МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии
и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

РЕКОМЕНДАЦИИ

**Р
52.24.353 –
2012**

ОТБОР ПРОБ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД

Ростов-на-Дону
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНЫ федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ А.А. Назарова, канд. хим. наук, Л.В. Боева, канд. хим. наук, Е.Л. Селютина

3 СОГЛАСОВАНЫ с ФГБУ «НПО «Тайфун» 19.03.2012
и УМЗА Росгидромета 05.05.2012

4 УТВЕРЖДЕНЫ Заместителем Руководителя Росгидромета 10.05.2012

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНЫ ФГБУ «НПО «Тайфун» за номером Р 52.24.353–2012 от 31.05.2012

6 ВВЕДЕНЫ взамен Р 52.24.353-94 Отбор проб поверхностных вод суши и очищенных сточных вод



© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ», 2012

Содержание

1 Область применения ... 1
2 Нормативные ссылки ... 1
3 Термины и определения ... 2
4 Задачи и виды программ отбора проб воды ... 2
4.1 Задачи отбора проб воды ... 2
4.2 Программы контроля качества ... 2
4.3 Программы характеристики качества ... 3
4.4 Программы исследования причин загрязнения ... 3
5 Выбор места отбора проб воды ... 3
6 Выбор частоты и времени отбора проб воды ... 7
7 Виды проб и виды отбора проб воды ... 12
8 Техника отбора проб воды. Оборудование для отбора проб воды ... 14
8.1 Техника отбора проб воды ... 14
8.1.1 Отбор проб с мостов ... 14
8.1.2 Отбор проб с судов ... 14
8.1.3 Отбор проб в районе брода ... 14
8.1.4 Отбор проб с берега ... 14
8.1.5 Отбор проб с использованием канатных переправ ... 14
8.1.6 Отбор проб с вертолета ... 14
8.2 Оборудование для отбора проб воды ... 15
9 Предварительная обработка, хранение и транспортирование проб ... 16
10 Требования безопасности при отборе проб ... 18
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола (акта) отбора проб воды ... 20
Приложение Б (рекомендуемое) Консервация и хранение проб воды ... 21
Приложение В (рекомендуемое) Контроль качества пробоотбора воды ... 33
Библиография ... 35

РЕКОМЕНДАЦИИ

ОТБОР ПРОБ ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД

Дата введения – 2012–04–02

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на поверхностные воды суши и очищенные сточные воды и устанавливают виды программ отбора проб воды, методы отбора проб, способы предварительной обработки и хранения проб, общие сведения об устройствах, применяемых для отбора и хранения проб воды при определении химических показателей, требования безопасности при отборе проб.

Настоящие рекомендации предназначены для организаций, осуществляющих наблюдение и контроль качества поверхностных вод суши и очищенных сточных вод, идентификацию источников загрязнения, научные исследования на водных объектах.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия;

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков;

ИСО 5667/1-2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб;

ИСО 5667/2-1991 Качество воды. Отбор проб. Часть 2. Руководство по составлению методик выборочного контроля;

ИСО 5667/3-2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды;

ИСО 5667/4-1987 Качество воды. Отбор проб. Часть 4. Руководство по отбору проб из естественных и искусственных озер;

ИСО 5667/6-2005 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и потоков;

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб;

РД 52.24.309-2011 Организация и проведение режимных наблюдений за состоянием и загрязнением поверхностных вод суши;

РД 52.24.509-2005 Внутренний контроль качества гидрохимической информации;

Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. - Л.: Гидрометеоиздат, 1983.- 316 с.

3 Термины и определения

3.1 **пункт наблюдений за загрязнением поверхностных вод суши:** Место на водоеме или водотоке, в котором производят комплекс работ для получения данных о составе и свойствах воды, предназначенных для последующего обобщения во времени и пространстве и представления обобщенной систематической информации заинтересованным организациям.

Примечание - При наличии в населенном пункте источников загрязнения под пунктом следует понимать весь участок водоема или водотока, на котором расположен населенный пункт, но не отдельные источники загрязнения. Наименование пункта дается по наименованию постоянного ориентира (населенный пункт, шахта, электростанция, устье реки, плотина и т. д.) для определенного водного объекта (например, г. Ростов-на-Дону, р. Дон).

3.2 **створ пункта наблюдений:** Условное поперечное сечение водоема или водотока, в котором производят комплекс работ для получения данных о показателях состава и свойствах воды.

4 Задачи и виды программ отбора проб воды

4.1 Задачи отбора проб воды

Программы отбора проб воды зависят от задач пробоотбора. В соответствии с ИСО 5667/1 установлены три основные задачи отбора проб:

- контроль качества воды данной водной системы для принятия корректирующих мер кратковременного характера;
- наблюдения за качеством воды, предназначенные для обнаружения изменений долгосрочного характера;
- исследования качества воды с целью идентификации источников загрязнения.

Задачи отбора проб определяют содержание следующих программ:

- программы контроля качества;
- программы характеристики качества;
- программы исследования причин загрязнения.

4.2 Программы контроля качества

Программы контроля качества включают проверку соответствия показателей качества воды нормативам качества воды. Такие программы чаще всего используются службами государственного

контроля и надзора: Федеральным агентством водных ресурсов, Федеральной службой по надзору в сфере природопользования.

4.3 Программы характеристики качества

Программы характеристики качества воды включают определение концентраций веществ на протяжении определённого периода времени. Программы могут быть краткосрочными и долгосрочными, а результаты регулярных наблюдений являются основой оценки состояния водных объектов, которую выполняет Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет).

4.4 Программы исследования причин загрязнения

Программы исследования причин загрязнения водного объекта определяют характеристики загрязняющих выбросов неизвестного происхождения. Такие программы основаны на знании природы загрязняющих веществ и совпадении периодичности появления загрязнения с периодичностью отбора проб воды. Отбор проб в этом случае следует проводить пропорционально частоте появления загрязнения.

5 Выбор места отбора проб воды

5.1 Отбор проб воды может быть связан с решением различных частных задач:

- оценка качества воды в пределах бассейна реки;
- определение пригодности воды водного объекта для бытовых целей и питья;
- определение пригодности воды водного объекта для сельскохозяйственного использования;
- определение пригодности воды водного объекта для развития рыболовства;
- оценка воздействия землепользования на качество воды водного объекта;
- изучение воздействия инженерных работ на водном объекте на качество воды.

5.2 При выборе местоположения пунктов наблюдений для отбора проб воды необходимо учитывать рекомендации [1] и РД 52.24.309, провести предварительные исследования на водном объекте и собрать информацию о всех факторах, влияющих на качество воды: наличие населённых пунктов, водозаборов, поступление сточных вод, сведения о географии, топографии, гидрологии, гидрогеологии, оценить значимость факторов, влияющих на качество воды для различных видов водопользования. Одновременно следует учитывать доступность места отбора проб при любых погодных условиях, удалённость от лаборатории, выполняющей анализ, трудоёмкость отбора проб, вопросы безопасности.

При выборе места и конкретных точек отбора проб необходимо учитывать расстояние, которое требуется для полного смешивания сточных вод с принимающими водами.

5.3 Режимные наблюдения за загрязнением поверхностных вод суши по физическим, химическим и биологическим показателям осуществляют оперативно-производственные подразделения Росгидромета в рамках государственной службы наблюдений за состоянием окружающей природной среды. Основные принципы организации и проведения наблюдений за загрязнением поверхностных вод суши установлены в РД 52.24.309.

5.4 Расположение пунктов наблюдений на водном объекте определяют с учетом существующего использования водоема или водотока для нужд народного хозяйства на основании предварительных исследований по схеме, аналогичной рекомендуемой международными организациями.

5.5 В соответствии с РД 52.24.309 пункты наблюдений организуют на водоемах и водотоках в районах:

- расположения городов и крупных поселков, сточные воды которых сбрасываются в водоемы и водотоки;
- сброса сточных вод отдельно стоящими крупными промышленными предприятиями (заводами, рудниками, шахтами, нефтепромыслами, электростанциями и т.п.), территориально-производственными комплексами, сельскохозяйственными комплексами;
- мест нереста и зимовья ценных и особо ценных промысловых организмов;
- предплотинных участков рек, являющихся важными для рыбного хозяйства;
- пересечения реками государственной границы;
- замыкающих створов больших и средних рек;
- устьев загрязненных притоков больших водоемов и водотоков.

Для изучения природных процессов и определения фонового состояния воды водоемов и водотоков пункты наблюдений создают также на не подверженных антропогенному воздействию участках, в том числе на водоемах и водотоках, расположенных на территориях государственных заповедников и природных национальных парков и являющихся уникальными природными образованиями.

5.6 При выборе точного места отбора необходимо, чтобы проба была репрезентативной (адекватной водному объекту в данном месте), т.е. вода должна быть отобрана в створе полного смешения по вертикальному и горизонтальному профилям.

5.7 Все предполагаемые места отбора на водном объекте должны быть изучены на предмет однородности по поперечному сечению в месте отбора проб. Это осуществляется путем отбора проб через интервалы по поперечному сечению на различных глубинах. Рекомендации по

проведению таких исследований в зависимости от размера реки с учётом [1] приведены в таблице 1. Исследуемыми показателями могут быть те, которые обычно определяют непосредственно на водном объекте: электропроводность, температура, pH, растворенный кислород.

5.8 Пункты наблюдений на водном объекте следует размещать в местах, в которых производится измерение речного стока (на гидрологических постах или вблизи их, в точках, где не происходит значительного изменения речного стока), чтобы иметь данные о расходе воды и возможность рассчитать массу стока различных определяемых веществ. Иногда можно произвести расчет стока косвенно, учитывая данные двух или более водомерных станций, или провести полевые исследования.

5.9 Место отбора проб должно быть доступно при любых погодных условиях, оно не должно быть слишком удаленным от лаборатории, в которой производится анализ.

Отобранная проба воды по сохранности содержит три типа изучаемых показателей:

1) консервативные, длительно сохраняющиеся (хлориды, сульфаты и т.д.);

2) неконсервативные, сохраняющиеся ограниченное время (биогенные элементы, ионы металлов);

3) нестойкие (биохимическое потребление кислорода, кислород и т.д.).

Время доставки пробы в лабораторию не должно превышать 24 ч для первых двух типов показателей. Нестойкие пробы воды следует обрабатывать на месте отбора.

Таблица 1 - Изучение однородности воды по поперечному сечению реки

Среднегодовой расход воды, $м^3/с$	Классификационное название водотока	Количество створов пунктов наблюдений и отбора проб. шт.	Количество горизонтов на вертикалях (глубинах) в створах пунктов наблюдений и отбора проб[1)], шт.
Менее 5	Небольшой ручей	2	1
От 5 до 150 включ.	Ручей	4	2
Св. 150 до 1000 ключ.	Река	6	3
Св.1000	Большая река	Минимум 6, как в случае «Река»; по мере увеличения размеров реки количество створов увеличивается с коэффициентом 2 на каждые 100 $м^3/с$	4

[1)] Пробы следует отбирать на глубине по крайней мере 30 см от поверхности и не менее чем на 30 см выше уровня дна, не затрагивая донные отложения.

При выборе места отбора следует уделять внимание вопросам безопасности, т.е. отбор проб не должен быть сопряжен с риском для жизни.

5.10 В соответствии с РД 52.24.309 при отсутствии организованного сброса сточных вод на водотоках устанавливают по одному створу: в устьях загрязняющих притоков, на незагрязненных участках водотоков, на предплотинных участках рек, на замыкающих участках рек, в местах пересечения водотоком государственной границы.

5.11 При наличии организованного сброса сточных вод на водотоках устанавливают два створа или более. Один из них располагают выше источника загрязнения, другой – ниже источника (или группы источников) загрязнения. Верхний створ устанавливают на 1 км выше источника загрязнения. При выборе створа ниже источника загрязнения необходимо, чтобы он был расположен в месте достаточно полного смешения сточных вод с водой водотока. При этом следует предварительно рассчитать створ полного смешения, в затем уточнить его местоположение во время обследования участка путем измерения характерных консервативных показателей состава воды. На реках, где створ гарантированного смешения находится далеко от источника загрязнения, влияние источника на физические свойства и химический состав воды в створе смешения может быть не обнаружено из-за малых расходов сточных вод по сравнению с расходами речных вод.

В этом случае створ устанавливают исходя из интересов водопользователя, в частности, на реках, используемых для нужд рыбного хозяйства, - не далее 0,5 км от места сброса сточных вод ниже по течению.

5.12 При наличии группы источников загрязнения верхний створ располагают выше первого источника, нижний – ниже последнего.

Между створами выше и ниже источников загрязнения с учётом интересов народного хозяйства могут быть установлены дополнительные створы, характеризующие влияние отдельных источников загрязнения.

5.13 При наличии на водотоке нескольких рукавов створы располагают на тех из них, где наблюдаются наибольшие расходы и/или нарушения норм качества воды водотоков.

5.14 На водоемах (озерах, водохранилищах) наблюдение и контроль проводят по водоему в целом или на отдельных загрязненных участках. При контроле по водоему в целом с учетом геоморфологии береговой линии и других факторов устанавливают не менее трех створов, по возможности равномерно распределенных по акватории.

При контроле на отдельных загрязненных участках водоема створы устанавливают с учетом условий водообмена. На водоемах с интенсивным водообменом расположение створов аналогично расположению на водотоках.

5.15 Границу зоны загрязненности (той части водоема, в которой нарушены нормы качества воды по одному или нескольким показателям) устанавливают по размерам максимальной зоны загрязненности, определенной расчетным путем согласно ГОСТ 17.1.1.02 и уточненной при проведении обследования водоема.

5.16 На водоемах с умеренным и замедленным водообменном один створ устанавливают в не подверженной загрязнению части водоема, другой совмещают со створом сброса сточных вод; остальные створы проходят параллельно, по обе стороны от створа сброса сточных вод (не менее двух – на расстоянии 0,5 км ниже места сброса сточных вод и непосредственно перед местом сброса).

5.17 По рекомендациям [1] при выборе местоположения створов пунктов наблюдений и отбора проб на водоёме (озеро, водохранилище) необходимо учитывать объем водоёма, площадь его поверхности, среднюю глубину, время обновления воды, а также информацию о его температурных, батиметрических, гидравлических и экологических характеристиках. Ориентировочно число пунктов наблюдений и отбора проб может равняться округленному логарифму площади водоёма, выраженной в квадратных километрах. Рекомендуется следующая минимальная программа отбора проб на водоёме:

- на двух глубинах (на поверхности и у дна), если глубина водоёма не превышает 10 м;
- на трех глубинах (на поверхности, в термоклине и у дна) для водоёма глубиной около 30 м;
- на нескольких глубинах (на поверхности, в верхнем гиполимнионе, у дна) для водоёма глубиной более 30 м.

Для водоёма глубиной более 100 м отбор проб рекомендуется проводить в дополнительных точках на различных глубинах.

5.18 Рекомендуемая форма протокола (акта) отбора проб воды приведена в приложении А.

6 Выбор частоты и времени отбора проб воды

6.1 Качество воды в различных водных объектах редко бывает постоянным по времени, оно подвержено постоянным изменениям. Между скоростью изменения одних параметров существует некоторая взаимосвязь, другие могут изменяться независимо. При измерении среднего, максимального и минимального значений показателей состава и свойств воды за какой-либо период времени близость измеряемых значений к истинным зависит от изменчивости показателей и количества отобранных проб. Чем большее количество проб использовали для определения значений показателей, тем уже будут пределы возможных различий между наблюдаемыми и истинными значениями.

Непостоянство качества воды обусловлено количественными изменениями концентрации веществ, поступающих в водный объект. Такие изменения могут быть вызваны естественными причинами или являться результатом деятельности человека; они могут носить циклический или случайный характер.

6.2 Случайные изменения обусловлены нерегулярными причинами и предсказать их зачастую невозможно. Может иметь место аварийная утечка, просачивание, стихийные явления.

6.3 Циклические ежегодные изменения могут определяться режимами выпадения дождей, таянием снегов или сезонными изменениями температуры. Сезонный рост и отмирание растительности также являются причиной циклических изменений в составе воды, при этом скорости процессов самоочищения и нитрификации в значительной степени зависят от температуры.

Наблюдаются также и суточные циклы естественного происхождения, связанные с процессом фотосинтеза, они определяют pH воды и содержание растворенного кислорода.

Промышленная, сельскохозяйственная и бытовая деятельность человека может вызвать циклические изменения, обусловленные циклами водосбросов и водозаборов. Деятельность человека, связанная с выработкой электроэнергии или с движением судов, как правило, приводит к циклическим изменениям качества воды, но эти изменения могут носить и случайный характер.

6.4 Амплитуда колебаний параметров качества воды в водоемах и водотоках различна. Она наиболее велика в водотоках, причин тем больше, чем ближе точка отбора пробы к источнику, вызывающему изменения. Перемешивание воды по мере удаления от этого источника сглаживает неоднородности. Однако вследствие увеличения расстояния между источником, вызывающим изменения и точкой отбора проб будет происходить не только снижение амплитуды колебаний, но и разбавление, а значения некоторых параметров уменьшатся за счет процессов самоочищения, образования отложений и адсорбции. Это необходимо учитывать, если пункты отбора проб используются с целью контроля качества воды.

6.5 В водоемах масса воды и хорошее горизонтальное перемешивание обеспечивают незначительный водообмен вблизи места отбора проб. Во многих водоемах обнаружены явно выраженные сезонные изменения, обусловленные термической стратификацией, термическим перемешиванием и биологической активностью.

Если изменения носят циклический характер и отбор проб производится также циклично, то можно оценить произошедшие за цикл изменения качества воды.

Программа отбора может предусматривать случайный выбор времени отбора, но в этом случае следует отбирать пробы более или менее равномерно в течение года.

6.6 Для установления частоты отбора проб необходимы предварительные исследования, включающие на первом этапе сбор информации обо всех влияющих на качество воды факторах, а также о требованиях, предъявляемых к качеству воды в данном месте. Если собранных данных недостаточно, проводят исследование, полная схема которого выглядит следующим образом:

1) еженедельный отбор проб в течение года;

2) ежедневный отбор проб непрерывно в течение одной недели каждую 13-ю неделю (четыре периода отбора в течение года);

3) отбор проб каждый час в течение 1 сут с периодичностью 13 недель (четыре периода в течение года, 24 пробы за период);

4) отбор проб каждые 4 ч в течение 1 недели с периодичностью 13 недель (42 пробы за период).

Используя указанную выше схему, приспособленную к местным условиям, можно получить разнообразные статистические характеристики годовых, квартальных, ежедневных и месячных распределений. Предложенные варианты исследования рекомендуются для рек, которые подвержены наибольшим изменениям.

Для водоёмов рекомендуются следующие варианты предварительного исследования: 5 последовательных дней в самое теплое время года, 5 последовательных дней каждые 13 недель.

Информация, полученная при предварительном исследовании, позволит подтвердить относительную значимость изучаемых показателей, оценить пределы колебаний между их действительными значениями и критическими уровнями, дать основу для установления соответствующей точности и доверительных интервалов при определении некоторых параметров.

Рекомендуемая частота отбора проб в течение года для международной программы ГСМОС/Вода представлена в таблице 2.

Если предварительное исследование по какой-либо причине не производится, можно принять для первого года наблюдений следующую частоту отбора проб: для водотоков - каждые 2 недели; для водоёмов – каждые 2 месяца; для подземных вод - каждые 3 месяца.

6.7 В Государственной службе наблюдений за состоянием окружающей среды частота отбора проб воды и виды программ связаны с категорией пунктов наблюдений. В соответствии с РД 52.24.309 категорию пункта определяют с учетом комплекса факторов.

6.7.1 Пункты наблюдений категории 1 расположены на средних, больших (по ГОСТ 17.1.1.02) водоемах или водотоках, имеющих важное народнохозяйственное значение:

- в районах городов с населением свыше 1 млн жителей;

- в местах нереста и зимовья особо ценных видов промысловых организмов;

- в районах повторяющихся аварийных сбросов загрязняющих веществ и заморных явлений среди водных организмов;

Таблица 2 - Рекомендуемая частота ежегодного отбора проб для станций программы ГСМОС/Вода

Тип станции	Частота отбора проб воды водных объектов за год наблюдений		
	Река/ручей	Озеро/водохранилище	Подземные воды
Фоновая	Минимум 4 раза, высокий и низкий уровни воды; оптимально 24 раза, т.е. отбор проб каждые 2 недели и ежедневно для определения общего количества взвешенных частиц	Минимум 1 раз при термическом перемешивании (в месте стока из озера; оптимально 1 раз при термическом перемешивании и 1 раз вертикальный профиль в конце периода стратификации	-
Для выявления тенденций	Минимум 12 раз для больших водосборных бассейнов (около 100 000 км^2); максимум 24 раза для водосборных бассейнов с небольшой площадью (около 10 000 км^2)	При изучении эвтрофикации - 12 раз, в том числе летом 2 раза в мес. При прочих исследованиях: минимум 1 раз при термическом перемешивании; максимум 2 раза из которых 1 при перемешивании и 1 при максимальной термической стратификации	Минимум 1 раз для больших стабильных водоносных постов; максимум 4 раза для небольших аллювиальных водоносных горизонтов. Карстовые водоносные пласты так же, как для рек
Для изучения глобальных речных потоков	Большие бассейны (более 200 000 км^2) [1]: а) 6 раз -для некоторых взвешенных форм металлов[2]; б) 12 раз - для прочих показателей; Небольшие бассейны (менее 200 000 км^2) [1]; а) 24 раза - для основных показателей состава воды[3]; б)12 раз - для биогенных веществ, органических загрязняющих веществ и некоторых металлов[4]; в) 6 раз - для анализа взвешенных веществ[2].		-

[1] Рекомендуется постоянная запись расхода воды, а также еженедельный отбор проб для определения общего количества взвешенных веществ.

[2] Для мышьяка, кадмия, хрома, меди свинца, ртути, селена, цинка.

[3] Для температуры, pH, электропроводности, растворенного кислорода, кальция, магния, натрия, калия, хлоридов, сульфатов, щелочности, суммы нитратов и нитритов, общего фильтруемого и нефильтруемого фосфора, кремния, хлорофилла *а*, органического растворенного и взвешенного углерода, растворенного и взвешенного органического азота.

[4] Для растворенных фракций и взвешенных веществ: алюминия, железа, марганца, а также для растворенного мышьяка, кадмия, хрома, меди, свинца, ртути, селена и цинка.

- в районах организованного сброса сточных вод при высокой загрязненности воды.

Допускается располагать пункты контроля категории 1 на малых водоемах и водотоках.

6.7.2 Пункты наблюдений категории 2 располагаются на водоемах и водотоках:

- в районах городов с населением от 0,5 до 1,0 млн жителей;
- в местах нереста и зимовья ценных видов промысловых организмов;
- на важных для рыбного хозяйства предплотинных участках рек;
- в местах организованного сброса дренажных сточных вод с орошаемых территорий и промышленных сточных вод;
- при пересечении реками государственной границы;
- в районах со средней загрязненностью воды.

6.7.3 Пункты наблюдений категории 3 располагаются на водоемах и водотоках:

- в районах городов с населением менее 0,5 млн жителей;
- на замыкающих участках больших и средних рек;
- в устьях загрязненных притоков больших рек и водоемов;
- в районах организованного сброса сточных вод при низкой загрязненности воды.

6.7.4 Пункты наблюдений категории 4 располагают на незагрязненных участках водоемов и водотоков, а также на водоемах и водотоках, расположенных на территории государственных заповедников и природных национальных парков, являющихся уникальными природными образованиями.

6.7.5 В пунктах категории 1 наблюдения по гидрохимическим и гидрологическим показателям проводят в соответствии с РД 52.24.309:

- ежедневно в первом после выпуска сточных вод створе (по сокращенной программе 1). Кроме того, отбирают пробу воды в объеме не менее 5 $дм^3$ для хранения в течение 5 сут на случай необходимости проведения гидрохимического анализа при чрезвычайных ситуациях (заморных явлениях, гибели рыбы и т.д.);
- ежедекадно (по сокращенной программе 2);
- ежемесячно (по сокращенной программе 3);
- в основные фазы водного режима (по обязательной программе).

6.7.6 В пунктах категории 2 наблюдения по гидрохимическим и гидрологическим показателям проводят в соответствии с РД 52.24.309:

- ежедневно (визуальные наблюдения);
- ежедекадно (по сокращенной программе 1);
- ежемесячно (по сокращенной программе 3);
- в основные фазы водного режима (по обязательной программе).

6.7.7 В пунктах категории 3 наблюдения по гидрохимическим и гидрологическим показателям проводят в соответствии с РД 52.24.309:

- ежемесячно (по сокращенной программе 3);
- в основные фазы водного режима (по обязательной программе).

6.7.8 В пунктах категории 4 наблюдения по гидрохимическим и гидрологическим показателям проводят в основные фазы водного режима (по обязательной программе) в соответствии с РД 52.24.309.

6.7.9 Наблюдения по обязательной программе на большинстве водотоков проводят 7 раз в год: во время половодья – на подъеме, пике и спаде, во время летней межени – при наименьшем расходе и при прохождении дождевого паводка, осенью перед ледоставом, во время зимней межени.

На отдельных водотоках периодичность наблюдений по обязательной программе может иметь свои особенности, связанные с водным режимом:

- на водотоках с длительным (более месяца) половодьем количество наблюдений увеличивается до 8 раз в год (пробы отбирают на подъеме, пике, в начале и конце спада половодья);
- на водотоках с устойчивой летней меженью, где осенний подъем воды выражен слабо, количество наблюдений снижается до 5 – 6 раз в год;
- на временных водотоках количество наблюдений снижается до 3 – 4 раз в год;
- на водотоках, характеризующихся паводочным режимом в течение всего года, количество наблюдений должно быть не менее 8 раз;
- на водотоках, расположенных в горных районах, количество наблюдений может колебаться от 4 до 11 раз в год и определяется типом водотока.

7 Виды проб и виды отбора проб воды

7.1 При исследовании качества воды необходимы данные о концентрации веществ в пробах, отобранных в определенном месте или в течение определенного промежутка времени. В зависимости от этого различают точечную и составную пробы по ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592.

7.2 Точечная проба характеризует состав воды в данное время в данном месте. Её получают однократным отбором требуемого количества воды. Точечные пробы используют в тех случаях, когда вода неоднородна, значения показателей непостоянны и применение составной пробы маскирует различия между отдельными пробами. Точечные пробы необходимы для определения содержания нестойких показателей (растворенные газы, растворенные сульфиды и т.д.).

7.3 Составная проба характеризует средний состав воды за определенный промежуток времени в определенном объеме. Её получают смешиванием точечных проб, взятых одновременно в различных местах водного объекта (усреднение по объему) или в одном и том же месте через определенные промежутки времени (усреднение по времени). В случае необходимости можно отобрать пробу, усредненную по месту и времени.

Составную пробу обычно получают смешиванием равных объемов проб, отобранных через равные промежутки времени. Этот способ пригоден только в том случае, если все точки исследуемого водного объекта равноценны или если в месте отбора проб постоянный расход воды.

Если это условие не выполняется, то готовят среднюю пропорциональную пробу из различных объемов проб, взятых через равные интервалы времени, или из равных объемов проб, взятых через различные интервалы времени таким образом, чтобы объем или число проб соответствовали расходу воды в данном месте.

Составная проба тем точнее, чем меньше интервалы между отдельно взятыми составляющими её пробами; наилучший результат можно получить при автоматизированном непрерывном отборе проб.

Составную пробу не рекомендуется отбирать за период более суток. При необходимости длительного хранения пробу следует консервировать.

Составную пробу не следует применять для определения веществ и характеристик воды, легко подвергающихся изменениям (растворенные газы, pH и т.д.). Эти определения делают в каждой составляющей пробы отдельно. Составную пробу нельзя использовать и в том случае, если состав воды значительно изменяется во времени.

7.4 При выполнении мониторинга качества воды обычно отбирают серии точечных проб, но можно использовать и составные пробы.

7.5 Объем отбираемой пробы зависит от вида и числа определяемых показателей, их концентрации в водном объекте, применяемой методики определения. Для поверхностных вод этот объем обычно составляет от 1 до 5 $дм^3$.

7.6 Отбор проб воды в зависимости от вида водного объекта может быть следующим:

- отбор проб из открытого водоема;
- отбор проб из открытого водотока;
- отбор проб из трубопровода;
- отбор проб атмосферных осадков;
- отбор проб подземных вод.

Каждый вид отбора проб имеет свои особенности. В настоящих рекомендациях рассматриваются только первые два вида отбора проб.

При отборе проб очищенных сточных вод необходимо стремиться к отбору пробы не в трубопроводах и колодцах, а прямо в водном объекте в месте выпуска.

7.7 Отбор проб может быть периодическим, регулярным, нерегулярным.

При периодическом отборе пробы отбирают в определенные промежутки времени (с использованием хронометра).

Регулярный отбор проб проводят с целью получения информации о пространственно-временных характеристиках состава и свойств воды.

Нерегулярный отбор проб проводят при необходимости определения возможных или ожидаемых изменений характеристик состава и свойств воды (при аварийных ситуациях, залповых выбросах загрязняющих веществ и т.д.).

8 Техника отбора проб воды. Оборудование для отбора проб воды

8.1 Техника отбора проб воды

8.1.1 Отбор проб с мостов

Такой отбор имеет свои преимущества и недостатки. К мостам обычно имеется хороший доступ, можно точно определить место взятия пробы, контролировать точку отбора пробы как по вертикали, так и по горизонтали, можно безопасно производить отбор проб при любых погодных условиях и при любом состоянии водотока. Неудобства связаны с движением дорожного транспорта, а также судов по реке.

8.1.2 Отбор проб с судов

Отбор проб с судов является гибкой формой отбора проб, поскольку может быть осуществлен в любой точке продольного или поперечного сечения реки. Однако необходимо точно привязать точку отбора проб к наземным ориентирам. Необходимо убедиться, что судно не нарушило донные отложения и они не попали в пробу.

Большие судна недостаточно маневренны. Более маневренными являются небольшие лодки, перевозимые на автомобиле, или лодки, постоянно находящиеся в пунктах отбора.

8.1.3 Отбор проб в районе брода

При отборе проб в малых реках неизбежно нарушаются придонные слои вод. Поэтому оператор должен входить в воду ниже по течению от места отбора.

8.1.4 Отбор проб с берега

Эту форму отбора проб следует применять только при отсутствии других возможностей. Пробу предпочтительно отбирать в местах с быстрым течением или с внешнего берега излучины реки, где обычно она глубокая и быстрая.

8.1.5 Отбор проб с использованием канатных переправ

Для отбора проб могут быть приспособлены канатные переправы, с помощью которых осуществляют измерения скорости потока. Их применяют на малых реках.

8.1.6 Отбор проб с вертолета

Преимуществом отбора проб с вертолета является возможность взятия пробы из любой точки реки или водоёма, до которых трудно добраться, экономия времени и большая производительность. Недостатком является высокая стоимость работ.

8.2 Оборудование для отбора проб воды

8.2.1 При отборе пробы с поверхности водоема или водотока чаще всего используют стеклянную (полиэтиленовую) бутыль или эмалированное ведро.

8.2.2 При отборе проб с определенной глубины используют оборудование различных конструкций. Основной их частью является цилиндрический сосуд (пластмассовый, металлический), открытый с обеих сторон и снабженный плотно прилегающими крышками, закрывающимися при помощи пружины фиксированными спусковыми устройствами. Последние приводятся в действие при помощи вспомогательного троса или посредством удара груза, опускаемого по подвешенному тросу. Сосуд с крышками, зафиксированными в открытом положении, погружают в воду до требуемой глубины. После достижения требуемой глубины при помощи спускового устройства закрывают крышки, и сосуд поднимают на поверхность. Пробу выливают в бутыль через выпускной кран. Пробоотборник можно снабдить термометром для одновременного измерения температуры.

Наиболее распространены следующие пробоотборники вертикальной конфигурации:

- батометр вакуумный ГР-61, глубина погружения до 20 м, объем выбираемой воды 3 дм^3;
- батометр - бутылка в грузе ГР-15 м, глубина погружения от 1 до 5 м, объем 1 дм^3;
- батометр –бутылка на штанге ГР-16 м, глубина погружения до 3 м, объем 1 дм^3;
- батометр Молчанова ГР-18, глубина погружения до 40 м, объем 4 дм^3, измерение температуры от 6 °С до 41 °С;
- батометр морской БМ-48, глубина погружения зависит от используемой лебедки, об ъем от 5 до10 дм^3.

Более подробные технические характеристики пробоотборников приведены в инструкциях к ним.

8.2.3 Общие требования к пробоотборникам:

- пробоотборники должны обеспечивать герметичность сосуда с пробой;
- материал пробоотборников должен быть химически стойким и исключать возможность изменения состава отобранной пробы за время её нахождения в сосуде.

8.2.4 Для определения некоторых показателей необходимо, чтобы пробы воды при отборе были защищены от соприкосновения с атмосферным воздухом, выходящим из погружаемой бутылки. Для этого применяют специальную насадку. Она представляет собой резиновую пробку, в которую вставлены две стеклянные трубки: одна из них оканчивается у дна бутылки, другая - у пробки. С такой насадкой

бутылка наполняется водой равномерно, без перемешивания с воздухом. Отобранную пробу переливают из бутылки в сосуд для хранения с помощью сифонной трубки (резинового шланга). Резиновый шланг опускают на дно бутылки для хранения и наполняют до переливания через край, после чего закрывают пробкой так, чтобы в бутылке не оставалось пузырьков воздуха.

8.2.5 Если пробы отбирались при помощи глубинных батометров, то воду из них выпускают аналогично: надевают резиновый шланг на выпускной кран и опускают шланг на дно сосуда для хранения. И в этом случае вода должна перетекать некоторое время через край сосуда.

8.2.6 При взятии пробы из быстротекущей реки, из мелких водоемов, из узкого глубинного сечения или у самого дна используют пробоотборники горизонтальной конфигурации. Принцип их устройства аналогичен принципу устройства описанных выше пробоотборников вертикальной конфигурации.

8.2.7 Иногда бывает удобно отобрать пробу при помощи насоса. Используют три типа насосов: диафрагменный, роторный и шланговый.

Диафрагменные насосы имеют ручной привод; для работы шлангового и роторного насосов требуются источники питания.

Внутреннее устройство насосов всех типов не должно допускать загрязнения пробы воды. Входные и выходные рукава также не должны содержать загрязняющих веществ.

Перед отбором пробы следует пропустить некоторое время воду через насос и рукава, а потом отбирать в сосуд для хранения.

При отборе проб воды с помощью насосов происходит потеря всех растворенных газов, поэтому такой отбор применяют лишь в случае крайней необходимости.

9 Предварительная обработка, хранение и транспортирование проб

9.1 Под действием физических, химических и биологических процессов происходят значительные изменения состава воды, в отобранной пробе воды интенсивность этих процессов возрастает. В результате имеет место исчезновение одних и образование других веществ. Например, изменяется содержание растворенного кислорода, диоксида углерода, некоторые показатели восстанавливаются, другие окисляются, адсорбируются на стенках бутылки или выщелачиваются из них и т.д.

Скорость и направленность этих процессов зависит от многих причин (от температуры, вида сосуда, взбалтывания, типа воды, природы исследуемого показателя и др.), поэтому важно предусмотреть все меры, позволяющие свести к минимуму процессы, изменяющие

первоначальный химический состав проб воды, и анализировать пробы по возможности быстрее.

Несмотря на многочисленные исследования, проведенные в этом направлении, не существует универсальных рекомендаций, которые охватили бы все случаи и не имели бы исключений.

9.2 Показатели состава и свойств воды, изменяющиеся за небольшой промежуток времени (например, температура, pH, Eh, растворенный кислород), необходимо определять на месте отбора, непосредственно после отбора пробы.

9.3 В ряде случаев необходима экстракция проб. Эту операцию следует проводить на месте отбора проб и транспортировать в лабораторию экстракты. Если это невозможно, следует принять меры, обеспечивающие торможение биохимических, химических и физических процессов. Одной из таких мер, которая, однако, не всегда достаточна, является правильное заполнение сосудов. Сосуды следует заполнять так, чтобы не оставалось пузырьков воздуха. Этот способ предохраняет пробы от взбалтывания во время транспортирования и предотвращает процессы осаждения карбонатов, окисления железа, изменения цветности и т.д.

9.4 Для определения растворенных веществ пробу воды на месте отбора необходимо профильтровать через мембранные фильтры с размером пор 0,45 мкм или центрифугировать. Фильтры перед использованием должны быть тщательно промыты и высушены. Во многих случаях (определение пестицидов, нефтепродуктов, полициклических ароматических углеводородов и т.д.) необходимо анализировать нефильтрованные пробы, это требование должно быть приведено в методике определения каждого конкретного показателя.

9.5 Одним из эффективных и широко применяемых способов хранения проб является их охлаждение и замораживание. Охлаждение рекомендуется проводить до температуры от 2 °С до 5 °С, хранить пробы следует в темноте. Этот способ можно использовать лишь в течение короткого промежутка времени до начала исследований при транспортировании проб в лабораторию. Глубокое замораживание проб (до минус 20 °С) позволяет увеличить период хранения, однако требует навыков при проведении процессов замораживания и последующего оттаивания пробы. Для многих показателей (общее содержание солей, силикаты, летучие соединения) этот способ хранения неприемлем.

9.6 Для хранения проб воды наиболее приемлема консервация. Однако, следует помнить, что законсервированные пробы должны быть проанализированы в возможно короткий срок.

Универсального консервирующего вещества не существует. Чаще всего для этой цели используют кислоты, щелочи или органические растворители, применяемые в дальнейшем для экстракции.

Применение хлорида ртути ($HgCl_2$) из-за его токсичности следует избегать. В случае применения такого способа следует собирать остатки пробы для регенерации ртути. Способ консервации должен быть указан в методике определения каждого конкретного показателя.

Рекомендуемые способы консервации проб воды приведены в приложении Б.

9.7 Транспортировать пробы необходимо в специальной таре, исключающей возможность их разлива и боя сосудов. Для этой цели следует использовать деревянные ящики с ячейками для каждой пробы и мягкий материал для прокладок.

9.8 Для контроля загрязнения при отборе проб используют холостые полевые пробы, приготовленные на дистиллированной воде. Рекомендуемая схема контроля качества пробоотбора воды приведена в [3] и в приложении В.

10 Требования безопасности при отборе проб

10.1 Лица, привлекаемые к отбору проб, должны быть обеспечены надувными спасательными жилетами, должны уметь грести, плавать, оказывать первую помощь при несчастных случаях, знать способы спасания на воде, периодически проходить инструктаж по технике безопасности.

10.2 Место отбора должно обеспечивать безопасный отбор пробы воды в любое время года. С этой целью к местам отбора проб должны вести лестницы, лестничные спуски, трапы, переходные мостики.

Оператор должен всегда иметь страховочный трос, тщательно закрепленный на берегу.

Спуски тропинок без дополнительного их оборудования допустимы лишь при крутизне менее 30 °С. При более крутом спуске тропинка должна быть оборудована деревянными, каменными или зарытыми в грунт ступеньками. В особо опасных и крутых местах спуск должен быть огражден с одной или двух сторон леерами или перилами.

10.3 Если при отборе проб воды на водных объектах применяют плавсредства, то их плавучие качества должны соответствовать условиям водных объектов, на которых они используются.

10.4 При выходе на акваторию водоёма для отбора проб воды необходимо обязательно учитывать условия погоды и иметь прогноз на всё время работ. При отсутствии прогноза погоды выход на работы может быть только с разрешения должностных лиц, ответственных за безопасность работ.

10.5 На горных реках со скоростями течения более 1,5 м/с отбор проб воды должен выполняться только с мостов или люлечных переправ. При выборе места отбора проб следует избегать оползневых, лавиноопасных участков, а также участков с камнепадами.

10.6 Отбор проб со льда на участках с неизвестным ледовым режимом следует проводить лишь после предварительного обследования на прочность ледяного покрова. Отбор проб разрешается проводить при толщине льда не менее 7 см для людей и 40 см для гусеничного транспорта.

10.7 При отборе проб с припая в прибрежных зонах с заметными приливно-отливными явлениями выход на работу должен оформляться специальным разрешением администрации, подготовленным с учетом краткосрочного прогноза погоды. Запрещается работа в одиночку, ограничивается работа в темное время суток и при малой видимости (менее 500 м).

При отборе проб с гладкого бесснежного льда следует соблюдать меры предосторожности для предотвращения травм и падений.

При использовании ледовых буров необходимо предотвращать нанесение травм о режущие кромки.

Для работы на льду должно быть обеспечено следующее оборудование: багор, лестница, доска, веревка.

10.8 При отборе проб с помощью лебедок или штанг следует соблюдать меры предосторожности для предотвращения повреждения рук.

10.9 В случае консервации проб необходимо соблюдать требования безопасности при работе с опасными и сильнодействующими веществами.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола (акта) отбора проб воды

Территориальный орган (министерства, службы, агентства)_____

_____

Протокол (акт) отбора проб воды № _____от_____

Водоем (водоток)_____Станция (пост)_____

Дата и время отбора пробы_____Расход воды_____$м^3/с$

Уровень воды_____м Скорость течения_____м/с

Место отбора пробы _____ Глубина отбора пробы_____ м
створ, расстояние от левого берега в долях ширины реки

Тип пробы_____ Тип пробоотборника_____
точечная, составная

Общий объем пробы_____ $дм^3$

Физические свойства воды

Запах_____баллы Температура_____^0C

Цвет_____ градусы Прозрачность_____ см

Окислительно-восстановительный потенциал (Eh)_____мВ

Водородный показатель (pH)_____
значение, метод

Диоксид углерода (CO_2):

Израсходовано на титрование_____$см^3$ Na_2CO_3; объем пробы воды____ $см^3$

Растворенный в воде кислород:
Концентрация растворенного в воде кислорода_____$мг/дм^3$ _____
метод

Проверка концентрации $Na_2S_2O_3$ _____ $см^3$ _____

Объем зафиксированной пробы _____ $см^3$

Объём аликвоты пробы, взятой на анализ_____ $см^3$

Израсходовано раствора $Na_2S_2O_3$ на титрование аликвоты пробы _____ $см^3$

Пробу отобрал _____ _____
подпись инициалы, фамилия

Протокол (акт) может быть дополнен по необходимости другой информацией (метеорологические данные, способ консервации, перечень определяемых показателей).

Приложение Б
(рекомендуемое)

Консервация и хранение проб воды

Таблица Б.1 - Способы консервации и хранения проб воды

Наименование показателя	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Температура	-	-	-	-	Измерения выполняют непосредственно в водном объекте, или в сосуде вместимостью не менее 1 $дм^3$ немедленно после отбора
Запах	С	Не фильтровать	Заполнить склянку, вместимостью не менее 500 $см^3$ до краёв и герметично закрыть	6 ч	-
Прозрачность	С, П	Не фильтровать	-	1 сут	-
Водородный показатель (pH)	П	Не фильтровать	Не консервировать	2 ч	Рекомендуется произвести анализ на месте отбора проб
Окислительно-восстановительный потенциал	С	Не фильтровать	-	-	Измерения выполняют непосредственно в водном объекте или в проточной ячейке немедленно после отбора
Электропроводность	П	-	-	1 сут	-
Цветность	С, П	Фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	1 Без консервации и охлаждения 2 Охладить до температуры 10 °С	6 ч 3 сут	-

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Взвешенные вещества, общее содержание примесей, сухой остаток	С, П	-	Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С включ.	7 сут	Определение лучше проводить сразу после отбора
Растворённый кислород	С	Не фильтровать, взбалтывать и перемешивать пробы перед отбором аликвоты недопустимо	Зафиксированные пробы хранить в тёмном месте	1 сут	Фиксация кислорода немедленно после отбора
Карбонаты, диоксид углерода		Не фильтровать	-	-	Измерения выполняют сразу после отбора
Калий	С, П	Фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С включ.	14 сут	-
Натрий	П	При необходимости фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	Не консервировать	От 30 до 180 сут. в зависимости от концентрации	
Жесткость, кальций, магний	С, П		Не консервировать		

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Гидрокарбонаты, щелочность	С, П	При необходимости фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	Склянку заполнить до краев, чтобы в ней не остался воздух и герметично закрыть. Хранить при температуре от 3 °С до 6 °С выше1 8 °С	3 сут 1 сут	При pH пробы ниже 8 и температуре воды в момент отбора менее 10 °С, допускается хранить пробу при температуре от 3 °С до 6 °С 7 сут
Сульфаты			Хранить при температуре от 3 °С до 6 °С включ.	Не более 30 сут; (загрязненные - не более 7 сут)	Если в воде присутствуют значительные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнить в течение суток
Хлориды			Не регламентируется	От 30 до 180 сут. в зависимости от концентрации	-
Алюминий	П	Для определения растворенных форм фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	Консервировать серной или азотной кислотой до pH<2	30 сут	
Железо общее			Консервировать соляной или азотной кислотой до pH<2		
Кадмий					
Марганец					
Медь					
Молибден			Консервировать серной или азотной кислотой до pH<2		
Мышьяк	С, П		Консервировать соляной или азотной кислотой до pH<2		

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Никель	П	Для определения растворенных форм фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	Консервировать серной или азотной кислотой до pH<2		
Ртуть	С		Консервировать раствором дихромата калия в азотной кислоте (1:1) и хранить при температуре от 3 °С до 5 °С	14 сут	
Свинец	П		Консервировать азотной или соляной кислотой до pH<2	30 сут	
Хром(VI)	С	Фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	Хранить при температуре от 18 °С до 20 °С от 3 °С до 5 °С	2 ч 8 ч	
Хром общий	П	Для определения растворенных форм фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	Консервировать серной или азотной кислотой до pH<2	10 сут	
Бериллий, ванадий, кобальт, серебро			Консервировать азотной кислотой до pH<2	30 сут	
Нитриты	С, П	При необходимости фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	1 Не консервировать 2 Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С 3 Заморозить при температуре от минус 20 °С до минус 40 °С	2 ч 1 сут Длительное хранение	

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Нитраты	С, П	При необходимости фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	1 Не консервировать 2 Охладить от 3 до 6 °С. 3 Заморозить при температуре от минус 20 до минус 40 °С 4. Консервировать серной кислотой до pH<2 и хранить при температуре не выше 18 °С, от 3 °С до 6°С	1 сут 3 сут Длительное хранение 3 сут 10 сут	Перед выполнением измерений, нейтрализовать раствором гидроксида натрия
Азот общий	С	Для определения растворенных форм фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	1 Не консервировать 2 Заморозить при температуре от минус 20 °С до минус 40 °С 3 Консервировать серной кислотой до pH<2 и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	1 сут Длительное хранение 5 сут	-
Аммиак и ионы аммония	С, П	Фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента»	1 Не консервировать 2 Заморозить при температуре от минус 20 °С до минус 40 °С 3 Консервировать серной кислотой до pH<2 и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	6 ч Длительное хранение От 3 до 4 сут	

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Фосфаты, полифосфаты	С (П- при консервации пробы замораживанием)	Для определения растворенных форм фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм	1 Не консервировать 2 Заморозить при температуре от минус 20 °С до минус 40 °С 3 Добавить хлороформ и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	4 ч Длительное хранение 3 сут	-
Фосфор общий			1.Не консервировать 2. Заморозить при температуре от минус 20 °С до минус 40 °С 3 Добавить хлороформ и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	6 – 8 ч Длительное хранение 10 сут	
Кремний	П		1 Не консервировать 2 Охладить и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С 3 Заморозить при температуре минус 20 °С	1 сут От 5 до 7 сут 30 сут	Пробы после размораживания должны до анализа не менее 10 часов находиться при температуре выше 18 °С
Сероводород и сульфиды	С	Фильтрование недопустимо, взвешенные вещества удаляют соосаждением с гидроксидом алюминия	1 Зафиксировать добавлением раствора N-N'-диметил-п-фенилендиамина и раствора хлорида железа(III) 2 Законсервировать растворами гидроксида натрия и ацетата кадмия	3 сут 14 сут	Фиксировать сероводород или консервировать пробу следует сразу после отбора

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Фториды Бораты	П	При необходимости фильтровать через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента».	Не консервировать	30 сут	-
Цианиды Тиоцианаты	С		1 Не консервировать, хранить при температуре от 3 °С до 6 °С 2 Консервировать гидроксидом натрия и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	1 сут 5 сут	
Биохимическое потребление кислорода (БПК)			Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С	От 4 до 6 ч	Заполнение склянок для инкубации и определения начального кислорода рекомендуется произвести на месте отбора пробы
Химическое потребление кислорода (ХПК)			Консервировать серной кислотой до pH<1 и хранить при температуре не выше 6 °С	Загрязнённые – 3 сут, незгрязнённые – 5 сут	-
Нефтепродукты		Не фильтровать	1 Консервировать четыреххлористым углеродом или хлороформом и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С 2 Экстрагировать четыреххлористым углеродом или хлороформом в течение 1 сут после отбора пробы	14 сут 30 сут	Аликвота пробы отбирается в отдельную склянку и используется для анализа целиком

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ)	С	Не фильтровать	1 Консервировать гексаном и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С 2 Экстрагировать гексаном в течение сут после отбора пробы и хранить при температуре от 3 °С до 6 °С	14 сут 30 сут	Аликвота пробы отбирается в отдельную склянку и используется для анализа целиком
Метан			Консервировать серной кислотой или хлоридом ртути(II) и хранить при температуре 4 °С, 25 °С	20 сут 15 сут	Аликвота пробы отбирается в отдельные герметично закрытые флаконы
Летучие ароматические углеводороды, хлорзамещенные углеводороды			Консервировать сульфатом натрия и хранить при температуре от 18 °С до 20 °С от 4 °С до 6 °С	10 сут 20 сут	Аликвота пробы отбирается в отдельные герметично закрытые флаконы
Ацетон			1 Не консервировать 2 Консервировать серной кислотой до pH<2	6 ч 7 сут.	-
Фенолы летучие			1 Не консервировать 2 Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С 3 Экстрагировать бутилацетатом и хранить экстракт в тёмном прохладном месте	4 ч 1 сут 30 сут	Для определения фенолов без отгонки

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
			4 Добавить раствор серной кислоты, сульфата меди и сульфита натрия	14 сут	Для определения фенолов газохроматографическим методом
Ди- и полихлорфенолы	С	Не фильтровать	1. Добавить раствор серной кислоты, сульфата меди и сульфита натрия 2. Экстрагировать толуолом в течение 1 сут после отбора пробы и хранить экстракт в тёмном прохладном месте	21 сут 30 сут	-
Анионные синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ)			1 Не консервировать 2 Консервировать хлороформом и хранить при температуре: от 3 °С до 6 °С выше 18 °С	8 ч 7 сут 1 сут	
Неионогенные СПАВ			1 Не консервировать 2 Консервировать смесью изобутанола (н-бутанола) и хлороформа 3 Экстрагировать смесью изобутанола	4 ч 10 сут 30 сут	

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
			(н-бутанола) и хлороформа, экстракт отделить от пробы воды		
α-, β- и γ-ГХЦГ, дигидрогептахлор, дикофол, 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЕ, 4,4'-ДДД, трифлуралин, гексахлорбензол	С	Не фильтровать	1 Охладить до температуры от 5 °С до 7 °С 2 Экстрагировать гексаном и хранить при температуре от 5 ° С до 7 °С: неочищенные экстракты; очищенные	10 сут 10 сут 90 сут	
Пропазин, атразин, симазин, прометрин			1 Не консервировать 2 Экстрагировать н-гексаном, осушить экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С	1 сут От 3 до 5 сут	
Дикотекс, 2,4-Д			1 Не консервировать 2 Экстрагировать н-гекса-ном, осушить экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С	2 ч От 3 до 5 сут	-
Далапон-натрий, трихлорацетат натрия			1 Не консервировать 2 Консервировать серной кислотой до pH <5 3 Экстрагировать н-гексаном, осушить	1 сут. От 10 до 12 сут 30 сут	

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Пропанил, 3,4-дихлоранилин	С	Не фильтровать	экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С 1 Не консервировать 2 Консервировать серной кислотой до pH <5 и хранить при температуре от 18 °С до 20 °С От 5 °С до 7 °С 3 Экстрагировать гексаном, осушить экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С	1 сут 7 сут 15 сут 30 сут	-
Эптам, молинат, триаллат, тиобенкарб			1 Хранить при температуре от 5 °С до 7 °С 2 Экстрагировать гексаном, осушить экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С	3 сут 30 сут	
Фенмедифам			1 Хранить при температуре от 5 °С до 7 °С 2 Экстрагировать этилацетатом, осушить экстракты и хранить при температуре от 5 °С до 7 °С	5 сут 10 сут	
Хлоридазон					
Метанол			1 Охладить до температуры от 3 °С до 6 °С. 2 Законсервировать сер-	1 сут 5 сут	Рекомендуется произвести анализ не позднее 4 ч с момента отбора пробы

Продолжение таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
			ной кислотой до pH<2 и охладить до температуры ниже 10 °С		

Окончание таблицы Б.1

Наименование показателей	Материал контейнера[1)]	Фильтрование проб	Способ и условия хранения	Рекомендуемое время хранения, ч/сут	Примечания
Формальдегид	С	Не фильтровать	1 Хранить при температуре: выше 10 °С ниже 10 °С. 2 Консервировать серной кислотой до pH<2	 6 ч 2 сут 14 сут	-
Ксантогенаты			1 Не консервировать 2 Хранить при температуре от 3 °С до 6 °С 3 Экстрагировать толуолом, отделить экстракты и хранить в темноте	От 3 до 4 ч 1 сут 10 сут	

[1)] С - стеклянная посуда, П – пластиковая (полиэтиленовая, полипропиленовая, тефлоновая)

Приложение В
(рекомендуемое)

Контроль качества пробоотбора воды

В.1 В лаборатории пробу дистиллированной воды делят пополам в соответствии с рисунком В.1. Одну часть пробы (проба А) оставляют в лаборатории, вторую половину пробы делят вновь на три части (пробы $В_1$, $В_2$, $В_3$). Пробы $В_1$ и $В_2$ отвозят на место отбора. Пробу $В_1$ обрабатывают также как реальную пробу, пробу $В_2$ возвращают в лабораторию без какой либо обработки.

В пробу дистиллированной воды $В_3$ добавляют известную концентрацию определяемого показателя и делят пополам (пробы $В_{3-а}$ и $В_{3-б}$) и отвозят обе на место отбора.

Пробу $В_{3-а}$ обрабатывают, как реальную. Пробу $В_{3-б}$ возвращают в лабораторию без обработки .

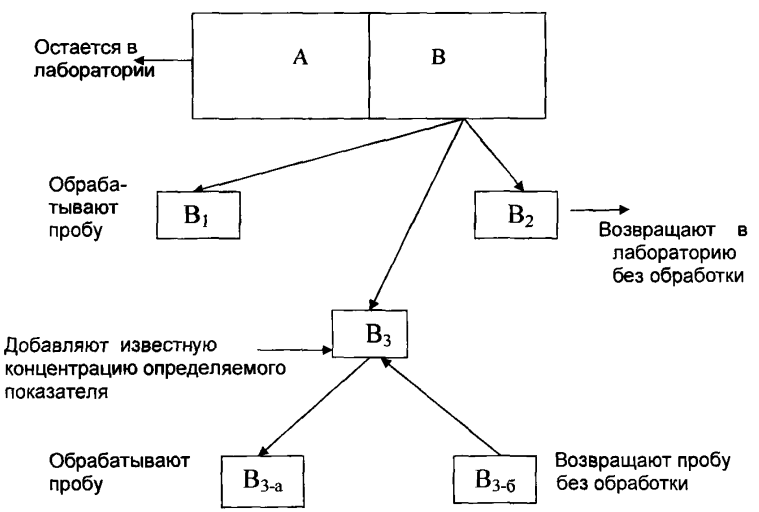

Рисунок В.1 - Рекомендуемая схема выполнения анализа холостых проб

В.2 Сравнение результатов анализа холостых проб:

а) А и B_1 - показывает погрешность при обработке пробы и ее транспортировании;

б) А и B_2 - погрешность при транспортировании;

в) B_1и B_2 - погрешность, связанную с загрязнением контейнеров для отбора, фильтрованием и хранением проб;

г) B_2 и $B_{з-б}$- погрешность, связанную с возможными потерями или загрязнением проб при транспортировании;

д) $B_{з-а}$ и $B_{з-б}$ - погрешность, связанную с загрязнением контейнеров для проб или с обработкой .

В.3 Холостую полевую пробу считают загрязненной, если содержание определяемого показателя относительно холостой лабораторной пробы превышает величину предела обнаружения используемой методики.

Контроль качества пробоотбора проводят для каждой серии отбора проб воды и в первую очередь для показателей, загрязняющих водные объекты, и для показателей, концентрация которых превышает предельно допустимую.

Библиография

[1] ГСМОС/Вода. Практическое руководство. –3-е изд. – Берлингтон, Онтарио: ЮНЕП/ВОЗ/ЮНЕСКО/ВМО, 1992. – 324 с.

Р 52.24.353-_____

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

gost.e-ecolog.ru