МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Охрана природы

ГИДРОСФЕРА

ГОСТ 17.1.5.05—85

Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

Nature protection. Hydrosphere. General requirements for surface and sea waters, ice and atmospheric precipitation sampling

МКС 13.060.10
ОКСТУ 0017

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 774 дата введения установлена

01.07.86

Настоящий стандарт распространяется на поверхностные и морские воды (далее — воды), лед водоемов и водотоков, морской и ледниковый лед и атмосферные осадки (дождь, снег, град). Стандарт устанавливает общие требования к отбору проб для определения их химического состава и физических свойств при проведении государственного контроля за качеством воды, льда и атмосферных осадков.

Стандарт не распространяется на отбор проб для определения экстремально высокого уровня загрязненности вод, льда и атмосферных осадков, возникшего в результате аварийных сбросов и выбросов загрязняющих веществ.

Термины, применяемые в настоящем стандарте, и пояснения к ним приведены в приложении 1.

Стандарт соответствует ИСО 5667-1—80 и ИСО 5667-2—91 в части, касающейся программ и способов отбора проб и требований безопасности при отборе проб поверхностных и морских вод и атмосферных осадков.

1. ОТБОР ПРОБ ВОДЫ

1.1. Программа отбора проб должна быть составлена в соответствии с целью последующего определения химического состава и физических свойств воды и предусматривать:

перечень определяемых компонентов;

требования к месту отбора проб;

периодичность и частоту отбора проб, а также, при необходимости, статистическую обработку данных по отбору проб с целью выявления оптимальных величин периодичности и частоты отбора проб.

Место, периодичность и частоту отбора проб устанавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 2761—84, ГОСТ 17.1.3.07—82*, ГОСТ 17.1.3.08—82 и ГОСТ 17.1.5.02—80.

* Действует только на территории Российской Федерации.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание.

gost.e-ecolog.ru

Статистическую обработку данных по отбору проб выполняют при необходимости в соответствии с приложением 2.

1.2. Требования к приборам и устройствам для отбора, первичной обработки и хранения проб — по ГОСТ 17.1.5.04—81.

1.3. Способ отбора проб определяется типом воды (поверхностная, морская), глубиной пробоотбора, целями анализа и перечнем определяемых компонентов.

Сразу после отбора пробу переливают в устройства для хранения проб по ГОСТ 17.1.5.04—81, которые в зависимости от определяемого показателя должны быть предварительно обработаны соответствующими химическими реактивами, вымыты водой и сполоснуты дистиллированной водой и водой из отбираемой пробы.

Отбирают точечную или объединенную пробу воды. Точечную пробу, характеризующую состав и свойства воды в данном месте водного объекта в данный момент времени, получают путем однократного отбора всего требуемого количества воды. Объединенную пробу воды получают, объединяя серию точечных проб, отобранных по пространственному или временному принципу. Объем точечной или объединенной пробы должен быть достаточным для последующего определения всех запланированных программой показателей химического состава и физических свойств воды.

1.4. Для определения точного учета отбираемых проб производят их регистрацию. Форма записи — в соответствии с приложением 3.

1.5. При невозможности проанализировать отобранную пробу в установленные для соответствующего вида анализа сроки обеспечивают ее хранение. В этом случае производят консервацию и (или) охлаждение пробы.

Транспортирование проб осуществляют в таре, обеспечивающей их сохранность.

2. ОТБОР ПРОБ (КЕРНОВ) МОРСКОГО И ЛЕДНИКОВОГО ЛЬДА И ЛЬДА ВОДОЕМОВ И ВОДОТОКОВ

2.1. Программу отбора проб (кернов, далее — проб) составляют, руководствуясь критериями при составлении проб воды в соответствии с п. 1.1 настоящего стандарта.

Способ отбора проб определяется типом льда (морской и ледниковый лед и лед водоемов и водотоков), целями анализа и перечнем определяемых компонентов.

2.2. Требования к устройствам для отбора проб льда должны отвечать нормам для подобных устройств, применяемых на метеорологических станциях и постах, утвержденным Госкомгидрометом.

Устройства, применяемые для отбора проб, должны удовлетворять следующим требованиям:

обеспечивать получение представительной пробы за одну операцию отбора;

материал пробоотборников должен обладать повышенной коррозионной устойчивостью (особенно при отборе проб морского льда) и исключать возможность изменения состава отобранной пробы за время ее нахождения в камере пробоотборника;

приспособления, используемые для удаления поверхностного слоя льда пробы перед анализом и для протаивания пробы льда с целью получения талой воды, а также приспособления, применяемые для хранения и транспортирования пробы, должны исключать загрязнение получаемой талой воды;

комплекты оборудования должны быть компактными и иметь относительно малую массу.

2.3. Отбор проб морского льда, а также льда водоемов и водотоков для определения главных ионов производят на ровном участке поверхности льда, очищенном от поверхностного снежного покрова, ручным кольцевым буром.

После отбора измеряют длину полученной пробы льда. Пробу помещают в тройной полиэтиленовый мешок или цилиндрический контейнер с винтовой крышкой, изготовленный из полимерного материала (допускается применять металлический контейнер), контейнер (мешок) с керном маркируют и хранят при отрицательной температуре до начала анализа.

В случае необходимости определения химического состава различных форм льда проба непосредственно на месте отбора должна быть разделена на образцы, соответствующие формам льда. Каждый образец упаковывают и маркируют отдельно.

Контейнеры и мешки для хранения проб льда перед использованием обрабатывают аммиачным раствором трилона Б и тщательно промывают дистиллированной водой.

Объем отбираемой пробы, необходимый для выполнения анализа, зависит от перечня определяемых компонентов и применяемых методов анализа.

2.4. Отбор проб морского льда, а также льда водоемов и водотоков для определения органических загрязняющих веществ выполняют кольцевым буром. Все пробоотборное оборудование и емкости для хранения проб льда непосредственно перед отбором обрабатывают соответствующими растворителями, используемыми для экстракции загрязняющих веществ во время последующего определения их химического состава.

Металлические скребки и кольцевой бур, применяемые для удаления со льда поверхностного снежного покрова и отбора проб льда, хранят в чистых полиэтиленовых мешках в условиях, не допускающих загрязнения их поверхности маслами, топливом.

Перед анализом поверхностный слой отобранного образца льда удаляют с помощью металлического резака.

Хранение и транспортирование отобранных проб осуществляют в ящиках и контейнерах из нержавеющей стали с герметически закрывающейся крышкой.

2.5. Отбор проб морского льда и льда водоемов и водотоков для определения неорганических загрязняющих веществ производят кольцевым буром. После отбора пробы льда помещают в контейнеры, изготовленные из полимерного материала, с винтовой крышкой или в тройной полиэтиленовый мешок и хранят при отрицательной температуре до начала анализа. Удаление снежного покрова с поверхности льда в точке отбора производят совком из полимерного материала. Мешки и контейнеры для хранения проб, а также совок для удаления снежного покрова хранят в специальном ящике, изготовленном из полимерного материала, и перед отбором выдерживают в течение суток в растворе азотной кислоты и обязательно промывают водой до нейтральной реакции промывных вод.

Определение изменяющихся во времени компонентов в пробах, особенно главных ионов, производят непосредственно после отбора проб.

2.6. Отбор проб ледникового льда, получаемых бурением без заливки скважины жидкостью, производят непосредственно после выемки пробы из бурового снаряда в специальные контейнеры из полимерного материала. При этом

из пробы выпиливают образец длиной в 1 м, который помещают в герметически завинчивающийся контейнер. Перед использованием поверхность контейнера обрабатывают аммиачным раствором трилона Б, затем обмывают тремя порциями дистиллированной воды общим объемом 2 л и высушивают.

2.7. Отбор проб ледникового льда, получаемых бурением с заливкой скважины жидкостью (глубинное бурение), производят с предварительной обмывкой поверхности образца пробы льда. Перед помещением в контейнер образец устанавливают в штатив с поддоном и обмывают тремя порциями дистиллированной воды общим объемом 2 л. После этого образец помещают в контейнер.

2.8. Для обеспечения точного учета отбираемых проб в зависимости от вида льда проводят их регистрацию. Форма записи — в соответствии с приложением 4.

2.9. Хранение и транспортирование проб льда осуществляют при минусовой температуре, исключающей таяние проб. Для хранения и транспортирования отобранных и упакованных проб используют специальные контейнеры и транспортировочные ящики с откидной крышкой и внутренним покрытием из полимерного материала, обеспечивающие сохранность проб и предотвращающие их загрязнение.

3. ОТБОР ПРОБ АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКОВ

3.1. Программу отбора проб атмосферных осадков составляют, руководствуясь критериями при составлении программы отбора проб воды в соответствии с п. 1.1 настоящего стандарта.

3.2. Пробы отбирают на метеостанциях или специально оборудованных постах, которые являются представительными для данного района. В зависимости от цели анализа места отбора проб могут размещаться как в зоне влияния отдельных источников загрязнения или их групп, так и вне ее.

3.3. Периодичность отбора проб определяется целями исследований, степенью изменчивости концентраций определяемых компонентов, метеорологическими условиями.

3.4. Отбирают точечную или объединенную пробу атмосферных осадков. Точечную пробу атмосферных осадков отбирают при отдельном дожде или снегопаде (интервал времени при выпадении не более 1 ч). Объединенная проба атмосферных осадков отбирается за определенный период времени — месяц, декаду, неделю, сутки и характеризует среднее содержание определяемых компонентов за этот период времени.

3.5. Требования к устройствам для отбора, первичной обработки и хранения проб атмосферных осадков должны отвечать нормам для подобных устройств, применяемых на метеорологических станциях и постах, утвержденным Госкомгидрометом.

При ручном отборе используют устройства, устанавливаемые на период выпадения осадков.

При автоматическом отборе проб используют устройства, которые автоматически открывают крышку над сборной емкостью в начале выпадения осадков и закрывают ее после окончания их выпадения.

Для сборных емкостей и сосудов для хранения проб используют посуду из химически стойкого материала, например из любого полиэтилена.

3.6. Отбор проб проводят только во время выпадения атмосферных осадков

в специально обработанные сборные емкости на высоте 2 м, соответствующей стандартному осадкомеру Третьякова.

Пробы твердых осадков (снег, град) переводят в талую воду при комнатной температуре в сборных емкостях. Пленки, образующиеся на поверхности талой воды и на стенках сборной емкости, смывают талой водой в сосуды для хранения пробы.

3.7. Для обеспечения точного учета отбираемых проб производят их регистрацию. Форма записи при отборе точечных проб атмосферных осадков — в соответствии с приложением 5.

Форма записи при отборе объединенных проб атмосферных осадков — в соответствии с приложением 6.

3.8. Содержание изменяющихся во времени компонентов в пробах определяют непосредственно после выпадения осадков и отбора проб.

3.9. Транспортирование проб в лаборатории для проведения анализа проводят в оптимально короткие сроки после отбора проб. При этом применяют специальные ящики, обеспечивающие сохранность и чистоту проб.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ОТБОРЕ ПРОБ

4.1. Требования безопасности при отборе проб воды

При проведении постоянных и частых отборов проб воды место их отбора должно обеспечивать безопасный отбор пробы в любое время года.

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

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

4.2. Требования безопасности при отборе проб льда, а также проб воды со льда

При отборе проб на участках с неизученным ледовым режимом перед началом работ производят предварительное обследование прочности ледяного покрова. Отбор проб разрешают при толщине льда не менее 7 см.

При отборе проб с припая в прибрежных зонах морей с заметными приливно-отливными явлениями выход на работу на льду оформляют специальными разрешениями администрации, подготовленными с учетом краткосрочного прогноза погоды, с целью предотвращения уноса людей на льду с припаем в море. При выдаче разрешения запрещают работу в одиночку и ограничивают проведение работ в темное время суток и при малой видимости (менее 500 м).

При отборе проб на гладком бесснежном льду соблюдают меры предосторожности для предотвращения падений и травм.

При использовании ледовых буров необходимо предотвращать нанесение травм режущими кромками.

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

При отборе проб морского льда в районах с возможной опасностью отрыва и уноса припайного льда должно быть предусмотрено дополнительное спаса-

тельное оборудование: надувная лодка, палатка, запас продуктов, теплой одежды, ракетница, радиобуй и другие сигнальные устройства.

4.3. Требования безопасности при отборе проб атмосферных осадков должны соответствовать правилам по технике безопасности при производстве работ на метеорологических станциях и постах, утвержденным Госкомгидрометом.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

Термин	Пояснение
1. Главные ионы (в воде)	По ГОСТ 27065—85
2. Керн льда	Проба льда, отобранная специальными пробоотборниками
3. Образец пробы льда	Часть пробы льда
4. Атмосферные осадки	Осадки, выпадающие в виде дождя, росы, снега, града, изморози Примечание. Осадки подразделяют на жидкие и твердые

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2**
Рекомендуемое

СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ ПО ОТБОРУ ПРОБ

1. Составление программ отбора проб

В программе отбора проб время и частоту отбора проб определяют после проведения тщательной предварительной работы, в ходе которой полученные данные статистически обрабатываются. Если в точке отбора проб качество воды нестабильно и подвержено случайным или систематическим изменениям, полученные значения статистических параметров, таких как среднеарифметическое значение, среднеквадратичное отклонение и максимумы, являются лишь оценками реальных параметров, от которых они, как правило, отличаются.

* Настоящее дополнение полностью соответствует разд. 16 ИСО 5667-1—80.

В случае когда изменения носят чисто случайный характер, расхождения между этими оценками и реальными значениями могут быть вычислены статистическими методами, причем эти расхождения, как правило, уменьшаются с увеличением числа отобранных проб. После установления частоты отбора проб полученные данные должны периодически пересматриваться с целью внесения необходимых изменений.

В пп. 2—5 настоящего приложения приводится пример использования статистической обработки параметра (среднеарифметическое значение) исходя из предположения нормального распределения.

Использованная в настоящем приложении терминология соответствует ИСО 3534. Более подробно вычисление среднеарифметического значения в пределах доверительного интервала описано в ИСО 2602.

2. Доверительный интервал

На практике доверительный интервал L для среднеарифметического значения n результатов определяют при данном доверительном уровне интервала, в котором располагается истинное (реальное) среднеарифметическое значение.

3. Доверительный уровень

Доверительный уровень есть вероятность, при которой реальное среднеарифметическое значение входит в вычисленный доверительный интервал L. Доверительный интервал на доверительном уровне 95 %-ного среднего значения x некоторой концентрации, определенный из пробы, для которой получено n результатов, означает, что в 95 случаях из 100 интервал содержит реальное значение X.

В том случае, если отобрано большее число проб, частота случаев, при которых интервал будет включать X, приблизится к 95 %.

4. Определение доверительного интервала и числа проб

Для некоторого числа результатов n оценки реального среднеарифметического значения X и среднеквадратичное отклонение σ составят соответственно x, среднеарифметическое, и s по формуле

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_1 - x)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{1}{n-1}\left[\sum_{i=1}^{n} x_1^2 - \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n} x_1\right)^2\right]},$$

где x_1 представляет собой отдельные значения.

Если n увеличивается (см. п. 1), то s мало отличается от истинного значения σ и доверительный интервал x, определенный по некоторому числу n результатов, есть интервал $x \pm K/n$, где K в соответствии с принятым доверительным уровнем дается в таблице.

Доверительный уровень, %	99	98	95	90	80	68	50
K	2,58	2,33	1,96	1,64	1,28	1,00	0,67

Для оценки среднеарифметического значения X при нормальном распределении с данным доверительным интервалом L на выбранном доверительном уровне необходимое число проб составляет $(2\ K\sigma L)^2$. Это верно только в том случае, если известно значение σ. Большее число проб необходимо в том случае, если известна только одна оценка s, несмотря на то что разница по сравнению с числом проб, полученным при использовании значения K, невелика, если s базируется на относительно большом числе проб.

5. Случайные и систематические изменения качества воды

Случайные изменения, как правило, распределяются по закону нормального распределения или по закону логарифмического нормального распределения. Систематические изменения могут иметь либо одно направление, либо могут быть циклическими, либо соответствуют сочетанию обоих типов. Характер изменений может быть различным для различных параметров, определяемых для одной и той же воды. Если доминирующее изменение несет случайный характер, время отбора проб не имеет большого значения с точки зрения статистики. Если систематические изменения носят циклический характер, время отбора проб имеет важное значение как для определения всего цикла, так и для установления максимальных или минимальных концентраций.

Периоды отбора проб должны быть достаточно регулярны, если систематические изменения имеют одно и то же направление. В каждом из указанных случаев число проб определяется в большинстве случаев с помощью развернутых статистических методов. Если периодические систематические изменения не наблюдаются или имеют незначительный характер по сравнению со случайными колебаниями, достаточно отобрать такое число проб, чтобы допустимая неустойчивость среднеарифметического значения параметра соответствовала данному доверительному интервалу. Например, если распределение нормальное в соответствии с вышеизложенным, то доверительный интервал L среднеарифметического значения n результатов при данном доверительном уровне вычисляют по формуле

$$L = \frac{2K\sigma}{\sqrt{n}},$$

где σ — среднеквадратичное отклонение распределения.

Следовательно, если требуемый доверительный интервал составляет 10 % реального среднеарифметического значения при требуемом доверительном уровне 95 %, а среднеквадратичное отклонение составляет 20 % среднеарифметического значения, формула меняется:

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

где $\sqrt{n} = 7{,}84$ и $n + 61$.

Это означает частоту отбора проб: 2 пробы в день за мес. или 1—2 пробы в неделю за 1 год.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ФОРМА
записи информации при отборе проб воды

Министерство (ведомство) _____

Корешок (талон) № _____

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)

Вид пробы (точечная, объединенная) _____. Вид пробоотборника _____

Общий объем пробы _____ л.

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВОДЫ

Запах _____ баллы. Температура _____ °С

Цвет _____ град. Прозрачность _____ см

Окислительно-восстановительный потенциал (Eh) _____ мв

Водородный показатель (pH) _____ ед. pH (_____ метод)

Для колориметрического метода:

Индикатор _____. Данные по шкале _____. Температура буфера _____ °С

ДВУОКИСЬ УГЛЕРОДА (CO_2):

Израсходовано на титрование _____ мл пробы воды _____ мл Na_2CO_3

РАСТВОРЕННЫЙ В ВОДЕ КИСЛОРОД: _____ мг/л (_____ метод)

Раствор _____ моль/л. Дата проверки концентрации _____

Взято на определение _____ мл стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$

Израсходовано раствора: I отсчет _____ мл
II отсчет _____ мл
Среднее _____ мл

Объем зафиксированной пробы _____ мл

Израсходовано на титрование пробы _____ мл

Проба консервирована _____

Пробу отобрал _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Рекомендуемое

ФОРМА
записи информации при отборе проб морского и ледникового льда, льда водоемов и водотоков

Дата отбора	Время отбора	Координаты точки отбора	Номер пробы	Длина пробы, мм	Характеристика льда	Горизонт отбора

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Рекомендуемое

Ф О Р М А
записи информации при отборе точечных проб атмосферных осадков

Министерство (ведомство) _____

Т А Б Л И Ц А
наблюдений при отборе точечных проб атмосферных осадков

Год _____. Месяц _____

Станция _____ . Область, район _____

_____

Широта _____. Долгота _____. Высота _____ м

Пробоотборное устройство: материал _____

размер воронки _____ мм, кюветы или другого сосуда _____ мм,

высота над подстилающей поверхностью _____ см

Общие замечания (повреждения или замена установки, особые атмосферные явления, сильные ливни, пыльные бури) _____

_____

_____

Таблицу составил _____

Замечания критического контроля _____

_____

Сотрудник лаборатории _____

Станция _____ Месяц _____ Год _____

Номер колбы	Дата отбора	Время				Осадки			Облачность, количество (баллы) и форма облаков	Ветер, направление, град., скорость, м/с	Температура воздуха, °С	Относительная влажность, %	Погода, предшествующая отбору пробы
		выведения осадков, ч, мин		отбора пробы, ч, мин		характер и вид	количество по осадкомеру, мм	фактически собранное количество, г					
		начало	конец	начало	конец								
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14

Количество осадков, выпавших за месяц, мм _____
Количество осадков, собранных за месяц, г _____
Число дней с осадками в течение месяца _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Рекомендуемое

ФОРМА
записи информации при отборе объединенных проб атмосферных осадков

Титульный лист

Министерство (ведомство) _____

ТАБЛИЦА
наблюдений при отборе объединенных
(декадных, месячных) проб атмосферных осадков

Год _____. Месяц _____

Станция _____. Область, район _____

_____

Широта _____. Долгота _____. Высота _____ м

Пробоотборное устройство: материал _____, размеры воронки _____ мм, кюветы или другого сосуда _____ мм, высота над подстилающей поверхностью _____ см

Общие замечания (повреждения или замена установки, особые атмосферные явления, сильные ливни, пыльные бури) _____

_____

_____

Таблицу составил _____

Замечания критического контроля _____

_____

_____

Сотрудник лаборатории _____

Станция _____ Месяц _____ Год _____

Дата отбора	Номер колбы, в которую слиты осадки	Осадки			Ветер		Температура воздуха, °С
		характер и вид	количество по осадкомеру, мм	фактически собранное количество, г	направление, град.	скорость, м/с	
1	2	3	4	5	6	7	8

Число дней с осадками за декаду (за месяц) _____

Число колб за декаду (за месяц) _____

Количество осадков, выпавших за декаду (за месяц), мм _____

Количество осадков, фактически собранных за декаду (за месяц), г _____

gost.e-ecolog.ru