

Редакція:

28.12.1994



МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ НАВКОЛИШНЬОГО ПРИРОДНОГО СЕРЕДОВИЩА ТА
ЯДЕРНОЇ БЕЗПЕКИ УКРАЇНИ

КЕРІВНИЙ НОРМАТИВНИЙ ДОКУМЕНТ

ОХОРОНА НАВКОЛИШНЬОГО ПРИРОДНОГО СЕРЕДОВИЩА ТА РАЦІОНАЛЬНЕ
ВИКОРИСТАННЯ ПРИРОДНИХ РЕСУРСІВ

ГІДРОСФЕРА.

ВІДБІР ПРОБ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СКЛАДУ І ВЛАСТИВОСТЕЙ СТИЧНИХ ТА
ТЕХНОЛОГІЧНИХ ВОД

Основні положення

КНД 211.1.0.009-94

Видання офіційне

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО Українським науковим центром охорони вод (науковий керівник Осика В., відповідальний виконавець Кравченко М., виконавці: Ладиженський В., Савенкова Л., Сухленко І.), за участі Держекоінспекції (Білоконь В., Геращенко А., Ковба В.)

2 ВНЕСЕНО Службою головного метролога Міністерства охорони навколишнього природного середовища та ядерної безпеки України

3 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ

Наказом Міністра охорони навколишнього природного середовища та ядерної безпеки України від 28.12.94р. № 125

4 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ

КЕРІВНИЙ НОРМАТИВНИЙ ДОКУМЕНТ

ОХОРОНА НАВКОЛИШНЬОГО ПРИРОДНОГО СЕРЕДОВИЩА ТА РАЦІОНАЛЬНЕ ВИКОРИСТАННЯ ПРИРОДНИХ РЕСУРСІВ

ГІДРОСФЕРА

Відбір проб для визначення складу і властивостей стічних та технологічних вод

Основні положення

Чинний від 95-07-01

1 Галузь застосування

Керівний нормативний документ встановлює загальні вимоги до відбору проб з метою подальшого визначення хімічних та фізичних показників складу і властивостей вод. Керівний нормативний документ містить загальні вимоги до: організації відбору, видів проб, місць, часу та частоти відбору, пристроїв, засобів та посуду для відбору та зберігання проб, реєстрації та транспортування проб, техніки безпеки.

Положення цього керівного нормативного документу розповсюджуються на відбір проб стічних та технологічних вод, що підлягають державному та відомчому контролю.

Керівний нормативний документ не розповсюджується на відбір проб для визначення складу та властивостей вод джерел централізованого господарсько-питного водопостачання.

2 Нормативні посилання

У цьому керівному нормативному документі є посилання на такі нормативні документи:

- ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия.
- ISO 5667-2:1983 Якість води. Відбір проб. Частина 2. Керівництво щодо методів відбору проб;

3 Загальні вимоги до відбору проб

3.1 Відібрана проба повинна з найбільш можливою повнотою репрезентувати показники складу та властивостей об'єкту контролю на даний момент або за певний інтервал часу. Способи відбору та зберігання проб мають забезпечити сталість складу та властивостей об'єкту контролю в інтервалі часу між відбором проб та їхнім аналізом.

3.2 Програма відбору проб (види проб, місця відбору, періодичність, способи відбору, перелік показників, що контролюються та ін.) визначається поставленою метою.

Систематичний відбір проб з метою контролю скидів стічних вод проводиться водокористувачем. Вибірковий або контрольний відбір проб застосовують для забезпечення контролю діяльності водокористувачів. Такий відбір проб здійснюють підрозділи аналітичного контролю органів Мінекобезпеки України на місцях.

4 Види проб

4.1 Проби поділяються на разові та об'єднані (усереднені). Разові проби використовують місцеві органи Мінекобезпеки України під час контролю складу стічних вод та впливу скидання стічних вод на водні об'єкти з метою встановлення можливого забруднення і ступеню забрудненості об'єкту контролю. Таке призначення разових проб відповідає міжнародному стандарту ISO 5667/2.

4.2 Разова проба характеризує склад та властивості води у даному місці на момент відбору. Її отримують однократним відбором усього необхідного для аналізу об'єму води у заданій точці місця відбору.

4.3 Об'єднана (усереднена) проба має характеризувати склад та властивості води з урахуванням неоднорідності її кількісних та якісних характеристик у часі, просторі. Об'єднану пробу отримують злиттям декількох разових проб, що були відібрані одночасно у заданих місцях, або одержують об'єднанням разових проб, що взяті в одному місці через задані інтервали часу.

5 Місця відбору проб

5.1 Місця відбору проб визначають, базуючись на схемі розташування та взаємодії об'єктів контролю з урахуванням їхніх особливостей та мети контролю.

5.2 Вода у місці відбору проб повинна добре перемішуватись. Якщо це не виконується, то відбирають проби у різних по глибині місцях з відповідним усередненням за об'ємом.

5.3 Місця відбору проб окремих потоків мають бути розташовані перед ділянками їхнього змішування, поза зонами можливого впливу підпору:

5.4 Проби суміші вод різних потоків слід відбирати у місцях їхнього повного змішування, які визначаються розрахунком або експериментально.

5.5 Місця відбору проб повинні мати пристрої та стаціонарне обладнання для отримання проби води.

Місця відбору проб для стічних вод, що скидаються у водні об'єкти, мають бути обладнані водокористувачами засобами реєстрації вимірювання витрат. Бажано мати автоматичні пробовідбірні пристрої та засоби вимірювання витрат.

6 Час та частота відбору проб

6.1 Час та частоту відбору проб встановлюють у відповідності з метою контролю, з урахуванням особливостей об'єктів контролю, на основі наявних або спеціально одержаних даних щодо неоднорідності складу та властивостей вод об'єкту контролю.

6.2 Відбір проб водокористувачем повинен здійснюватись з частотою, що дозволяє контролювати неоднорідність складу або властивостей вод у прийнятих межах з прийнятною ймовірністю (додаток А).

6.3 Частоту відбору зменшують до одного разу за період контролю, якщо значення показників складу та властивостей вод у заданному місці відбору стабільні за часом та не виходять за встановлені або нормативні значення припустимих розбіжностей величин показників (додаток А).

6.4 Якщо значення показника або групи показників вийшли за межі встановлених припустимих розходжень, для з'ясування причин розходжень частоту відбору підвищують.

6.5 У період очікуваних або наявних змін складу і властивостей вод об'єкту контролю, що сталися у результаті аварії, поведінки, ремонту і т.п., проби відбирають у 2-3 рази частіше ніж звичайно, з відповідним коригуванням частоти відбору, після стабілізації значень показників, що контролюються.

6.6 Час та частоту відбору проб у місцях систематичного відбору періодично коригують з урахуванням одержаних результатів, а також даних щодо можливих або наявних змін у об'єктах контролю.

7 Обладнання та способи відбору проб

7.1 Обладнання для відбору проб ручним або автоматичним способами має відповідати вимогам ГОСТ 17.1.5.04 ,

7.2 Матеріал пробовідбірної обладнання, що контактує з пробою, не повинен змінювати її склад або властивості.

7.3 Стаціонарне обладнання пробовідбірних комунікацій у місцях відбору має бути проточним постійної дії без запірної арматури або має бути передбачена можливість його очищення від накопичених домішок.

7.4 При високій частоті відбору проб застосовують автоматичні пробовідбірники для отримання об'єднаної (усередненої) проби.

7.5 Об'єм проби при ручному відборі має бути принаймні у три рази більшим за об'єм, необхідний для одного визначення усіх показників.

7.6 При заповненні посуду пробою слід запобігати сильному переміщуванню, розриву струменя або захоплення повітря пробою.

7.7 Відбір проб для визначення завислих речовин, нафтопродуктів, показників БСК та ХСК слід проводити в окремий посуд одноразовим наповнюванням без переливу.

7.8 Відбір проб стоячих вод або з відкритих випусків над поверхнею скидання проводять за допомогою пристосувань для дистанційного відбору, у т.ч. ручного типу.

7.9 Особливості відбору проб для визначення конкретних показників надані у відповідних методиках визначення складу та властивостей вод.

8 Посуд для відбору та зберігання проб

8.1 Посуд для відбору та зберігання проб, а також засоби його герметизації, не повинні призводити до змін складу або властивостей проб. Завданням відбору, зберігання та транспортування проб задовольняє посуд, виготовлений з хімічно стійких матеріалів.

8.2 Посуд для відбору, зберігання, а також транспортування проб повинен мати маркування, що не змивається.

9 Реєстрація, зберігання та транспортування проб

9.1 На відібрану пробу (проби) складається супровідний документ (акт, паспорт), в якому має бути наведена така інформація:

- номер посудини (проби);
- назва проби, мета відбору;
- вид проби (разова або об'єднана) із зазначенням способу усереднення;
- спосіб відбору;
- пункт та місце відбору;
- дані про обробку проби (фільтрування, відстоювання, консервування тощо);
- дата, час та відомості про особу (осіб), яка відбирала пробу.

9.2 Дозволяється вносити в паспорт проби додаткові відомості, що роз'яснюють та уточнюють попередні, у тому числі:

- витрата води у місці відбору на момент відбору;

показники складу та властивостей, що визначені на місці або у точці відбору;

- органолептичні показники та інші.

9.3 Зберігання проб припустиме лише у разі неможливості проведення аналізу відразу після відбору. При цьому необхідно враховувати можливі зміни у складі та властивостях проби.

Для збільшення строку зберігання проби її консервують, з урахуванням таких вимог: консерванти даного компоненту або групи компонентів не мають перешкоджати визначенню інших показників;

- метод консервування проби має бути узгоджений з методикою визначення відповідних показників;
- конкретні засоби консервування та строки зберігання проби приймають у відповідності з методиками виконання вимірювань.

9.4 Посуд з пробамі, призначений для транспортування, має бути упакований у тару, що забезпечує його непошкодженість.

9.5 Проби транспортують з дотриманням необхідних заходів безпеки будь-яким видом транспорту, що забезпечує їхню непошкодженість та своєчасну доставку.

10 Техніка безпеки при відборі проб

10.1 До відбору проб допускаються особи, що мають підготовку до виконання цієї роботи та пройшли відповідний інструктаж.

10.2 Відбір проб повинен вестись в присутності або після попереднього повідомлення особи, відповідальної за експлуатацію об'єкту, де встановлені місця відбору.

10.3 Місця, призначені для ручного відбору проб, мають бути обладнані захисними огорожами та мати вільний доступ.

10.4 У місцях відбору з підвищеною електронебезпекою слід дотримуватись загальних правил та конкретних інструкцій по електробезпеці для даного місця відбору.

10.5 Відбір проб у небезпечних місцях, до яких віднесені вільні випуски над відкритою водною поверхнею, а також з круч та колодязів, має виконуватись групою щонайменше з двох осіб, які забезпечені засобами страхування та рятування.

10.6 Відбір проб гарячих (понад 80 °C) та радіоактивних вод має вестись відповідним обладнанням з застосуванням спецодягу для персоналу.

10.7 Відбір проб у небезпечних місцях, де можлива наявність шкідливих або токсичних газів, вогнезаймистих речовин, а також існує небезпека мікробіологічного або вірусного характеру, має забезпечуватись відповідними засобами індивідуального захисту персоналу, що веде відбір.

Додаток А

(обов'язковий)

Методи визначення частоти відбору проб водокористувачами

А.1 Для розрахунку частоти відбору проб зразу треба знайти характеристику неоднорідності (σ_0^2) хімічного складу і властивостей об'єкту контролю у часі за показником А який визначають у заданій точці місця відбору. Характеристика неоднорідності є дисперсією величини показника у пробах, що регулярно відбираються на протязі заданого періоду часу, її обчислюють за формулою:

(А.1)

де A_i - значення показника складу (властивостей), одержане у окремій i -ій пробі,

A - арифметичне середнє показника, одержане з n проб.

Розрахунок характеристики неоднорідності об'єкту контролю у часі має вестися на основі результатів визначень показника А, отриманих щонайменше з 30 проб.

Розрахунок частоти регулярного відбору проб у відповідності до вимог пункту 6.3 даного КНД ведуть за формулою:

$$m = (t \cdot \sigma_0 / \Delta)^2, \quad (\text{А.2})$$

де t - частота відбору або число проб за період контролю, необхідне і достатнє для визначення показника А у вибраному інтервалі $\pm \Delta$ з ймовірністю $P=0,90$;

t - коефіцієнт з прийнятою ймовірністю $P=0,90$ має значення $1,6 \pm 0,05$ для таких видів розподілу: нормального, рівномірного, експотенційного, трикутного, трапецеїдного та двомодельного;

Δ - встановлене, нормоване або потрібне, наприклад, за умовами виробництва або за інших умов, значення припустимих розходжень показника А з ймовірністю $P=0,90$.

А.2 *Приклад.* За період контролю технологічної установки 30 днів кожного дня відбирали пробу та визначали сухий залишок у пробі. Одержані результати $A=1132$ мг/дм³ та $\sigma_0=88$ мг/дм³. Регламент роботи установки припускає коливання показника в інтервалі $\pm \delta = \pm 10\%$. З якою частотою треба відбирати проби?

$\delta = 10\%$, тобто $\Delta = 113,2$ мг/дм³; розраховуємо t за формулою А.2:

$$t = (1,6 \cdot 88 / 113,2)^2 = 1,55 \approx 2,$$

тобто, достатньо двох проб на місяць.

А.3 *Приклад.* За півроку роботи очисної споруди відібрали 40 проб стічної води, в яких визначали коливання вмісту забруднюючої речовини ($\sigma_0 = 120\%$). Норма похибки визначення цієї речовини $\pm \delta = \pm 5\%$. Відповідно, за формулою А.2 необхідна частота:

$$t = (1,6 \cdot 120/5)^2 = 1475,$$

тобто потрібно відбирати 1475 проб у кожні півроку. Така частота практично недосяжна засобами ручного відбору проб. У цьому випадку ручний відбір треба замінити засобами безперервного контролю вмісту даної речовини у стічних водах.

А.4 Для контролю вірності встановлення частоти відбору проб та її коригування у разі необхідності за відомою характеристикою неоднородності об'єкту контролю σ_0^2 з ймовірністю $P=0,90$ та заданій частоті відбору t розраховують інтервал можливих значень показника A_j за формулою:

(А.3)

У разі виходу чергового значення показника A_j з встановленого довірчого інтервалу з'ясовують причини даного відхилення для прийняття наступних рішень.

Кожне чергове k -те значення величини показника A_{j+k} , що визначають, слід вводити у розрахунок характеристики неоднорідності об'єкту контролю та коригувати відповідно частоту відбирання, якщо:

$$|A + A_{j+k}| \leq 3\sigma_0. \quad (\text{А.4})$$