецких судов, например, корректные сигнальные флажки должны быть установлены для обозначения характера проводимой работы.

Где возможно, следует избегать небезопасных участков, например, нестабильных берегов рек. Если это не представляется возможным, подобная работа должна проводиться группой людей, соблюдающих соответствующие меры предосторожности, а не одним человеком. Где возможно, отбор проб должен осуществляться с мостов как альтернатива береговому отбору, если только состояние берега не является отдельным предметом выборочного обследования.

Безопасный доступ к участкам отбора проб при всех погодных условиях важен при частом и повседневном отборе. Где это целесообразно, должны быть приняты меры предосторожности на случай возникновения дополнительных естественных рисков, например, наличия флоры и фауны, представляющей угрозу безопасности и здоровью персонала.

Опасные материалы, например, бутыли, содержащие концентрированные кислоты, должны быть маркированы надлежащим образом.

Если приборы или другие единицы оборудования подлежат установке на берегу реки для отбора проб, следует избегать участков, подверженных затоплению или вандализму, или принять соответствующие меры предосторожности.

Во время взятия проб воды возникают многочисленные ситуации, когда для исключения несчастных случаев необходимо принимать специальные меры предосторожности. Например, отдельные промышленные сточные воды могут содержать коррозионные, токсичные или воспламеняемые материалы. Также не следует упускать из виду потенциально опасные факторы, связанные с контактом со стоками; эти факторы могут выражаться в газообразном, микробиологическим, вирусологическом или зоологическом воздействии, например, через посредство амеб и гельминтов.

Газозащитное оборудование, дыхательные аппараты, аппараты для форсированной искусственной вентиляции легких и другое оборудование обеспечения безопасности должно находиться в наличии, когда рабочему персоналу предстоит работать на участках, содержащих в атмосфере опасные вещества. Кроме того, перед проникновением персонала на закрытые участки, должна быть измерена концентрация кислорода или любого возможного токсичного или удушающего пара или газа.

В ходе взятия проб пара или горячих сбросов необходимо соблюдать особую осторожность; в этих условиях должны использоваться общепризнанные методы взятия образцов, связанные с устранением возможных опасных ситуаций.

Обращение с радиоактивными пробами требует особую осторожность, и следует строго придерживаться установленных специальных методов.

Использование электрического пробоотборного оборудования в воде или вблизи воды может быть связано со смертельным риском поражения электрическим током. Методики проведения работ, характер местности и техническое оснащение должны изучаться и планироваться таким образом, чтобы свести к минимуму эти риски.

5 Составление программ отбора проб

5.1 Общее

Когда определению подлежат большие объемы воды, донных отложений или осадков, обычно невозможно исследовать эти массы в целом, и, следовательно, необходимо брать их пробы.

Пробы отбирают и исследуют, главным образом, по следующим причинам:

a) для определения концентрации соответствующих физических, химических, биологических и радиологических параметров в пространстве и времени;

b) в отношении донных отложений – для получения визуальной индикации их характера;

c) для оценки потока материала;

d) для оценки трендов во времени и в пространстве;

e) на предмет соответствия или достижения соответствующих критериев, стандартов или целей.

Программы отбора проб, результатом которых являются оценки сводных статистических данных и трендов, должны разрабатываться таким образом, чтобы в полной мере учитывать аспекты статистической ошибки выборочного обследования и методик, с помощью которых эти ошибки определяются в количественном отношении и каким образом они используются для принятия решений.

Отобранные пробы должны быть (насколько это возможно) типичными для всей массы, и все меры предосторожности должны быть приняты для гарантии (насколько это возможно) того, что данные пробы не подвергнуться изменениям в интервал времени между из отбором и анализом (см. ISO 5667-3 [3] относительно дополнительного руководства). Взятие проб многофазовых систем, например, воды, содержащей взвешенные твердые частицы, или несмешивающиеся органические жидкости, может быть связано со специфическими проблемами, и в таких случаях следует обращаться к специалистам (см. Раздел 6).

5.2 Общие цели при составлении программ отбора проб

Перед тем, как приступать к разработке программы отбора проб, важно тщательно установить цели данной программы, так как они являются основными факторами определения положения мест отбора проб, частоты отбора проб, продолжительности отбора проб, методик отбора проб, последующей обработке проб и аналитических требований. Степень точности и прецизионности, необходимая для оценки концентраций качества воды, должна также приниматься во внимание, равно как и способ, в соответствии с которым полученные результаты должны быть выражены и представлены, например, как концентрация массовых нагрузок, максимальные и/или минимальные значения, средние арифметические, медианные значения и т.д. Программа отбора проб должна разрабатываться таким образом, чтобы с ее помощью можно было оценить ошибки в тех значениях, на которые могли бы оказать влияние статистическая ошибка выборочного обследования и ошибки химического анализа.

Дополнительно должен быть составлен список параметров, представляющих определенный интерес, и выявлен соответствующий ряд аналитических процедур, к которым можно было бы обратиться, поскольку они могли бы привести рекомендации по мерам предосторожности, соблюдаемым при отборе проб и последующей работе с ними. (Общее руководство по обработке проб приводится в ISO 5667-3 [3].)

Часто возникает необходимость в проведении предварительного отбора проб и в аналитической программе до того, как будут определены конечные цели. Важно принять к сведению все соответствующие данные предыдущих программ для одних и тех же местоположений или другую информацию, относящуюся к локальным условиям. Накопленный ранее личный опыт работы с аналогичными программами или в подобных ситуациях, может оказаться весьма ценным при первоначальном составлении новой программы. Достаточные временные усилия и денежные ассигнования в составление надлежащей программы отбора проб - хорошее помещение капитала, который позволит гарантировать, что требуемая информация окажется как эффективной, так и экономичной; отказ от надлежащего исполнения этого аспекта может обусловить отказ программы в достижении поставленных целей и/или привнести к чрезмерным затратам времени и денег.

Можно выделить три следующие общие цели (они рассмотрены более подробно в 8.2, 8.3 и 8.4):

– измерения контроля качества на установках по переработки воды или сточных вод, проводимые для выработки решений о введении краткосрочных корректирующих действий в отношении технологического процесса;

– измерения по определению качества, проводимые для оценки качества (возможно как часть научно-исследовательского процесса), с целью выявления и измерения перспективных производственных показателей относительно регулятивных показателей в плане долгосрочного контроля или индикации долгосрочных трендов;

– идентификация и контроль источников загрязнения.

Назначение программы можно изменять с определения качества на контроль качества и наоборот. Например, долгосрочная программа определения параметров нитратов может быть преобразована в краткосрочную программу контроля качества, требующую более частого взятия проб в то время, как концентрация нитратов приближается к критическому значению.

Ни одно отдельно взятое исследование взятых проб не может отвечать всем вероятным целям. Следовательно, важно, чтобы узкоспециальные программы взятия проб были оптимизированы с учетом конкретного назначения, а именно:

a) для определения пригодности воды для предполагаемого использования и, если необходимо, для оценки каких-либо требований к ее обработке и контролю, например, исследование применения буровой воды для целей охлаждения, подачи в бойлеры или технологических целей, или, в случае если это вода из природного источника, – ее применение в качестве возможного источника воды для потребления человеком;

b) для изучения влияния удаляемых отходов, включая аварийные разливы, на приемники-водоемы;

c) для оценки эксплуатационных характеристик и контроля станций очистки сточных вод и установок для переработки промышленных отходов, например:

1) для оценки колебаний и долгосрочных изменений в загруженности очистных станций,

2) для определения эффективности каждой стадии технологического процесса,

3) для получения данных качества очищенной воды,

4) для контроля концентрации очищенных веществ, включая те, которые могут представлять опасность здоровью человека или которые могут сдерживать бактериологический процесс,

5) для контроля веществ, которые могут повредить продукт производства или оборудование;

d) для изучения влияния потоков пресной и соленой воды на условия эстуария с целью получения информации о характере смешивания и ассоциируемой стратификации при изменении приливов и потока пресной воды;

e) для идентификации и количественного определения продуктов, потерянных в результате производственных процессов; эта информация требуется в тех случаях, когда оценке подлежит продуктовый баланс и когда измерению подлежат сбросы сточных вод;

f) для установления качества бойлерной воды, парового конденсата и другой оборотной воды, с целью оценки пригодности для данного установленного назначения;

g) для контроля работы промышленных систем охлаждения воды; это позволит оптимизировать использование воды и одновременно минимизировать проблемы, ассоциируемые с образованием окалины и коррозии;

h) для изучения влияния атмосферных примесей на качество дождливой воды; это позволит получить ценную информацию о качестве воздуха, а также укажет на вероятность возникновения проблем, например, на голых электрических контактах;

i) для оценки влияния исходных компонентов земли на качество воды со стороны материалов естественного происхождения или заражения со стороны удобрений, пестицидов и химикатов, используемых в сельском хозяйстве, или того и другого;

j) для оценки влияния накопления или выделения веществ через посредство донных отложений на морскую биоту в массе воды или в донных отложениях;

k) для изучения влияния эффекта забора, регулирования рек и междуречной переброски на естественные водотоки; например, варьируемые пропорции вод разного качества могут быть вовлечены в регулирование рек, и качество образовавшейся смеси может колебаться;

l) для оценки изменений качества воды, которые могут отмечаться в системах распределения воды для потребления человеком; эти изменения могут происходить по ряду причин, например, загрязнение, поступление воды из нового источника, биологический рост, отложение окалины или растворение металла.

В некоторых случаях условия могут оставаться достаточно стабильными, и формы изменчивости, связанные с требуемой информацией и сопроводительными оценками погрешностей, могут быть получены из простой программы отбора проб. Но в большинстве случаев характеристики качества подвержены непрерывным изменениям, как во времени, так и в пространстве; в идеальном случае оценка должна быть непрерывной. Однако это часто сопряжено с большими затратами и во многих ситуациях неосуществимо. В отсутствии непрерывного мониторинга с малыми ошибками и в свете использования данных, собранных путем отбора проб, крайне важно учитывать статистические ошибки выборочного обследования. При рассмотрении программ отбора проб должны учитываться специальные соображения, приведенные в 5.3.

5.3 Специальные соображения относительно изменчивости

Программы отбора проб могут оказаться сложными в ситуациях и участках, где широкие, быстрые и непрерывные изменения отмечаются в характеристиках, например, концентрации рассматриваемых детерминант. Эти изменения могут быть вызваны такими факторами, как, экстремальные колебания температуры, характер потока или рабочие режимы предприятия (а также, например, химический анализ). Структура любой программы отбора проб должна учитывать эту изменчивость либо посредством непрерывной оценки (см. Рисунок А.1) (хотя часто это может быть сопряжено с большими затратами и во многих ситуациях неосуществимо), либо посредством учета следующих рекомендаций:

a) Программа должна быть разработана на основании требований методов, которые допускают оценку статистической ошибки выборочного обследования.

b) Отбора проб следует избегать на границах или вблизи систем, если только эти условия не имеют особое значение.

c) Должны быть предприняты усилия по устранению и сведению к минимуму любых изменений в концентрации соответствующих детерминант, которые могут быть обусловлены самим процессом отбора проб, и по обеспечению того, чтобы изменения во время периода между отбором проб и анализом были бы исключены или минимизированы. Относительно подробного руководства по этим вопросам следует обратиться к ISO 5667-14 [14].

d) Отбор усредненных проб может проводиться для получения наилучшей индикации среднего состава за определенный период времени при условии, что измеряемая детерминанта является стабильной в период отбора проб и исследования. Данные, выведенные из отбора усредненных проб, должны учитывать специфический их тип в базах данных таким образом, чтобы этот тип не мог быть спутан с дискретными выборками. Необходимо принимать во внимание, что усредненные пробы не имеют большого значения при определении переходных пиковых условий.

Перед тем, как приступить к реализации данной программы отбора проб в ситуациях экстремальной изменчивости потока или концентрации, или того и другого (например, прерывистые стоки предприятий) может возникнуть целесообразность в изучении параметров выбросов или потоков для оценки их очевидности.

5.4 Идентификация места отбора проб

В зависимости от поставленных целей (см. 5.2) сеть пунктов отбора проб может включать как отдельный участок, так и целые речные водосборники. Базовая речная сеть может состоять из зон отбора проб на приливной границе, основных притоков в качестве ее составляющих и основных сбрасываемых сточных водах или промышленных стоков.

При проектировании сети отбора проб воды на определение ее качества обычно измеряют поток на ключевых станциях (см. Раздел 9).

Идентификация места отбора проб помогает брать сравнительные образцы. В большинстве местоположений отбора проб на реках места их отбора можно легко фиксировать сообразно физических элементов рельефа берега данной реки.

На открытых эстуарных и прибрежных участках места отбора проб могут быть аналогичным образом увязаны с каким-либо легко распознаваемым статическим объектом. При отборе проб из лодки для идентификации места в этих ситуациях необходимо использовать инструментальные методы. Для достижения этого целесообразно обратиться к картам или другим стандартным формам ориентации на местности.

6 Характеристики и условия, влияющие на отбор проб

Состояние течения потока может изменяться от ламинарного к турбулентному и наоборот. В идеальном случае пробы должны отбираться из турбулентных, хорошо перемешанных жидкостей, и, где это возможно, турбулентность должна индуцироваться в потоках, которые являются ламинарными, исключая случаи, когда пробы берутся для определения растворенных газов и летучих материалов, концентрация которых может быть изменена путем индуцированной турбулентности.

Сотрудники, проводящие отбор проб, должны убедиться, что “реверсивный поток”, который образуется от других частей системы, не продуцирует загрязнение в месте отбора проб.

Дискретные, единовременно сброшенные порции сточных под, движущиеся сплошной массой, могут отмечаться в любое время, например, растворенные примеси, твердые частицы, летучие материалы или маслянистые поверхностные слои. Эти материалы должны улавливаться в соответствии с любой программой отбора проб, предназначенной для получения действительных и репрезентативных выборок.

Где проводится отбор проб из труб, отбираемые жидкости должны перекачиваться по трубам адекватного размера и при линейных скоростях, достаточно высоких для сохранения характеристик турбулентного потока. Должны исключаться горизонтальные нитки трубопровода. При отборе гетерогенных жидкостей не должны использоваться трубы минимального номинального внутреннего диаметра 25 мм.

При отборе проб жидкостей, которые являются агрессивными или абразивными, стойкость к этим условиям должна приниматься во внимание. Следует учитывать, что наименее дешевый способ – не обязательно использовать дорогостоящее, химически стойкое оборудование при краткосрочном отборе проб, если это оборудование можно легко заменить, и загрязнение пробы продуктами коррозии, вероятно, не окажется значительным.

Программы отбора проб должны быть составлены таким образом, чтобы учитывать температурное колебания в течение продолжительных или кратких периодов времени, которые могут привести к изменениям в характере данной пробы, что может повлиять на эффективность оборудования, используемого для отбора проб.

При отборе проб взвешенных твердых частиц следует соблюдать особую осторожность. В ISO 5667-17 [16] приводятся руководящие указания по отбору из вод на предмет обнаружения взвешенных твердых частиц, мониторингу и исследованию качества пресной воды, в особенности, в от-

ношении систем проточной пресной воды, например, рек и ручьев. Отдельные элементы ISO 5667-17 [16] могут распространяться на озера, резервуары и хранилища пресной воды; вместе с тем, программы отбора проб в полевых условиях могут отличаться одна от другой и не обязательно охватываться положениями ISO 5667-17 [16].

Следует соблюдать осторожность при отборе проб на летучие составляющие. Отбираемый материал должен откачиваться с минимальной высотой всасывания. Весь трубопровод должен быть заполнен отбираемой водой, и проба отводится из трубы, находящейся под давлением, после какого-то отвода какого-то количества материала для гарантии того, что собранная проба окажется типичной.

Отбор проб из смесей вод, имеющих различные плотности, также проводят с осторожностью, так как, расслоение в ламинарном потоке может отмечаться, например, с распределением пресной воды над соленой.

Возможное присутствие токсичных жидкостей или испарений и возможное скопление взрывоопасных паров всегда подлежит обязательному учету в местах отбора проб.

Изменения в метеорологических условиях могут индуцировать заметные изменения качества воды; такие колебания должны быть отмечены и учтены при толковании результатов.

7 Отбор проб воды специфических типов

7.1 Природные воды

Нижеследующие стандарты из серии ISO 5667 приводят специальные руководящие указания по отбору проб, входящих в диапазон природных вод, и их положения должны рассматриваться в качестве специальных и рекомендуемых.

ISO 5667-6 [6] приводит руководящие указания по отбору проб из рек и ручьев.

ISO 5667-8 [8] приводит руководящие указания по отбору проб мокрых осаждений.

ISO 5667-9 [9] приводит руководящие указания по отбору проб из морских вод.

ISO 5667-19 [18] приводит руководящие указания по отбору проб из отложений на морских участках.

При отборе проб из каналов следует учитывать, что направление потока может быть изменяемым и скорость потока может заметно варьироваться и в большей степени зависеть от объема водопользования водного транспорта (т.е. количества шлюзовых операций), чем от преобладающих погодных условий.

Также следует учитывать тот факт, что стратификация и потокообразование будут иметь тенденцию к большей выразительности при спокойных условиях, обнаруживаемых в каналах, чем в реках. Прохождение судов может иметь крайне выраженное краткосрочное влияние на качество воды в канале, особенно, на концентрацию взвешенных твердых частиц.

ISO 5667-4 [4] приводит руководящие указания по отбору проб из естественных и искусственных озер.

В естественно сформировавшихся местах купания отбор проб должен проводиться также как в отношении резервуаров и озер (см. ISO 5667-4 [4]). В плавательных бассейнах с системами рециркуляции пробы отбирают на входе, выходе и из водной массы.

ISO 5667-11 [11] приводит руководящие указания по отбору проб из грунтовых вод.

ISO 5667-12 [12] приводит руководящие указания по отбору проб осадочных материалов из островных рек, ручьев, озер, зон эстуария и гавани.

ISO 5667-17 [16] приводит руководящие указания по отбору проб взвешенных отложений.

ISO 5667-18 [17] приводит руководящие указания по отбору проб грунтовых вод из загрязненных участков.

7.2 Технические воды

7.2.1 Воды для промышленного водоснабжения

Технические воды могут включать воду, предназначенную для потребления человеком, речную воду и воду из буровых скважин и обычно являются гомогенными по своему химическому со-

ставу в любой интервал времени, хотя могут изменяться в качественном отношении с течением времени. Эта вода, как правило, поступает с территорий промышленных предприятий по обычной трубопроводной системе, и здесь не возникает никаких особых трудностей при ее отборе.

Если имеются отдельные, не пригодные для питья промышленные запасы, особое внимание следует уделить тому, чтобы различные распределительные системы были четко идентифицированы и чтобы отсутствовала неопределенность в вопросе мест отбора проб. Для проверки пригодности воды для питья должно быть предусмотрено оборудование для отбора ее проб. Если требуется информация по качеству окончательного состава из смеси вод, необходимо убедиться, что адекватное смешивание имело место до взятия проб.

ISO 5667-7 приводит руководящие указания по отбору проб из котельных.

7.2.2 Промышленные сточные воды и технические воды

Отбор проб промышленных сточных вод должен учитываться в плане определения характера и местоположения каждого отдельного стока.

В общем, точками сброса промышленных сточных вод могут быть спусковые трубы или открытые каналы в расположенных поодаль местах, к которым затруднен физический доступ и отсутствуют соответствующие службы. С другой стороны, к точкам сброса может быть легкий доступ в пределах территории предприятия. Время от времени может возникать необходимость в отборе проб из глубоких колодцев, и в таких случаях требуется специально сконструированное оборудование. При взятии проб из смотровых колодцев предпочтительно, по причинам обеспечения безопасности, чтобы такие колодцы сооружались таким образом, когда пробы из них можно было бы брать без доступа вовнутрь.

Вероятность попадания коммунально-бытовых сточных вод предприятия в пробу также должна учитываться, и место отбора проб, следовательно, целесообразно выбирать таким образом, чтобы исключить такие отходы, где это возможно.

Если сброс сточных вод осуществляется в накопитель или сборный танк, то местоположение отбора проб становится аналогичным местоположению озер.

В отдельных ситуациях, связанных со сбросом промышленных сточных вод, (например, сбросы отдельных установок предприятия перед дальнейшим разбавлением), концентрации отдельных составляющих могут представлять специфические трудности, требующие индивидуального рассмотрения, как-то: присутствие масла или консистентной смазки, высокие уровни взвешенных твердых частиц, высококислые стоки и легковоспламеняемые жидкости или газы.

Когда стоки, образующиеся в различных процессах технологической обработки, сбрасываются в магистральный трубопровод, требуется адекватное перемешивание для получения удовлетворительной пробы.

7.2.3 Сточные воды и осадки

7.2.3.1 ISO 5667-10 приводит руководящие указания по отбору проб из сточных вод, охватывая широкий диапазон химических осадков, образуемых при обработке промышленных стоков, например, содержащих токсичные металлы, радиоактивные материалы, биологические шламы установок по очистке стоков. При отборе проб таких осадков должны соблюдаться соответствующие меры предосторожности. ISO 5667-13 [13] приводит руководящие указания по отбору проб из промышленных стоков, извлекаемых при очистке воды и сточных вод.

Могут потребоваться обе пробы: когда сточные воды попадают на очистную станцию, а также после различных стадий обработки, включая пробы очищенных стоков.

7.2.3.2 ISO 5667-13 приводит руководящие указания по отбору проб осадков станций очистки сточных вод, водоочистных станций и промышленных процессов. Стандарт распространяется на все типы осадков, образуемых на этих станциях, включая также те, которые имеют аналогичные характеристики, например, осадки септиктенков. Приводятся также руководящие указания в отношении составления программ отбора проб и методов их отбора.

Удаление таких вод обычно происходит, когда потоки в принимающих водотоках являются высокими и отмечаемое разбавление, соответственно, значительное. По ряду причин, однако, ливневые воды, перетекающие из общественной канализации, могут отмечаться в другие периоды време-

ни, и поверхностные стоки могут оказаться загрязненными до такой степени, что эти переливы могут представлять серьезную угрозу для качества водотока даже при условиях паводкового стока. Отбор проб таких сбросов представляет серьезные проблемы вследствие их прерывистого характера, а также потому, что качество может резко измениться в течение всего периода сброса. Качество будет наихудшим при первом смыве в результате первоначального размыва и непроницаемых площадей. Автоматические пробоотборники, которые собирают пробы в регулярные интервалы времени и которые начинают отбор при заданном потоке, имеют многочисленные преимущества, однако, это оборудование должно устанавливаться на условии постоянной готовности. Во многих случаях установка данного оборудования для отбора проб, зависящих от потока, будет целесообразной. Обычно высокий гетерогенный характер немацерированных или неосажденных сточных вод ливневой канализации обуславливает возникновение трудностей в получении типичной пробы и приводит к забиванию оборудования. Подобная гетерогенность должна учитываться при выборе методов и оборудования для отбора проб.

Соответствующие данные по осаждению и температуре воздуха должны накапливаться в течение всего периода исследования.

7.2.4 Вода, предназначенная для потребления человеком, и вода, используемая для приготовления пищи и напитков

Руководящие указания приводятся в ISO 5667-5 [5].

8 Время и частота отбора проб

8.1 Общее

Информация обычно требуется для какого периода времени, в течение которого качество воды может варьироваться. Пробы, следовательно, должны отбираться в те моменты времени, которые адекватным образом будут отображать качество воды и ее изменения при затрачивании минимальных усилий. Программа отбора проб должна планироваться таким образом, чтобы учитывать сезонные и ежедневные циклы, и рассматривать рабочие недельные циклы, случайные или переходные события и долгосрочную длительность или тренды. Подобный подход контрастирует с выбором частоты отбора проб, основанным на либо субъективных соображений, либо на величине практических усилий, затрачиваемых на отбор и анализ проб. Оба этих метода могут привести к совершенно неадекватному отбору проб или [теоретически] к необоснованно завышенной частоте их отбора.

Может возникнуть необходимость в увеличении частоты отбора проб при анормальных условиях, например, пуска технологической установки, во время условий затопления на реке или в периоды цветения воды, вызванного массовым развитием водорослей. При вычислении долгосрочных трендов результаты, полученные на основании этих проб, должны использоваться только в том случае, если учитывается увеличенная частота, и эти выборки взвешиваются во времени таким образом, чтобы период интенсивного отбора оказался бы соответствующим образом взвешен.

8.2 Программы управления качеством воды

Программы управления качеством воды обычно включают контроль концентрации одной или более детерминант в определенных пределах. Полученные результаты необходимо для того, чтобы установить необходимость принятия неотложных мер. Частота выборки, следовательно, должна выбираться для гарантии того, что важные отклонения вне пределов контроля будут идентифицированы между последовательными измерениями. Существуют два основных фактора, которые фиксируют эту частоту:

a) величина и продолжительность отклонений от заданных условий;

b) вероятности появления отклонений от заданных условий.

Часто возможно только приблизительно определить перечисленные факторы, но допустимые оценки помогут вывести рабочее значение для частоты выборки.

8.3 Программы определения характеристик качества

Программы определения характеристик качества направлены на оценку одного или нескольких статистических параметров, которые помогают установить концентрацию одной или более де-

терминант или ее изменчивость в течение определенного периода, или того и другого. Например, среднее или медиана указывают среднее значение распределения результатов, а стандартное отклонение - изменчивость. Порученные результаты могут оказаться востребованными как часть научно-исследовательской работы или использованы как для определения характеристик детерминант, которые в настоящее время не требуется контролировать, так и для целей долгосрочного контроля.

8.4 Программы изучения причин загрязнения

Программы изучения причин загрязнения должны составляться с целью определения характеристик загрязняющих сбросов неизвестного происхождения.

Они обычно основываются на знании характера или характеров загрязнителей и совпадении периодичности внешнего вида загрязнения и выборки.

Эти критерии обуславливают то обстоятельство, что выборка, в отличие от проводимой для управления качеством воды и определения характеристик качества, должна проводиться с достаточно высокой частотой относительно частоты появления загрязнения.

Инвентаризационная выборка из большого числа мест отбора проб часто оказывается целесообразной для локализации недокументированных источников загрязнителей.

8.5 Статистические соображения

8.5.1 Создание программ выборки

Периоды времени и частоты выборки в любой программе могут быть надлежащим образом определены только после детальной предварительной работы, где высокая частота выборки необходима для получения информации, к которой можно было бы применить статистические методы. После определения частоты выборки полученные данные должны регулярно пересматриваться таким образом, чтобы можно было внести необходимые изменения.

Если качество подвержено изменениям, либо случайным, либо систематическим, значения, полученные для статистических параметров, например, среднеарифметическое, стандартное отклонение, максимальные и процентильные значения, представляют собой только оценки истинных параметров, которые будут, в общем, отличаться от них. В случае чисто случайных изменений разность между этими оценками и истинными значениями может быть вычислена статистически, и они будут уменьшаться с возрастанием объема выборок.

Определение доверительных интервалов и объема выборок с использованием формулы, приведенной ниже, служит примером вышерассмотренного подхода, связанного с применением одного статистического метода, приложенного к среднеарифметическому, который допускает, что нормальное распределение распространяется на данные источника. Используемая терминология находится в соответствии с ISO 3534 [2] (все ее части), к которой следует обращаться при уточнении определений используемых терминов. Относительно полного теоретического подхода к вычислению среднего через доверительный интервал следует обращаться к ISO 2602 [1].

Для более сложного вычисления, связанного с оценкой выборочных частот, необходимо определить другие статистические параметры, например, процентильные значения.

Относительно общей информации по статистическим методам, используемым для определения общей неопределенности результатов выборки качества воды, необходимо обратиться к *Руководству по выражению погрешности измерения (GUM)* [24]

На практике доверительный интервал, L, среднего n результатов определяет диапазон, в котором среднее лежит при заданном доверительном интервале.

Доверительный интервал – это вероятность того, что истинное среднее будет включено в вычисленный доверительный интервал L. Доверительный интервал для среднего значения концентрации, вычисленный на основании выборки с n результатами, и при 95 % доверительном интервале, означает, что существует 95 % вероятность того, что данный интервал будет содержать истинное среднее (т.е. только 5 % вероятность того, что окажется вне данного интервала).

Для случая, в котором эффективно рассматривается большой ряд выборок, частота случаев, в которых интервал будет включать истинное среднее, окажется близкой к 95 %.

Для ряда результатов, *n*, взятых произвольно, оценки истинного среднего, μ, и стандартного отклонения, σ, представляют собой среднее арифметическое, *x*, и *s* соответственно согласно следующему уравнению:

$$s=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i=\bar{x})^2}{n-1}}=\sqrt{\frac{1}{n-1}\left[\sum_{i=1}^{n}\cdot x_i^2-\frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n}x_i\right)^2\right]}$$

где x_i представляет отдельные значения.

Когда *n* является большим, *s* незначительно отличается от истинного среднего σ, и доверительный интервал μ, вычисленный из ряда результатов, *n*, составляет $\pm K\sigma/\sqrt{n}$, где *K* имеет значение, приведенное в Таблице 1, в зависимости от взятого доверительного интервала. Для оценки среднего для заданного доверительного интервала *L* при выбранном доверительном уровне необходимый объем выборок будет равен $(2K\sigma/L)^2$. Что строго справедливо только, когда известно σ. Требуется большее количество выборок, когда в наличие имеется только оценка, *s*, хотя это будет иметь небольшое значение для *K*, если *s* основана на относительно большом объеме выборок (обычно ≥ 150). Где оценки основываются на менее чем 30 выборках, тогда, строго говоря, '*K*' должен быть заменен на *t*-величину Стьюдента (получаемую из таблиц процентных точек на функции *t*-распределения).

Таблица 1 — Значения *K*

Доверительный интервал (%)	99	98	95	90	80	68	50
K	2,58	2,33	1,96	1,64	1,28	1	0,6

8.5.2 Случайные и систематические изменения качества воды

Случайные изменения, в целом, имеют нормальное или логарифмически нормальное распределение. Систематические изменения могут быть либо трендами, либо циклическими, и могут отмечаться сочетания этих двух факторов. Характер изменчивости может быть различным для различных детерминант в одних и тех же водоемах. Если доминирующими являются случайные изменения, время наблюдения может не иметь статистического значения, хотя оно может играть важную роль для целей контроля качества.

Если отмечаются циклические изменения, время взятия выборки имеет значение, если необходимо определить перемены, отмечаемые в течение всего цикла, или выявить максимальные или минимальные концентрации, представляющие интерес. Время взятия выборки должно быть разделено на приблизительно равные периоды. В каждой из вышеуказанных ситуаций, объем выборок должен в значительно степени регулироваться статистическими соображениями, рассмотренными выше.

В случаях, где имеют место циклические изменения, например, ежедневные или ежемесячные изменения, а цель проведения программы взятия выборок заключается исключительно в обнаружении вероятности возникновения каких-либо систематических перемен в качестве между одним определенным период и другим, например, за два последовательных ежегодных периода, то наиболее эффективная программа взятия проб – проводить выборку в один и тот же день недели и время дня, поскольку это снижает необходимость в оценке изменений качества, которые не представляют интерес.

В каждой из вышеуказанных ситуаций, объем выборок должен в значительно степени регулироваться статистическими соображениями, рассмотренными выше. Если циклические изменения или систематические изменения или отсутствуют, или малы по сравнению со случайными колебаниями, объем выборок, подлежащих взятию, должен быть достаточно большим, чтобы удовлетворять допустимой погрешности статистического параметра, определяемого при заданном доверительном уровне. Например, если применимо нормальное распределение (согласно вышеуказанному), доверительный интервал *L* среднего *n* результатов, при выбранном доверительном уровне, выводится с помощью уравнения:

$$L = \frac{2K\acute{o}}{\sqrt{n}}$$

где σ - стандартное отклонение распределения.

Если требуемый доверительный интервал должен составлять 10 % от среднего, требуемого доверительного уровня 95 % и стандартного отклонения 20 % от среднего, тогда

$$10 = \frac{2 \cdot 1{,}96 \cdot 20}{\sqrt{n}}$$

и, следовательно,

$n = 7{,}842$

и

$n = 61$

и, следовательно, n равно 61 выборке.

Это указывает на частоту выборки порядка 2 выборок в день, если рассматриваемый период должен составлять 1 месяц, или находится между 1 и 2 выборками в неделю, если рассматриваемый период должен составлять 1 год.

В ISO 5667-14 [14] приводятся руководящие указания по выбору и использованию различных методов обеспечения качества, относящихся к ручному взятию выборок поверхностных вод, питьевых вод, сточных вод, морских вод и грунтовых вод.

Общие принципы, изложенные в ISO 5667-14, могут, в некоторых обстоятельствах, распространяться на взятие проб осадков и отложений.

8.6 Продолжительность взятия проб и усредненные пробы

Если только среднее качество рассматривается за какой-то период и если условие определения является стабильным, целесообразно, чтобы продолжительность взятия выборок оказалась бы достаточно долгой и предпочтительно осуществлялась бы в течение данного рассматриваемого периода.

Этот принцип аналогичен приготовлению усредненных проб. Оба подхода помогают сократить аналитическую работу благодаря знанию изменений качества.

9 Измерения потока и ситуации, обосновывающие измерения потока для целей определения качества воды

9.1 Общее

Контроль сточных вод и очистка стоков, наряду с управлением качества природных вод, используя методы математического моделирования, повысили значимость данных потока. Например, нагрузки загрязнения невозможно оценить, не проводя измерений потока. В данном подразделе приводятся принципы определения потока, которых следует придерживаться при составлении программы взятия проб. Однако, поскольку измерение потока обычно не проводится специалистом в области изучения воды, практические аспекты сюда опускаются. Относительно их необходимо обращаться к соответствующим международным стандартам, разработанным ISO/TC 30, *Измерение жидкостных потоков в закрытых каналах*, и ISO/TC 113, *Гидрометрия*.

Существует пять аспектов потока, которые подлежат измерению, а именно:

a) направление потока,

b) скорость потока,

c) модуль расхода,

d) структура потока,

e) площадь поперечного сечения.

9.2 Направление потока

В большинстве островных водотоков направление потока является самоочевидным, но в судоходных каналах и в дренажных каналах это не всегда отмечается, так как направление потока мо-

жет изменяться со временем, и существует вероятность изменения направления на обратное и даже возникает ситуаций противотоков. На реках может также отмечаться противоток в турбулентных течениях или в других обстоятельствах.

Знание характера потока грунтовой воды в водоносном слое имеет первостепенное значение при оценке последствий загрязнения данного слоя и при выборе участков для взятия проб из скважин.

Во время процессов очистки характер перемещения воды в танках влияет на смешивание их содержимого, и осаждение взвешенных веществ должно приниматься во внимание для гарантии того, что будут взяты типичные пробы.

В эстуарных и прибрежных водах часто возникает необходимость измерения направления движения воды, составляющего существенную часть программы отбора проб. Как направление, так и скорость могут резко варьироваться и зависеть от приливных потоков, модифицируемых метеорологическими условиями и другими факторами и условиями.

9.3 Скорость потока

Скорость потока имеет важное значение:

a) при вычислении величины расхода,

b) при вычислении средней скорости или времени перемещения, которое (исходя из целей определения качества воды) представляет собой время, требуемое для данной водной массы, чтобы переместиться на заданное расстояние,

c) при оценке эффекта турбулентности и перемешивания массы воды, обусловленного скоростью.

9.4 Величина расхода

Величина расхода – объем жидкости, которая проходит через заданную точку за единицу времени (см. Рисунок А.2). Информация о средних и экстремальных величинах расхода необходима при проектировании и эксплуатации станций очистки сточных вод и установок очистки вод и установлении рациональных пределов качества с целью сохранности естественных водотоков.

9.5 Структура потока

Структура потока может оказывать сильное влияние на скорость перемешивания в вертикальном и боковом направлениях. Следует соблюдать осторожность при оценке того, находится ли поток в одном ограниченном канале, в нескольких каналах (т.е. разветвлен), а также присутствуют или нет вихри. В идеальном случае пробы должны отбираться из одного, хорошо перемешанного канала; наблюдения за структурой потока в нескольких каналах и за турбулентными течениями, например, могут заставить предположить, что пробы не типичные.

9.6 Площадь поперечного сечения

Взятие проб в поперечном сечении может колебаться от приблизительно прямоугольного до глубокого канала на одном краю, от мелкого и широко до узкого и глубокого. Эти условия влияют на перемешивание и эрозию, и они могут изменяться со временем в естественных потоках и искусственных каналах.

9.7 Обоснование для измерения потоков при управлении контролем качества воды

9.7.1 Нагрузки на очистные станции

Данные потока необходимы для проведения оценок нагрузки загрязнений на очистное сооружение. Это может повлечь за собой проведение измерений в точках сброса в систему канализации, а также на самом предприятии. Если сточная вода, подлежащая очистке, варьируется в количественном или качеством отношении с течением времени, то для получения надежной оценки нагрузки необходимо снимать данные по сбросам непрерывного потока. Часто, усредненные пробы составляют путем смешивания проб относительно наблюдаемого стока во время отбора проб. Издержки очистки промышленных сточных вод, сбрасываемых в коллекторы городской канализации, прямо пропорциональны как качеству, так и объему отводимых очищенных сточных вод.

9.7.2 Эффекты разбавления (вычисления потока)

Полное использование эффектов разбавления, осуществляемых принимающей канализационной системой, должно проводиться при оценке возможного воздействия сброса на природный водо-

ток и пределы качества, которые необходимо ввести для этого. Должен быть вычислен коэффициент разбавления. При проведении взятия проб сброс представляющих опасность веществ в коллекторы городской канализации должен контролироваться таким образом, чтобы персонал, проводящий отбор проб, подземные канализационные коллекторы и процессы очистки не подверглись бы отрицательному воздействию.

9.7.3 Вычисления массового потока

Вычисления массового потока широко применяются при установлении пределов соответствия для сброса сточных вод и для оценки эффектов качества речного забора и попуска. Такие вычисления носят фундаментальный характер при моделировании качества в системах всей реки и эстуария и часто основываются на данных типичных или среднепоточных сбросов. Методы динамического моделирования требуют как данных непрерывного потока, так и вычисления значений поток-частота.

9.7.4 Перенос примесей и скорости восстановления

Если концентрация загрязняющего вещества в сбросе изменяется с течением времени, надежная оценка дисперсии или деградации загрязнителя может быть получена только в том случае, если скорость переноса примеси от точки сброса известна. Следовательно, программа взятия проб для реки или эстуария должна быть направлена на отбор одной и тоже массы воды при ее перемещении вдоль русла.

Когда случайная утечка загрязнителя попадает в водосток, знание времени, которое требуется для того, чтобы загрязнитель достиг забора, расположенного вниз по потоку, является неоценимым при определении эффектов подобного загрязнения.

9.7.5 Детерминанты, связанные с потоком

Концентрации определенных детерминант качества воды, например, временная жесткость или хлорид, как было установлено, в некоторых обстоятельствах связаны со скоростью потока в реках и ручьях, обычно в ограниченном диапазоне. Если в наличие имеются соответствующие зарегистрированные данные, увязывающие скорости потока с концентрацией, оценку качества воды в отношении этих детерминант можно вывести на основании одних только измерений скорости потока. Проверки должны проводиться в интервалы времени с целью установления действительности выведенных зависимостей.

9.7.6 Грунтовые воды

Надежная оценка рисков загрязнения источников грунтовых вод и предполагаемых скоростей их восстановления требует знания направления и скорости перемещения грунтовых вод. Эту информацию затем можно будет использовать для исключения трудностей и издержек отбора проб грунтовых вод на предмет определения их загрязненности.

9.8 Наличные методы измерения потока

9.8.1 Измерения могут быть либо дискретными, например, как те, которые проводятся с помощью поплавков в эстуарии или гидрометрических вертушек прямого считывания, либо они могут быть непрерывными, как те, которые проводятся с помощью измерителей сбрасываемого потока.

9.8.2 Направление и скорость могут измеряться путем использования

a) буйков,

b) поплавков и дрейферов,

c) химических изотопных индикаторов, включая красители,

d) микробиологических индикаторов,

e) радиоактивных индикаторов.

9.8.3 Скорость также можно измерять с помощью

a) гидрометрических вертушек, типы прямого считывания и регистрирующего,

b) ультразвуковых методов,

c) электромагнитных методов,

d) пневматических методов.

9.8.4 Расход можно измерять с помощью

a) измерений скорости, проводимых в канале известного поперечного сечения,

b) прямых механических средств, например, опрокидываемое ведро или стандартный водомер,

c) измерения уровня воды выше поджатия в потоке, например, водослив или водовод; этот уровень можно измерить:

1) визуально с помощью приборного щита,

2) автоматически с помощью поплавка, через изменения электрического сопротивления, перепада давлений, фотохимическим или акустическим способом;

d) следующих средств в закрытой трубе:

1) перепада давления на сопле трубки Вентури,

2) перепада давления на диафрагме,

3) скорости нагнетания, умноженной на продолжительность нагнетания,

4) электромагнитных, ультразвуковых и других методов,

5) определения разбавления для проведения локального измерения сброса в естественных водотоках.

10 Методы взятия образцов

10.1 Общее

Существуют многочисленные ситуации отбора проб, некоторые из которых могут быть удовлетворены путем взятия простых локальных проб, в то время как другие могут потребовать сложного инструментального пробоотборного оборудования.

Различные типы отбора проб рассмотрены подробно в ISO 5667-4 [4] и в последующих частях ISO 5667, к которым следует ссылаться всякий раз, когда это необходимо.

Аналитические данные могут потребоваться для индикации качества воды путем определения, например, следующих параметров: концентраций неорганического материала, растворенных минералов или химикатов, растворенных газов, растворенного органического материала и вещества, взвешенного в воде, или донных отложений при заданном времени или местоположении или для какого-то заданного интервала времени в определенном месте.

Некоторые параметры, например, концентрация растворенных газов, если, возможно, подлежат измерению на месте для получения точных результатов. Методики сохранности проб должны осуществляться в соответствующих случаях – см. ISO 5667-3 [3] относительно руководства.

Раздельные пробы должны использоваться для химического, микробиологического и биологического анализа, так как методики и оборудование для отбора и работы с ними различаются и несовместимы между собой.

Методы отбора проб варьируются сообразно специфической ситуации. Различные типы отбора проб и программы взятия проб описаны в разделе 7.

Необходимо проводить различие между отбором проб в стоячих и проточных водах. Локальные пробы (10.2) и усредненные пробы (10.6) можно отбирать как в стоячих, так и в проточных водах. Периодический отбор проб (10.3) и непрерывный отбор проб (10.4) можно проводить в проточных водах, тогда как серийный отбор проб (10.5) более целесообразно проводить в стоячих водах.

10.2 Локальные пробы

Локальные пробы представляют собой дискретные пробы, обычно отбираемые вручную, но которые также могут отбираться в автоматическом режиме на поверхности вод, на заданных глубинах и на дне.

Каждая проба типично будет отображать качество воды только для того момента времени и места, в котором она отбирается. Автоматический отбор проб эквивалентен серии таких проб, взятых в предварительно выбранное время или на основании зависимости потока от интервала времени.

Локальные пробы рекомендуются в том случае, если отбираемый поток воды не является однородным, если значения рассматриваемых параметров не являются постоянными и если использование усредненной пробы скроет рассматриваемые различия между отдельными пробами вследствие либо маскирования краткосрочных изменений, либо даже реакции между ними.

Локальные пробы также должны отбираться, где это возможно, в исследованиях вероятного существования загрязнения (или в наблюдениях с целью установления его степени) в случае с автоматическим дискретным отбором с целью определения времени дня, когда было отмечено присутствие загрязнителей. Они также могут отбираться для руководства при разработке экстенсивной программы отбора проб. Локальные пробы играют существенную роль, когда назначение программы отбора проб заключается в установлении соответствия качества воды предельным нормам, не связанным со средним качеством. Локальные пробы должны отбираться для определения нестабильных параметров, например, концентрации растворенных газов, остаточного хлорида и растворимых сульфидов.

10.3 Периодические выборки (прерывистые)

10.3.1 Периодические выборки, взятые при фиксированных интервалах времени (зависимые от времени)

Эти выборки берутся, используя временной механизм для начального и окончательного сбора воды в течение заданного интервала, зависящего от времени (см. Рисунок А.3). Общераспространенная методика – закачивать пробу в один или несколько контейнеров в течение фиксированного времени; при этом каждый контейнер заполняется до определенного объема.

ПРИМЕЧАНИЕ Рассматриваемый параметр может влиять на временной интервал.

10.3.2 Периодические выборки, взятые при фиксированных интервалах потока (зависимые от объема)

Эти пробы отбирают, когда изменения в критериях качества воды и скорости сточного потока не являются взаимосвязанными. Для каждого единичного объема потока жидкости контролируемая выборки берется независимо от времени (см. Рисунок А.4).

10.3.3 Периодические выборки, взятые при фиксированных интервалах потока (зависимые от потока)

Эти пробы отбирают, когда изменения в критериях качества воды и скорости сточного потока не являются взаимосвязанными. При постоянных временных интервалах берут выборки различных объемов, зависящих от потока (см. Рисунок А.5).

10.4 Непрерывные выборки

10.4.1 Непрерывные выборки, взятые при фиксированных скоростях потока (временно-непрерывные выборки)

Пробы могут отбираться с помощью этого метода при фиксированных скоростях потока (см. Рисунок А.6) и содержать все составляющие, присутствующие в течение периода взятия проб, но во многих случаях не сообщают информацию об изменении концентрации специфических параметров в ходе периода отбора проб.

10.4.2 Непрерывные выборки, взятые при переменных скоростях потока (временно-непрерывные выборки)

Пробы также могут отбираться при переменных скоростях потока пропорционально отбираемого потока воды (см. Рисунок А.7). В этом случае среднепропорциональные пробы являются типичными для суммарного качества воды. Если как поток, так и состав варьируются, среднепропорциональные пробы могут указать на изменения, которые могли оказаться не замеченными при использовании локальных проб, при условии, что данные пробы остаются дискретными и достаточное количествопроб отбирается для дифференциации колебаний в химическом составе. Следовательно, это наиболее точный метод отбора проб проточной воды, если как скорость потока, так и концентрация рассматриваемых загрязнителей значительно варьируются.

10.5 Серийное взятие выборки

Серийное взятие выборки может включать ряд проб, взятых на различной глубине массы воды в специфическом месте (глубинно-профильные пробы) или серию из проб воды, взятых на определенной глубине массы воды в различных участках (регионально-профильные пробы).

10.6 Усредненные пробы

Усредненные пробы могут быть получены вручную или автоматически, независимо от типа их отбора (зависящего от потока, времени или объема). Пробы, взятые непрерывным методом, могут

быть объединены для получения усредненных проб. Усредненные пробы позволяют получить данные среднего химического состава. Следовательно, перед смешиванием проб необходимо проверить, чтобы такие данные востребованы или что рассматриваемый параметр (рассматриваемые параметры) не различаются значительно во время взятия проб. Усредненные пробы имеют ценность в тех случаях, когда соответствие какому-то пределу основывается на среднем качестве воды.

10.7 Выборки большого объема

Некоторые методы анализа определенных детерминант требуют взятия проб воды в большом объеме, в диапазоне от 50 л до нескольких кубических метров. Такие значительные пробы необходимы, например, для анализа на пестициды или микроорганизмы, которые не могут быть культивируемы. Эта проба может быть взята либо стандартным способом, при этом следует соблюдать большую осторожность в плане обеспечения чистоты контейнера или танкера, в которых она будет находиться, либо получена путем пропускания отмеренного объема через абсорбирующий картридж или фильтр, в зависимости от детерминанты. Например, ионообменный картридж или картридж из активированного угля может использоваться для взятия проб на некоторые пестициды.

Точные детали последней методики зависят от типа отобранной воды и ее детерминант. Для подачи под давлением должен использоваться регулирующий клапан, который будет контролировать поток, проходящий через картридж или фильтр. В отношении большей части детерминант насос должен располагаться, как после фильтра иди картриджа, так и после измерителя. Если детерминанта является летучей, насос должен помещаться как можно ближе к источнику пробы, при этом измеритель помещается за фильтром или картриджем.

При отборе мутной воды, содержащей взвешенные твердые частицы, которые могут закупорить фильтр или картридж, или если количество детерминанты, требуемое для анализа, превышает имеющуюся пропускную способность наибольшего фильтра или картриджа, должен использоваться ряд фильтров или картриджей, располагаемых параллельно, с впускными и выпускными патрубками, оснащенными задвижками. Первоначально отбираемый поток должен направляться через один фильтр или картридж без доступа потока в другие фильтры или картриджи, и, когда скорость потока значительно упадет, тогда поток должен быть отведен к новому фильтру или картриджу. Если существует опасность перегрузки фильтра или картриджа, то новые фильтры или картриджи должны соединяться в линию и последовательно до того, как первый фильтр или картридж истощится; поток, подаваемый к отработанному картриджу, должен быть остановлен.

Когда используется один или более фильтр или картридж, они должны быть задействованы вместе и должны рассматриваться как усредненная проба. Если сточная вода из такого пробоотборного режима возвращается в массу воды, подлежащую взятию на пробы, то важно, чтобы она была возвращена на достаточном отдалении от точки взятия пробы для исключения влияния на отбираемую воду.

11 Пробоотборное оборудование

11.1 Общее

В отношении особых ситуаций отбора проб следует обращаться к ISO 5667-3 [3]; руководящие указания, приведенные здесь, направлены на оказание помощи при выборе материалов общего назначения. Химические составляющие (детерминанты) в воде, которые анализируются с целью оценки ее качества, охватывают диапазон концентраций от субмикронных количеств или микроэлементов до макроколичеств. Наиболее часто встречаемые проблемы включают абсорбцию химических детерминант на стенках пробоотборника или пробоприемника, загрязнение перед отбором проб, вызванное ненадлежащей чисткой пробоотборника или пробоприемника, и загрязнение пробы материалом, входящим в состав корпуса пробоотборника или пробоприемника.

Конструкция пробоприемника должна обеспечивать сохранность состава пробы от потерь вследствие адсорбции и улетучивания или от загрязнения другими веществами.

Пробоприемник, используемый для сбора и хранения пробы, должен выбираться с учетом, например, сопротивления экстремальным температурам, сопротивления поломке, способности легко

и надежно закрываться и открываться, размера, формы, массы, возможности использования, стоимости, потенциала для чистки и повторного использования и т.д.

Рекомендуется получить полную информацию от специалиста в отношении окончательного выбора пробоприемника и пробоотборного оборудованият.

Должны быть приняты меры предосторожности для исключения замерзания проб, в особенности, когда используются стеклянные пробоприемники. Высокоплотный полиэтилен рекомендуется в качестве материала контейнера для определений кремнезема, натрия, общей щелочности, хлорида, удельной проводимости, pH и величин жесткости в воде. В отношении светочувствительных материалов должно использоваться светопоглощающее стекло. Нержавеющая сталь должна рассматриваться при взятии проб воды при высокой температуре и/или давлении, или когда берут пробы на микроконцентрации органического материала.

Стеклянные бутыли в общем (но не всегда) пригодны для органических химических соединений и биологических видов, а пластические контейнеры - для радионуклидов. Важно, однако, отметить, что пробоотборное оборудование этих материалов часто включает неопреновые[1] прокладки и маслосмазываемые клапаны. Подобные материалы являются неудовлетворительными для проб, подлежащих органическому и микробиологическому анализу.

Помимо требуемых физических характеристик, рассмотренных выше, пробоприемники, используемые для сбора и хранения проб, должны отбираться с учетом следующих преобладающих критериев (в особенности, когда составляющие, подлежащие анализу, присутствуют в микроколичествах):

a) минимизация загрязнения пробы воды материалом, из которого изготовлен пробоприемник или его пробка, например, путем выщелачивания неорганических составляющих из стекла (в особенности, мягкого стекла) и органических соединений и металлов из пластиков и эластомеров (колпачковые прокладки из пластифицированного винила, неопреновые оболочки);

b) способность чистить и обрабатывать стенки контейнеров с целью снижения поверхностного загрязнения микросоставляющими, например, тяжелыми металлами или радионуклидами;

c) химическая и биологическая инертность материала, из которого изготовлен контейнер, для того чтобы предотвратить или ослабить реакцию между составляющими пробы и контейнером;

d) пробоотборники, которые могут также приводить к погрешностям путем адсорбции химических детерминант. Микропримеси металлов особо подвержены этому эффекту, но другие детерминанты (например, моющие средства, пестициды, фосфат) могут быть также подвержены погрешности.

Пробоотборные трубки, в общем, используются при автоматическом отборе проб для подачи в мониторы или анализаторы непрерывного действия. Во время нахождения в трубке проба может рассматриваться как хранимая в контейнере, имеющим химический состав пробоотборной линии. Руководящие указания по отбору материалов для пробоотборников, следовательно, также распространяются на пробоотборные трубки.

11.2 Типы пробоприемника of sample container

11.2.1 Общее

Бутыли из полиэтилена или боросиликатного стекла пригодны для стандартного отбора проб с целью определения физических и химических параметров естественных вод. Другие, более химически инертные материалы, например, политетрафторуретан (ПТФУ), являются предпочтительными, но часто они оказываются слишком дорогими для повседневного использования. Винтовые колпачки, узкогорлые и широкогорлые бутыли должны быть снабжены пробками и колчаками из инертного пластического материала или пробками из шлифованного стекла (хотя они подвержены заеданию при использовании щелочных растворов).

---

[1] Неопрен – фирменное название компании Дюпон для семейства полихлорпренов. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящей части ISO 5667 и не рассматривается как подтверждение со стороны ISO означенного продукта. Могут использоваться эквивалентные продукты, если будет показано, что они позволяют получить одинаковые результаты.

Химически активные наполнительные материалы не должны использоваться между колпачком бутыли и прокладкой, так как такие наполнители могут служить причиной возникновения загрязнения.

Если проба транспортируется в футляре в лабораторию для анализа, крышка футляра должна иметь такую конструкцию, которая исключала бы неплотность пробки, что могло бы привести к утечке пробы и/или ее загрязнению.

Для гарантии использования надлежащих пробоприемников следует обратиться к ISO 5667-3 [3].

11.2.2 Пробоприемники для фоточувствительных материалов

В дополнение к уже рассмотренным соображениям хранение проб, содержащих фоточувствительные материалы, включая водоросли, требует их защиты от экспонирования на свету. В таких случаях должны использоваться контейнеры, изготовленные из непрозрачных материалов или нетеплопоглощающего стекла, и они должны помещаться в светозащитные футляры при продолжительных периодах хранения.

11.2.3 Пробоприемники для растворенных газов или составляющих

Для взятия и анализа проб, содержащих растворенные газы или составляющие, которые могут быть изменены при аэрации, должны использоваться узкогорлые бутыли, учитывающие биологическую потребность в кислороде (БПК). Эти емкости должны оснащаться остроконечными стеклянными пробками, сводящими к минимуму окклюзию воздуха, и, следовательно, требуют особо тщательной герметизации во время транспортировки.

11.2.4 Пробоприемники для органических микрозагрязнителей

Бутыли для проб, используемые для хранения органических микрозагрязнителей, должны изготавливаться из стекла, так как практически все пластические контейнеры оказывают влияние на высокочувствительный анализ. Бутылочная крышка должна изготавливаться из стекла или ПТФУ.

11.2.5 Пробоприемники для микробиологического исследования

Руководящие указания по микробиологическому исследованию приводятся в ISO 5667-16 [15] и ISO 19458 [23]. Пробоприемники должны выдерживать воздействие высоких температур, которые отмечаются во время стерилизации. Во время стерилизации или при обычном хранении материалы не должны продуцировать или выделять химические продукты, которые могли бы затормозить микробиологическую жизнеспособность, выделять токсичные химические продукты или стимулировать рост. Пробы должны оставаться герметизированными до тех пор, пока они не будут открыты в лаборатории, и должны быть закрыты для предотвращения их загрязнения.

12 Пробоотборное оборудование для определения физических или химических характеристик

12.1 Общее

Объем отобранной пробы должен быть достаточным для проведения требуемого анализа и для проведения любого повторного анализа. Использование очень малых объемов проб может привести к тому, что отобранная проба окажется не типичной. Кроме того, малые пробы могут также увеличить проблемы адсорбции из-за относительно высокого отношения площади к объему.

Эффективное пробоотборное оборудование должно

a) минимизировать время контакта между пробой и пробоприемником,

b) использовать такие материалы, которые исключают загрязнение пробы,

c) быть простым по конструкции, чтобы облегчить его чистку, иметь гладкие поверхности и не иметь детали, вызывающие возмущения потока, например, изгибы, включать возможно малое число кранов и клапанов (все устройства для отбора проб должны проверяться на предмет отсутствия систематической ошибки),

d) проектироваться с расчетом на пригодность системы к заданной пробе воды (т.е. химической, биологической или микробиологической).

Относительно отбора проб растворенных газов см. 12.5.

12.2 Оборудование для отбора разовых проб

Локальные пробы обычно отбираются вручную в соответствии с условиями, описанными в 10.2.

Наиболее простое оборудование для взятия проб с поверхности – ведро или широкогорлая бутыль, опускаемая в массу воды и вынимаемая после наполнения. Характер изучаемой проблемы должен определять тип пробы, которая подлежит взятию. В общем, наиболее целесообразно отбирать пробу непосредственно в пробоприемник.

На практике взвешенную бутыль закрывают пробкой и опускают в массу воды. На заданной глубине пробку вынимают, и вода заполняет бутыль, которую затем поднимают. Влияние воздуха или других газов на целостность пробы, когда ее отбирают и поднимают, должно учитываться, так как это влияние может изменить исследуемые параметры (например, растворенный кислород). В наличии имеются специальные пробоотборные бутыли, которые помогают исключить эту проблему (например, откаченные склянки). В отношении расслоенных водных тел градуированный стеклянный, пластический или из нержавеющей стали цилиндр, открытый с обоих концов, может опускаться для получения вертикального профиля водоема. В точке взятия пробы цилиндр закрывают с двух концов с помощью механизма перед подъемом на поверхность. Данное оборудование известно также как батометр, управляемым оператором.

12.3 Захваты и драги для отбора проб отложений

Отложения можно отбирать с помощью захватывающих устройств или драг, предназначенных для проникновения в субстрат под действием собственной массы или рычажного принципа. Особенности конструкции варьируются и включают пружинные или гравитационные режимы работы захватывающих приспособлений. Они также варьируются по форме входа в субстрат, от прямоугольного до под острым углом, и от площади и размера взятой пробы. На характер полученной пробы, следовательно, влияют такие факторы, как, например:

a) глубина проникновения субстрата,

b) угол закрытия захватов,

c) эффективность закрытия (способность избегать закупорки со стороны объектов),

d) создание "ударной" волны и результирующие потери или "вымывание" компонентов или организмов на границе раздела ила с водой,

e) стабильность проб в быстро движущихся потоках.

При выборе драг принимают во внимание окружающую среду, движение воды, площадь пробы и любое необходимое плавучее средство.

Грейферные ковши имеют сходство с аналогичным оборудованием, используемым на земляных экскаваторных работах. Обычно приводимые с помощью стрелы, они опускаются в заданном месте для получения относительно массивной усредненной пробы. Результирующая проба более точно определяется по отношению к месту ее взятия, чем по отношению к условию использования драги.

12.4 Пробоотборники грунта

Пробоотборники грунта используются, когда необходимо получить информацию, относящуюся к вертикальному профилю отложения. Если только полученная проба не обладает механической прочностью, следует соблюдать осторожность при ее удалении из керноотборника для сохранения целостности в продольном направлении.

12.5 Пробоотборное оборудование для растворенных газов и летучих материалов

Пробы, пригодные для точных определений растворенных газов, должны отбираться только с помощью оборудования, которое отбирает пробу путем смещения воды, а не воздуха, из пробоотборника.

Если системы накачки используются для взятия проб растворенных газов, важно, чтобы вода перекачивалась таким образом, при котором приложенное давление не падало бы значительно ниже атмосферного. Проба должна закачиваться прямо в баллон для хранения или анализа, который подлежит промыванию объемом, равным, по крайней мере, трехкратной величине его объема, до проведения анализа или закупорки баллона.

Если приближенные результаты являются приемлемыми, пробы на определение растворенного кислорода могут отбираться с использованием бутыли или ведра. Погрешность, введенная в эти определения вследствие контакта пробы с воздухом, варьируется в зависимости от степени насыщения воды газом.

Где пробы отбираются в бутыль из крана или выходного отверстия насоса, должна использоваться гибкая инертная трубка, которая направляет жидкость в донную ее часть для гарантии того, чтобы жидкость смещалась от этой донной части с целью предотвращения аэрации.

Отбор проб на растворенный кислород из покрытых льдом водоемов должен проводиться с большой осторожностью для исключения их загрязнения воздухом.

12.6 Пробоотборное оборудование для определения характеристик радиоактивности

Детальные руководящие указания по отбору проб радионуклидов содержатся в ISO 5667-3 [3].

В зависимости от поставленной цели и национальных законодательных постановлений большинство методов и оборудование отбора проб, которые применяются при отборе проб воды и сточных вод на определение химических составляющих, в общем, могут быть использованы для получения проб, предназначенных для измерения радиоактивности.

Пробы должны отбираться в пластиковые бутыли, предварительно очищенные моющим составом и промытые водой и разбавленной азотной кислотой.

12.7 Пробоотборное оборудование для определения биологических и микробиологических характеристик

Детальные руководящие указания по микробиологическому качеству воды содержатся в ISO 19458 [23].

Детальные руководящие указания по биотестированию проб содержатся в ISO 5667-16 [15].

Детальные руководящие указания по ручному отбору проб сетью водных бентических крупных беспозвоночных содержатся в ISO 7828 [19].

Детальные руководящие указания по конструкции и использованию количественных пробоотборников для бентических крупных беспозвоночных на каменистых субстратах в мелких водоемах пресных вод содержатся в ISO 8265 [20].

Детальные руководящие указания по использованию колонизации, количественной и качественной выборке в глубоких водах для крупных беспозвоночных содержатся в ISO 9391 [21].

Детальные руководящие указания по количественной выборке и обработке выборки морской мягкодонной макрофауны содержатся в ISO 16665 [22].

12.8 Автоматическое пробоотборное оборудование

Автоматическое пробоотборное оборудование может эффективно использоваться во многих простых ситуациях, так как оно допускает отбор непрерывных или серийных проб без ручного вмешательства. Оно особенно целесообразно при подготовке усредненных проб и исследовании изменений в качестве с течением времени.

Выбор наиболее целесообразного типа установки будет зависеть от данной ситуации отбора проб, например, отбор проб для оценки средней нагрузки растворенных микрометаллов в реке или в ручье лучшего всего проводить, с помощью прибора для непрерывного отбора проб, отбираемых пропорционально расходу, используя систему шлангового накачивания.

Автоматические пробоотборные устройства могут быть дискретного или непрерывного типа и могут эксплуатироваться на временной или пропорционально-потоковой основе.

Пробоотборные линии широко используются при автоматическом отборе проб. Следовательно, руководящие указания по выбору материалов для пробоприемников также распространяются на пробоотборные линии. Машины закачивают речную воду в пробоприемники, находящиеся на ней, и используют ряд систем накачки. Выбор системы зависит отданной ситуации отбора проб. Простые автоматические машины могут быть запрограммированы на отбор проб в предварительно установленные интервалы времени или иметь привод от внешнего триггера, например, сигнала, генерируемого стокообразующей частью дождевых осадков. Многие машины, работающие в режиме временных интервалов, рассчитаны на 24 пробы и предназначены для взятия одной пробы через каждый час

в течение 24-часового периода. Установленный срок, однако, часто является непрерывной переменной величиной, поэтому все 24 пробы могут отбираться в другие периоды времени. Типичные установки могут охватывать 8-часовой рабочий день, т.е. по одной пробе каждые 20 минут, или одну полную неделю, т.е. одна проба каждый 7 часов. Если практически осуществимо измерение потока, ручная проба, отбираемая пропорционально расходу, может быть приготовлена путем смешивания соответствующих аликвот из синхронизированных проб.

Современные машины в непрерывном режиме измеряют поток в реке или ручье и отбирают пробы после того, как фиксированный объем воды прошел через точку отбора.

Следует принять меры предосторожности, чтобы исключить разложение пробы или обеспечить ее надлежащую стабильность в случае, если данная проба должна оставаться в машине в течение любого интервала времени.

Отделение для хранения пробы должно охлаждаться и поддерживаться при наиболее низкой температуре, не вызывая замерзания пробы, с целью уменьшения риска любого ее общего разложения. Если, однако, предполагается, что температура может упасть ниже нуля, должен быть предусмотрен нагрев. Если рассматриваемая детерминанта подлежит деградации, специальные антикоагулянты должны быть введены в пробоприемники (см. ISO 5667-3). Ввод пробы в приемник должен быть достаточно продолжительным для обеспечения надлежащего смешивания антикоагулянта с пробой. Могут возникнуть ситуации, когда требуются взаимоисключающие детерминанты и антикоагулянты, и в таких случаях следует задействовать более чем одну машину. Используемые в таком режиме пробоприемники заполняют в течение очень короткого промежутка времени, например, 1 - 2 мин, что приближается к получению “дискретной” пробы.

Если анализируется каждая проба, следует убедиться в том, что объем в каждом приемнике является достаточным для рассматриваемого анализа.

Важно, чтобы собственно автоматическая пробоотборная машина, или условия хранения проб внутри нее, не приводили к значительному разложению данной пробы, так как она окажется нетипичной. Пробоотборная линия, проходящая от точки взятия пробы до машины, не должна приводить к загрязнению пробы. Например, медный трубопровод не должен использоваться, если проводят анализ на металлы. Всегда предпочтительно использовать инертные материалы, например, ПТФУ или нержавеющую сталь. Это условие также распространяется на любой фильтр, который может быть установлен на входе. Для предотвращения выпадения в осадок твердых частиц адекватный поток должен поддерживаться во впускной трубе, и рекомендуется сохранять ее внутренний диаметр постоянно не более, чем 9 мм. Автоматические пробоотборные машины должны обладать способностью к промыванию любой остаточной пробы в пробоотборной линии. Любой соответствующий мертвый объем должен быть сведет к минимуму. Машина должны поддерживаться в работоспособном состоянии и регулярно чиститься, и важно, чтобы пробоотборная линия прочищалась с той же частотой, что и остальные узлы и детали пробоотборного оборудования для предотвращения накопления бактерий. Некоторые модели современных автоматических пробоотборных машин представляют собой "самочистящиеся" пробоотборники. Бутыли, линии и дозирующие системы промываются чистой водой всякий раз при замене бутылей. Пробы, которые не подлежат тестированию, автоматически удаляются, что позволяет пробоотборнику работать непрерывно без ненужного постоянного вмешательства со стороны оператора.

Во всех случаях машина должна тестироваться на предмет обеспечения удовлетворительной работы в исследуемой ситуации.

12.9 Подготовка пробоотборного оборудования

Подготовка пробоотборного оборудования должна проводиться согласно Таблице 2.

Таблица 2 — Подготовка к отбору проб

Оборудование	Подготовка
Пробоотборные сосуды Воронки Веревки Цепи Насадки Фильтры и фильтровальное оборудование	Проверка на царапины, признаки износа и непрочного крепления
Клети и средства для переноски проб	Проверка наличия достаточного количества для ежедневного использования. Осмотр с целью определения дефектов или признаков ухудшения характеристик. Если необходимо, протирают клети дезинфектантом
Антикоагулянты	Проверка в отношении того, что срок годности не превышен. Проверка пипетки и в случае необходимости ее замена. Обеспечение расслоения от порожних склянок для проб
Полевые инструменты	Проверяют дату действительности калибровки. Если это не так, прибор не используют и заменяют. Относительно хранения следуют инструкциям изготовителя и методам отбора проб
Испытательные комплекты	Проверяют пригодность испытательных комплектов, необходимых для выполнения суточных планов. Проверяют наличие инструкций изготовителя или рабочих инструкций. Проверяют срок годности, заменяют при необходимости. Хранят отдельно от склянок для проб
Ярлыки и документы на пробы	Если это отпечатанные ярлыки, проверяют по документации, чтобы они не отсутствовали
Средства личной безопасности	Проверяют, чтобы ежедневно имелись в достаточном количестве разовые перчатки, мобильные телефоны, ледовые якоря, аптечки, концы, защитные очки и т.д.
Ледовый якорь	Проверяют мотор на запуск и долото на заостренность.

13 Исключение загрязнения

13.1 Общее

Исключение загрязнения во время взятия проб является обязательным условием. Все вероятные источники загрязнения должны учитываться и должен применяться соответствующий метод контроля, если необходимо.

13.2 Источники загрязнения

Потенциальные источники загрязнения включают следующие:

a) остаток от предыдущих проб, осевший на стенках пробоприемников, воронок, ковшей, шпателей и другого оборудования;

b) загрязнение со стороны мест отбора проб при их взятии;

c) остаточная вода на веревках, цепях или насадок;

d) загрязнение воронок со стороны сохранившихся проб;

e) загрязнение колпачков и крышек бутылей пылью или водой;

f) загрязнение цилиндра шприцев и со стороны фильтровальной среды;

g) загрязнение от рук, пальцев, перчаток и при работе в целом;

h) загрязнение от выхлопных газов;

i) ненадлежащие пробоотборные устройства, бутыли и фильтры;

j) деградированные реагенты.

13.3 Контроль загрязнения

Контроль и идентификация загрязнения могут быть достигнуты посредством следующих действий, где это целесообразно:

a) путем принятия принципа максимизации степени изолирования для склянки с пробой от загрязнения, который способствует получения данных улучшенного качества;

b) путем принятия мер, направленных на исключения возмущений на месте отбора проб;

c) путем тщательного промывания оборудования;

d) путем тщательного промывания воронки изнутри и снаружи после взятия средней пробы от консервированных проб;

e) путем промывания цилиндра шприца и фильтровальной среды перед использованием;

f) путем надежного крепления колпачков и крышек склянок для исключения загрязнения;

g) путем протирки и сушки канатов, цепей или насадок между отборами проб и перед их хранением;

h) путем исключения прикасания к собственно пробе пальцами, руками или перчатками; это особенно важно при микробиологическом отборе проб, где контакт не должен происходить с внутренней частью или ободом склянки или колпачка;

i) путем установки всех ледовых якорей, средств передвижения и лодок на достаточном расстоянии в направлении ветра (и вниз по течению в случае с лодками), выждав несколько минут, которые отводятся для рассеяния выхлопных газов;

j) путем исследования каждой пробы или склянки с пробами на предмет обнаружения крупных предметов, например, листьев или детрита; если они отмечаются, бракуют пробу и отбирают новую.

k) путем использования соответствующих методов обеспечения качества, как, например, те, которые приведены в ISO 5667-14 [14].

14 Транспортировка и хранения проб на станции или в лаборатории

Если предполагается, что пробы были подвержены воздействию чрезмерного тепла, т.е. содержались в транспортном средстве в горячих условиях, то эти пробы (или их аналитические пробы, склонные к тепловой деградации) должны быть охлаждены. Транспортное средство предпочтительно должно быть оснащено холодильником (могут использоваться холодильные камеры, но они должны функционировать в таким режиме, который бы только исключал увеличение температуры). Необходимо отметить, что БПК пробы может быть уменьшено на 40 %, если ее хранить при высоких окружающих температурах или световых условиях в средстве транспортирования проб в течение 8 ч.

Пробы, которые не могут быть доставлены в лабораторию в течение одного дня, должны быть стабилизированы или законсервированы в соответствии с положениями ISO 5667-3 [3] или в соответствии с альтернативными и соответствующими методами сохранности, согласованными с данной лабораторией. Лаборатория несет ответственность за обеспечение сохранности после того, как данная проба была доставлена в нее.

Должна действовать система, которая четко бы определяла для курьера из лаборатории, какие пробы и прилагаемые рабочие документы подлежат доставке в лабораторию.

Пробы часто хранят в холодильнике станции (до 24 ч) или в морозильнике. При размораживании замороженные пробы часто выпадают в осадок и могут дать искаженные результаты, в особенности, в отношении пестицидов и соединений многохлористого дифенила. Если требуется провести химический анализ любого их этих соединений, то замораживание не требуется.

Все стадии сохранности должны быть отмечены в протоколе, наряду с температурой, измеренной и отмеченной на месте взятия пробы, если это целесообразно. В идеальном случае другие физические и химические параметры, например, показатель pH, должны определяться на месте взятия проб или как можно скорее впоследствии.

15 Идентификация проб и регистрация

15.1 Общее

Источник пробы и условия, при которых она была взята, должны регистрироваться, и соответствующая запись должна прилагаться к бутыли сразу же после ее наполнения. Анализ воды имеет ограниченное значение, если он не сопровождается подробной информацией о пробе.

Результаты любых анализов, проведенных на месте, также должны включаться в протокол и прилагаться к пробе. Бирки и формы всегда должны заполняться во время взятия проб. Пробоотборник никогда не должен использоваться для выполнения другой задачи, если не будет завершено оформление всей документации на месте.

Протокол взятия проб, должен включать, по крайней мере, следующую информацию:

a) местоположение и название участка отбора проб, с указанием координат и любой другой соответствующей информации, относящейся к его локализации;

b) подробности места взятия проб, включая тип пробы, например, вода, предназначенная для потребления людей, сточная вода;

c) дата взятия пробы;

d) время взятия пробы;

e) фамилия лица, проводившего взятие пробы;

f) тип пробы, например, отдельная проба, усредненная проба;

g) погодные условия;

h) наблюдения в полевых условиях;

i) температура воды;

j) характер любой предварительной обработки, включая сохранность;

k) метод взятия и любые подробности несоответствия стандартным условиям или методам отбора проб, например, проба, взятая через лед, сезонные наблюдения, наземная деятельность.

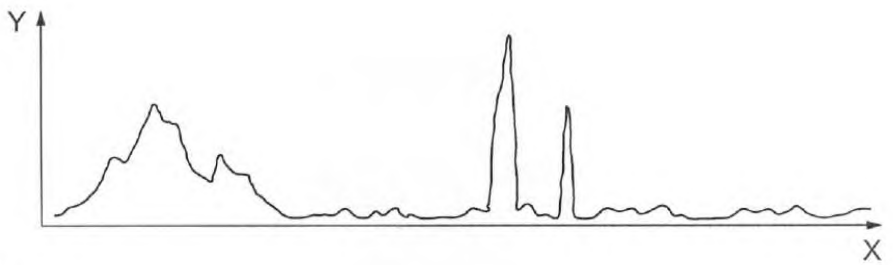
15.2 Пробы, которые могут быть использованы для легальных целей

Часто требуется установить систему охраны вещественных доказательств при их передаче, которая удостоверяет, кто именно несет ответственность за безопасное хранение данной пробы в течение всего времени между моментом взятия и завершением ее анализа. Судебная система отдельного штата определит требования, которые войдут в систему охраны вещественных доказательств. Сюда обычно включается документация, дополняющая ту, которая обычно используется в отношении нелегальных проб, с указанием дат, времени и подписи того лица, которое несет ответственность за взятые пробы. Система охраны вещественных доказательств при их передаче должна включать лицо, проводившего взятие пробы, лицо, доставляющее данную пробу на станцию, (если это другое лицо) – курьера из лаборатории и подтверждение того, что все части данной пробы, которые были отправлены, получены.

Курьер должен доставить пробу официально назначенному и ответственному лицу в лаборатории, которое должно заполнить регистрационную форму, и оригинал документа должен возвратить лицу, проводившему взятие пробы, оставив копию в лаборатории. Альтернативно, если пробы доставляются вне установленного нормального рабочего времени, потребуются определенное доказательство того, что данная проба надежно хранится на станции.

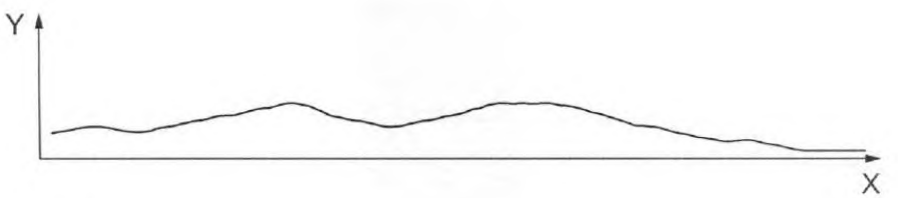
Приложение А
(информативное)

Диаграммы, иллюстрирующие типы периодических и непрерывных проб



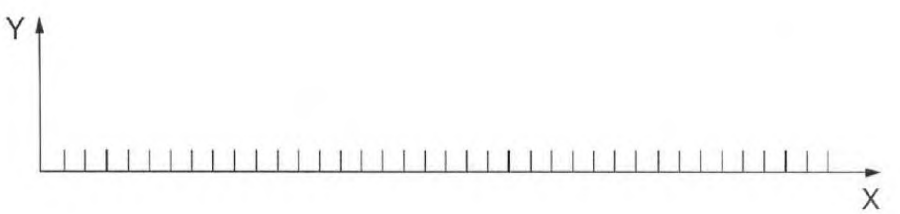
Обозначение
X время
Y концентрация

Рисунок А.1 — Непрерывное прямое измерение. Непрерывное оперативное измерение



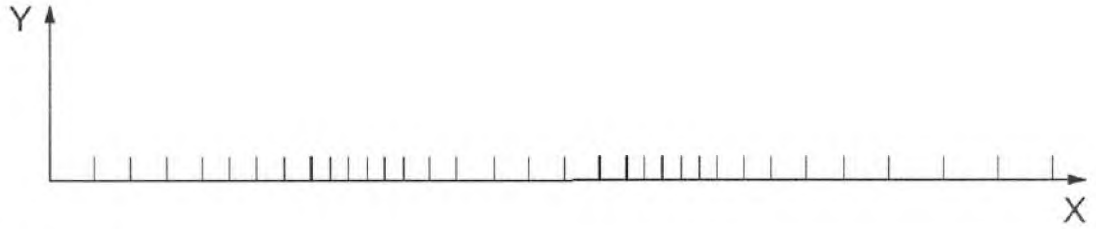
Обозначение
X поток
Y время

Рисунок А.2 — Периодические пробы. Временная шкала потока



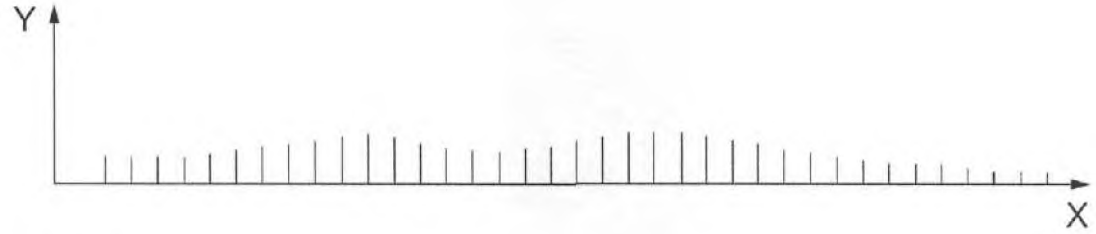
Обозначение
X время
Y объем

Рисунок А.3 — Периодические пробы. Периодические пробы, взятые при фиксированных временных интервалах (зависимых от времени)



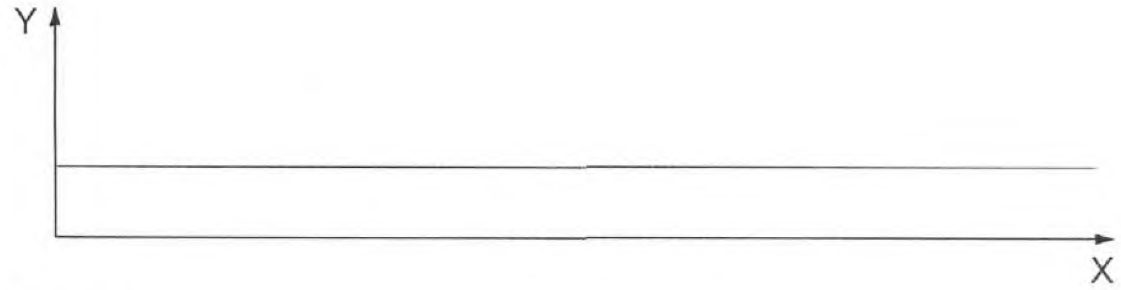
Обозначение
X время
Y объем

Рисунок А.4 — Периодические пробы. Периодические пробы, взятые при фиксированных потоковых интервалах (зависимых от объема)



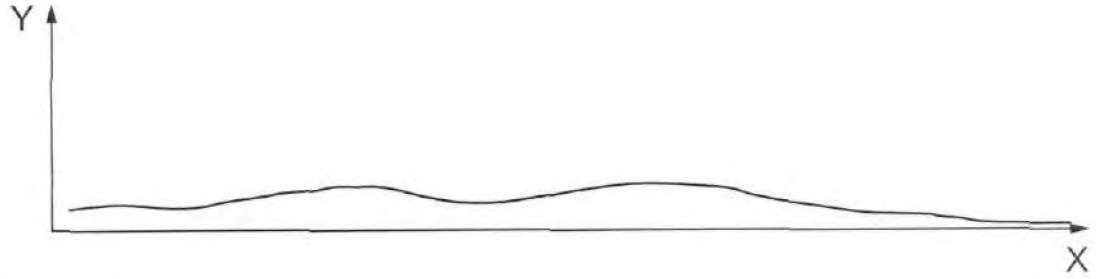
Обозначение
X время
Y объем

Рисунок А.5 — Периодические пробы. Периодические пробы, взятые при фиксированных потоковых интервалах (зависимых от потока)



Обозначение
X время
Y объем

Рисунок А.6 — Непрерывные пробы. Непрерывные пробы, взятые при фиксированных скоростях потока (зависимые от времени)



Обозначение
X = время
Y = объем

Рисунок А.7 — Непрерывные пробы. Непрерывные пробы, взятые при переменных скоростях потока (непрерывный поток)

Библиография

[1] ISO 2602, Статистическое толкование результатов испытаний. Оценка среднего. Доверительный интервал

[2] ISO 3534 (все части), Статистика. Словарь и условные обозначения

[3] ISO 5667-3, Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководящие указания по сохранению и обработке проб

[4] ISO 5667-4, Качество воды. Отбор проб. Часть 4. Руководящие указания по отбору проб из озер, естественных и искусственных

[5] ISO 5667-5, Качество воды. Отбор проб. Часть 5. Руководящие указания по отбору проб питьевой воды из очистных сооружений и трубопроводных систем

[6] ISO 5667-6, Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководящие указания по отбору проб из рек и ручьев

[7] ISO 5667-7, Качество воды, Отбор проб. Часть 7. Руководящие указания по отбору проб воды и пара в котельных

[8] ISO 5667-8, Качество воды. Отбор проб, Часть 8. Руководящие указания по отбору проб морских осаждений

[9] ISO 5667-9, Качество воды. Отбор проб. Часть 9. Руководящие указания по отбору проб морских вод

[10] ISO 5667-10, Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководящие указания по отбору проб сточных вод

[11] ISO 5667-11, Качество воды. Отбор проб. Часть 11. Руководящие указания по отбору проб грунтовых вод

[12] ISO 5667-12, Качество воды. Отбор проб. Часть 12. Руководящие указания по отбору проб донных осадков

[13] ISO 5667-13, Качество воды. Отбор проб. Часть 13. Руководящие указания по отбору проб осадков станций очистки сточных вод

[14] ISO 5667-14, Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководящие указания по обеспечению качества при взятии и обработке проб природных вод

[15] ISO 5667-16, Качество воды. Отбор проб. Часть 16. Руководящие указания по биотестированию проб

[16] ISO 5667-17, Качество воды. Отбор проб. Часть 17. Руководящие указания по отбору проб взвешенных наносов

[17] ISO 5667-18, Качество воды. Отбор проб. Часть 18. Руководящие указания по отбору проб грунтовой воды на загрязненных участках

[18] ISO 5667-19, Качество воды. Отбор проб. Часть 19. Руководящие указания по отбору проб морских отложений

[19] ISO 7828, Качество воды. Методы биологического отбора проб. Руководящие указания по ручному отбору проб сетью водных бентических крупных беспозвоночных

[20] ISO 8265, Качество воды. Конструирование и применение количественных пробоотборников для бентических крупных беспозвоночных на каменистых субстратах в мелких пресных водах

[21] ISO 9391, Качество воды. Отбор проб в глубоких водах для крупных беспозвоночных. Руководящие указания по использованию колонизации, количественных и качественных пробоотборников

[22] ISO 16665, Качество воды. Руководящие указания по количественному отбору проб и обработке проб морской мягкодонной макрофауны

[23] ISO 19458, Качество воды. Отбор проб для микробиологического анализа

[24] Руководство по выражению погрешности измерения (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP и OIML, 1993[2])

МКС 13.060.45

Ключевые слова: отбор проб, программа отбора проб, идентификация проб, контроль загрязнения

[2] Исправлено и переиздано в 1995 г.

gost.e-ecolog.ru