

**Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод
ПНД Ф 12.15.1-08
(утв. Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия 18
апреля 2008 г.)**

Общие положения

Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод устанавливают требования к методам отбора проб сточных вод, предназначенных для определения их состава и свойств, и развивают основные положения серии Международных стандартов ИСО-5667 "Качество воды. Отбор проб", ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб" с учетом нормативных документов Российской Федерации, определяющих порядок нормирования сброса загрязняющих веществ со сточными водами и взимание платы за загрязнение.

С введением в действие настоящих Методических указаний "Инструкция по отбору проб для анализа сточных вод" НВН 33-5.3.01-85 утрачивает силу в части определения периодичности отбора проб сточных вод, расчета количества проб, использования пробоотборных устройств.

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящие Методические указания предназначены для использования органами государственного экологического и технологического надзора, юридическими и физическими лицами - природопользователями, независимо от их ведомственной принадлежности и форм собственности, оказывающими техногенное воздействие на окружающую среду.

1.2 Действие Методических указаний распространяются на точечные (постоянные, периодические, случайные) источники загрязнения и все виды сточных вод, организованно сбрасываемых в окружающую природную среду с помощью технических водоотводящих устройств (труба, лоток, канал) или по понижениям рельефа.

1.3 Действие Методических указаний не распространяются на диффузные источники загрязнения и природные воды, за исключением случаев необходимости отбора проб воды, поступающей на использование из водного объекта.

1.4 Настоящие Методические указания могут использоваться для определения программ контроля за сбросом сточных вод в сети коммунальной канализации и иных предприятий, осуществляющих очистку и транспортировку сточных вод в окружающую среду.

1.5 Настоящие Методические указания учитывают:

Федеральный закон от 10 января 2002 г. N 7-ФЗ "Об охране окружающей среды";
Водный кодекс Российской Федерации от 03.06.2007 г. N 74-ФЗ;

Комментарий ГАРАНТа

По-видимому, в тексте предыдущего абзаца допущена опечатка. Дату постановления Водного кодекса РФ следует читать как "от 03.06.2006 г."

Федеральный закон от 27 декабря 2002 года N 184-ФЗ "О техническом регулировании";

Международный стандарт. Серия ИСО-5667. Качество воды. Отбор проб:
Часть 1. Руководство по составлению программы отбора проб. (5667/1);
Часть 2. Руководство по методам отбора проб. (5667/2);
Часть 3. Руководство по хранению и обработке проб. (5667/3);
Часть 10. Руководство по отбору проб сточных вод. (5667/10);
ГОСТ 16493-70 Качество продукции. Статистический приемочный контроль по альтернативному признаку. Случай недопустимости дефектных изделий в выборке;
ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана воды. Основные термины и определения;
ГОСТ 17.1.4.01-80 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к методам определения нефтепродуктов в природных и сточных водах;
ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод;
ГОСТ 27065-86 Качество вод. Термины и определения;
ГОСТ Р 8.563-96 Методики выполнения измерений;
ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб;
ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 - ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений;
РД 52.24.309-92 "Методические указания. Организация и проведение режимных наблюдений за загрязнением поверхностных вод суши на сети Роскомгидромета";
Методические указания о порядке составления статистического отчета об использовании воды по форме N 2-ТП (водхоз).

2 Основные понятия, термины и определения

2.1 Основные термины и определения - по **Водному кодексу** Российской Федерации от 03.06.2007 г. N 74-ФЗ., **ГОСТ 17.1.1.01-77** и **ГОСТ 27065-86**.

Комментарий ГАРАНТа

По-видимому, в тексте предыдущего абзаца допущена опечатка. Дату названного кодекса следует читать как "03.06.2006"

2.2 Для целей настоящего документа использованы также следующие понятия, термины и определения:

Абонент - юридическое лицо, предприниматель без образования юридического лица, физическое лицо, имеющее в собственности, хозяйственном ведении или оперативном управлении объект (объекты), производящее сброс сточных вод в систему коммунального водоотведения на основании договора с лицом, эксплуатирующим систему коммунального водоотведения.

Выборка - пробы, отобранные из контролируемого объема сточной воды, или наблюдаемые значения контролируемого показателя.

Контейнер пробоотборного устройства - постоянная или заменяемая составная часть пробоотборного устройства, содержащая отбираемую пробу. Заменяемый контейнер может применяться в качестве сосуда для хранения пробы.

Контроль за сбросом сточных вод - составная часть экологического контроля, состоящая в измерении объема сброса и контроле состава и свойств сточных вод с целью оценки соответствия условий водоотведения и сброса загрязняющих веществ установленным нормативам и требованиям.

Контроль аналитический - составная часть контроля за сбросом сточных вод, включающая в себя получение данных о количественном содержании веществ и

показателей с применением регламентированных методик выполнения измерений, а также данных о степени токсичности воды с помощью регламентированных приемов и методик биотестирования.

Контрольная точка - место отбора пробы воды.

Консервация проб - процедура предотвращения изменений качественного и количественного состава проб за период от момента окончания пробоотбора до начала анализа.

Проба воды - некоторый объем воды, отобранный из контролируемого объекта и служащий источником получения аналитических проб.

Проба аналитическая - проба воды или ее аликвотная часть, поступающая на анализ, при необходимости - после проведения регламентированных процедур профподготовки.

Пробоотборное устройство - приспособление, предназначенное для извлечения пробы воды из контролируемого объекта.

Свойства сточных вод - характеристика сточных вод по показателям, иным, чем загрязняющие вещества.

Состав сточных вод - характеристика сточных вод, включающая перечень загрязняющих веществ и их содержание.

3 Цели отбора проб

3.1 Основными целями отбора проб сточных вод являются определение их состава и свойств для:

- Государственного, муниципального и производственного контроля соблюдения установленных нормативов/лимитов состава и свойств сточных вод;

- подтверждения и оценки соответствия нормативам состава и свойств сточных вод, установленных разрешением на сброс, техническим регламентом, стандартом организации и/или включенным в соответствующую декларацию;

- изучения количественного и качественного состава сточных вод;

- изучения изменений состава сточных вод во времени (оценка тенденций);

- расчета массы сброса загрязняющих веществ в единицу времени;

- оценки эффективности сооружений по очистке сточных вод, иных водоохранных мероприятий;

- управления процессом очистки сточных вод;

- расчета платы за негативное воздействие при сбросе сточных вод;

- учета сброса загрязняющих веществ по **форме N 2ТП (водхоз)**;

- иных целей, базирующихся на оценке данных о сбросе загрязняющих веществ.

3.2 В соответствии с целями получения информации составляется Программа отбора проб, в которой указываются: место пробоотбора, его продолжительность, периодичность, способы (техника) отбора, вид проб (разовая, усредненная), способы пробоподготовки, перечень контролируемых показателей, методики выполнения измерений.

3.3 Различают программы производственного и государственного контроля, проводимых постоянно, а также программы специальных работ, выполняемых в течение относительно короткого промежутка времени (инвентаризация сбросов, наладка очистных сооружений, изучение состава сточных вод и динамики его изменений и т.п.)

3.4 Программы отбора проб в составе планов-графиков производственного аналитического контроля за сбросом сточных вод, осуществляемого в соответствии с

условиями лицензии на пользование водным объектом, разрешения на сброс или договора на предоставление услуг системами коммунального водоотведения или иных организаций, выполняющих аналогичные функции (далее - предприятия ВКХ), должны быть согласованы с организациями, осуществляющими контроль за соблюдением соответствующих условий и требований.

Программы отбора проб могут быть оформлены в качестве технического регламента или стандарта организации и использоваться для подтверждения соответствия состава и свойств сточных вод, установленных техническими регламентами и соответствующими декларациями.

Рекомендуемая форма программы отбора проб в составе плана-графика производственного контроля за сбросом сточных вод приведена в [Приложении А](#).

3.5 С местными органами исполнительной власти, осуществляющими государственное управление в области использования и охраны водных объектов, могут быть согласованы программы отбора проб сточных вод, организованно сбрасываемых в водные объекты, на поверхность водосбора (понижения рельефа местности), закачиваемые в подземные горизонты, разработанные для целей:

- контроля соблюдения установленных нормативов/лимитов состава и свойств сточных вод;
- оценки эффективности сооружений по очистке сточных вод;
- расчета платы за негативное воздействие при сбросе сточных вод в водные объекты;
- учета сброса загрязняющих веществ по [форме N 2ТП \(водхоз\)](#).

3.6 С предприятиями ВКХ могут быть согласованы программы отбора проб сточных вод, отводимых в системы коммунального водоотведения ВКХ для последующей очистки и/или транспортировки, разработанные для целей:

- контроля соблюдения установленных нормативов/лимитов состава и свойств сточных вод абонентов;
- оценки эффективности сооружений по очистке сточных вод абонентов;
- расчета платы за услуги коммунальных сетей водоотведения при сбросе сточных вод.

3.7 Программы отбора проб для иных целей - в частности, для внутрипроизводственного контроля, управления процессом очистки по стадиям, для контроля сброса в выгреба, испарители, накопители, иные технологические емкости, расположенные на территории предприятий, на земельные поля орошения, поля фильтрации и т.п. - определяются соответствующими технологическими регламентами, планами исследований и другой документацией, действующей на предприятии.

3.8 Программы отбора проб при осуществлении государственного экологического контроля преследуют цели оценки достоверности данных производственного контроля, эффективности выполненных водоохранных мероприятий, контроля соблюдения установленных условий, режима водоотведения, нормативов (лимитов) сброса загрязняющих веществ со сточными водами, иные специальные цели. Программы разрабатываются и утверждаются в соответствии с порядком, установленным территориальными органами, осуществляющими государственный экологический контроль, с учетом положений настоящего документа.

3.9 Программы отбора проб при осуществлении контроля за соблюдением условий сброса сточных вод, нормативов сброса загрязняющих веществ со сточными водами абонентов в сети предприятий ВКХ составляются и утверждаются предприятиями ВКХ в соответствии с порядком, установленным местными Условиями приема сточных вод в системы коммунальной канализации.

4 Место отбора проб

4.1 Места отбора проб (контрольные точки) выбираются в соответствии с целями работ и определяются соответствующими программами и планами-графиками.

4.2 Пробы сточных вод должны отбираться из хорошо перемешанных потоков, вне зон действия возможного подпора.

4.3 Для целей контроля за соблюдением нормативов/лимитов сброса, учета и расчета массы сброса загрязняющих веществ в составе сточных вод пробы отбираются из водоотводящих устройств. Места отбора проб сточных вод должны быть максимально приближены к точке сброса.

Примечания:

1) Для указанных целей отбор проб природных вод в водном объекте ниже сброса не производится.

2) В случае необходимости оценки содержания веществ в поступающей на использование воде контрольные точки должны быть максимально приближены к водопотребителю. Пробы целесообразно отбирать из водоподводящих устройств; при наличии сооружений водоподготовки - до очистки. При отсутствии этой возможности пробы отбираются из источника водоснабжения: водотока - выше водозабора, но ниже сброса вышерасположенного выпуска; из водоема - на границе зоны охраны водозабора.

4.4 При ожидаемом неравномерном распределении веществ по сечению водоотводящих устройств, в особенности таких, как водоотводные канавы или сбросные каналы, необходимо предварительное изучение распределения загрязняющих веществ. По его результатам принимается решение о размещении точек отбора проб. При неоднородном распределении веществ в зависимости от ширины и глубины водоотводящего устройства точки отбора проб устанавливаются по аналогии с размещением точек при контроле водотоков (по РД 52.24.309-92): 1 или 3 вертикали (в 3 - 5 м от берегов и в середине) и 2 горизонта (поверхность, у дна).

4.5 Места отбора проб должны быть оборудованы для обеспечения безопасности работ в любое время суток, возможности размещения пробоотборных устройств, емкостей для хранения и транспортировки проб, выполнения действий, связанных с консервацией проб, выполнением анализов 1-го часа и попутных наблюдений.

Для опускания, подъема, транспортировки проб (до лаборатории в пределах предприятия или до транспортного средства) при необходимости должны предусматриваться средства малой механизации: лебедки, тележки и т.п. Оборудование мест отбора проб входит в обязанность владельца выпуска.

5 Виды проб

5.1 Различаются простые (разовые) и смешанные (усредненные) пробы.

Простая проба характеризует состав воды в данный момент времени и в данном месте. Ее получают однократным отбором требуемого количества воды.

Смешанная проба характеризует состав воды за определенный промежуток времени (усреднение по времени), в поперечном сечении потока (усреднение по сечению) или в определенном объеме (усреднение по объему). Разновидностью усредненных проб являются периодические пробы объемозависящие (по

ГОСТ Р 51592-2000).

Усредненные по времени пробы получают смешением простых (разовых) проб, отобранных в одном и том же месте через равные промежутки времени.

Усредненные по сечению пробы получают смешением простых проб, отобранных одновременно с разных глубин поперечного сечения потока на одной или нескольких вертикалях.

Усредненные по объему пробы получают смешением простых проб, отобранных в различных местах, или смешением различных объемов воды, пропорциональных расходу и отобранных через определенные промежутки времени.

5.2 Усреднению не подлежат пробы, предназначенные для определения веществ (показателей), содержание (величины) которых изменяются при контакте с атмосферным воздухом или в короткие промежутки времени (рН, растворенные газы), а также пробы нефтепродуктов, масел и т.п.

5.3 Вид пробы должен отвечать поставленной задаче и быть адекватным установленным нормативам/лимитами. Так, при изучении изменений состава воды во времени или распределения загрязняющих веществ по сечению или объему отбираются только простые пробы. При изучении состава вод могут отбираться усредненные пробы (в потоке - по времени, в емкости - по объему).

Для цели контроля соблюдения нормативов/лимитов, установленных в виде концентрации, отбираются простые пробы. В случае установления норматива/лимита в единицах массы сброса (например, в г/час) отбирается проба, усредненная в течение часа. Если норматив/лимит установлен в виде средней концентрации или массы за определенный период времени (смена, сутки), отбирается усредненная среднесменная или среднесуточная проба соответственно. При установлении норматива/лимита, среднего за год, отбираются либо смешанные за приемлемый период, либо разовые пробы с последующим осреднением результатов.

Во всех случаях необходимо обеспечивать условия неизменности состава и свойств в период сбора смешанной пробы.

6 Периодичность отбора проб

6.1 Оптимальным способом обеспечения своевременного отбора проб как при ожидаемых, так и при непрогнозируемых изменениях объемов сброса и (или) содержания веществ является установка автоматизированных устройств измерения объемов сточных вод, пороговых датчиков качества, управляющих работой автоматических пробоотборных устройств или сигнализирующих о необходимости выполнения контрольных отборов проб.

6.2 Периодичность отбора проб определяется целью получения данных о составе и свойствах воды с учетом технических возможностей обработки и анализа проб для своевременного получения информации. В частности:

- для целей управления процессом очистки воды пробы должны отбираться с такой частотой, чтобы данные о содержании веществ или величинах показателей поступали в систему управления через промежутки времени, необходимые для принятия оперативных управляющих решений;

- при изучении динамики качества в течение избранного периода времени (сутки, неделя, месяц и т.п.) пробы отбираются через определенные промежутки в течение суток, в определенные дни недели, через определенное количество дней соответственно;

- для оценки пиковых нагрузок время отбора пробы приурочиваются к моментам

ожидаемых пиков.

6.3 Периодичность отбора проб сточной воды для целей контроля соблюдения установленных нормативов (лимитов) и оценки массы сброса загрязняющих веществ в составе сточных вод, в особенности при непрогнозируемых изменениях объема сброса вод (вследствие нестабильности работы предприятий, частых нарушений технологического режима, аварий и т.п.), назначается преимущественно на основе метода статистического приемочного контроля качества продукции, адаптированного к указанным целям.

Установление периодичности отбора проб по результатам предварительных исследований и расчетов по [Приложению А](#), [ГОСТ Р 51592-2000](#) может быть только в случаях, когда показатели водоотведения соответствуют условиям применимости статистического метода и существуют доказательства, что объем режим водоотведения, показатели состава и свойств, определенные в процессе предварительных исследований, останутся неизменными в будущем.

6.4 Периодичность на основе метода статистического приемочного контроля определяется на основании следующих принципов:

- объем сброса между двумя последовательными моментами отбора проб является постоянной величиной (удельный объем контроля V);
- величина удельного объема контроля на всех выпусках по возможности одинакова;
- максимальная величина среднего удельного объема контроля V , исходя из имеющихся материально-технических возможностей, должна обеспечивать максимальный объем выборки N .

6.5 Величины удельного объема производственного и государственного инспекционного контроля (V_p и V_i соответственно) для каждой контрольной точки устанавливаются в зависимости от ожидаемого объема сброса воды (W_0) за контролируемый период (год, квартал и др.). Величина контролируемого периода определяется периодичностью расчета масс сброса. Например, если предусматриваются ежеквартальные оценки массы сброса, то в качестве W_0 принимается объем водоотведения за квартал. Если требуется оценить только итоги года, то W_0 равен ожидаемому годовому водоотведению.

6.5.1 При проведении производственного аналитического контроля через промежутки времени Δt , за которые приращение объема сброса ΔW_0 равно удельному объему контроля V_p , отбирают очередную пробу.

Для того, чтобы обеспечить минимальный риск незамеченного нарушения нормативов качества вод, и исходя из объема водоотведения в Российской Федерации рассчитаны следующие величины V_p :

- $0,25 W_0$, если ожидаемый объем W_0 не превышает 400 тыс. м^3
- 100 тыс. м^3 , если ожидаемый объем W_0 превышает 400 тыс. м^3 .

В отдельных случаях могут быть следующие отклонения от рекомендованных величин V_p :

- при объемах сброса (забора) воды более $100 \text{ тыс. м}^3/\text{сутки}$ величина V_p может быть увеличена (соответственно уменьшена частота пробоотбора).
- при малых объемах сброса (забора) величина V_p может быть уменьшена (соответственно увеличена частота пробоотбора).

Решение об отклонении от рекомендуемых величин V_p должно базироваться на оценке опасности конкретного сброса (в состав сточных вод входят вещества 1 и 2 класса опасности; кратность требуемого разбавления по тесту на токсичность больше,

чем реально обеспечиваемое разбавление в водном объекте и др.), на оценке существующей изменчивости объема и качества сточных вод за период в течение которого сбрасывается 100 тыс. м^3 или $0,25 W_0$.

6.5.2 При увеличении водоотведения, в том числе связанном с аварийными ситуациями, нарушениями технологии и т.п., величина V_p остается прежней, соответственно частота отбора увеличивается. Если за период непредвиденного увеличенного водоотведения сбрасывается объем меньше или равный $3V_p$, должно быть отобрано не менее трех проб от начала до нормализации объема водоотведения. Решение о частоте отбора проб в период непредвиденных ситуаций принимают местные органы государственного экологического контроля совместно с органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора и фиксируется в документации, регламентирующей производственный экологический контроль.

6.6 Периодичность отбора проб сточных вод в процессе государственного контроля эффективности водоохраных мероприятий определяется плановыми сроками выполнения мероприятий, независимо от того, завершено или не завершено соответствующее мероприятие, достигнуты или не достигнуты прогнозные показатели качества вод.

Примечание: результаты проверки дают основание для установления нового лимита (норматива), внесения соответствующих корректив в размеры взимаемых платежей, или санкций.

6.7 Периодичность отбора проб при государственном контроле соблюдения установленных нормативов (лимитов) сброса и достоверности данных производственного контроля определяется величинами инспектируемого периода и удельного объема контроля (V_i).

Инспектируемый период - промежуток времени, в течение которого отбираются все пробы, составляющие инспекционную выборку. Инспектируемый период может быть равным контролируемому (год, квартал и др.) или составлять его часть.

В течение инспектируемого периода пробы для получения инспекционной выборки отбираются через промежутки Δt , за которые приращение объема сброса ΔW равно удельному объему V_i . Величины V_i и инспектируемого периода выбираются в соответствии с возможностями служб, осуществляющих государственный контроль, динамикой водоотведения и качества сбрасываемых сточных вод.

При нестабильном водоотведении или значительной изменчивости качества вод (вследствие нестабильности работы предприятий, частых нарушений технологического режима, аварий и т.п.) пробы для получения инспекционной выборки целесообразно отбирать в течение всего года (сезона, квартала) по мере сброса объемов V_i , т.е. инспектируемый период равен контролируемому.

При относительной стабильности водоотведения и качества вод вся инспекционная выборка может быть получена в достаточно короткий период, а результаты проверки распространены на весь контролируемый период, т.е. инспектируемый период составляет часть контролируемого.

6.8. При установлении периодичности инспекционного отбора проб для оценки достоверности результатов производственного контроля с применением статистического критерия (**Приложение Б**) должны быть соблюдены следующие требования:

- суммарный объем инспекционной и сравниваемой с ней производственной

выборки должен составлять не менее 6 проб;

- объем инспекционной выборки должен составлять не менее половины объема производственной выборки.

6.9 Статистический критерий применяется, если результаты анализа государственного и производственного контроля, полученные при совместном отборе проб, соответствовали требованиям НД на МВИ.

6.10 Проверка соблюдения периодичности отбора проб, установленной планом графиком производственного контроля, и внесение соответствующих поправок, в особенности при снижении частоты отбора проб при больших объемах водоотведения, выполняется водопользователем в соответствии с Приложением В не реже 1 раза за контролируемый период.

7 Техника пробоотбора. Пробоотборные устройства

7.1 Отбор проб может производиться ручными или автоматическими пробоотборными устройствами. Основные требования к пробоотборным устройствам - по ГОСТ Р 51592-2000, ИСО 5667-3, ИСО 5667-10.

7.2 Для изготовления контейнеров пробоотборных устройств или для покрытия их внутренних поверхностей могут быть использованы: полиэтилен, фторопласт, поликарбонатные полимеры, стекло, фарфор и другие химически инертные материалы.

7.3 К материалам (или внутренним покрытиям) сосудов, из которых на месте отбора проба переливается в сосуд для хранения, предъявляются менее жесткие требования, чем к сосудам для хранения и транспортировки проб. В частности, допускается применение стальных и эмалированных емкостей.

7.4 В качестве ручных пробоотборников могут применяться черпаки, ведра, широкогорлые склянки, ручные батометры (типа батометров Руттнера или Каммерера - трубки объемом 1-3 дм³ с крышками с обоих концов), специальные пробоотборники для поверхностной пленки.

7.5 Конструктивные особенности полуавтоматических и автоматических устройств для отбора проб сточных вод определяются условиями их эксплуатации при выполнении обязательных требований:

- пробоотборник должен обеспечивать отбор проб при максимальных скоростях потоков на контролируемых объектах, в т.ч. при аварийном сбросе;

- пробоотборник должен обеспечивать отбор разовых и усредненных проб по заданной программе;

- пробоотборник должен обеспечивать необходимую герметизацию пробы, хранение ее в условиях, предотвращающих изменение состава пробы и содержания веществ;

- пробоотборник должен быть устойчив к внешним воздействиям, характерным для места его размещения (вибрация, температура, влажность и пр.);

- контейнеры для проб;

- материалы смазки механических частей пробоотборника или герметизации контейнеров для проб не должны оказывать влияния на состав отбираемой пробы.

Автоматический пробоотборник, отвечающий требованиям периодичности отбора проб по принципу статистического приемочного контроля, должен обеспечивать:

- отбор проб через промежутки времени, за которые сбрасывается объем V_p сточных вод;

- отбор усредненной или разовой пробы.

Наиболее точное соблюдение этих требований обеспечит автоматический пробоотборник, включаемый по сигналу водоизмерительного устройства, регистрирующего объем V_p .

7.6 Пробоотборники, предназначенные для отбора заданного объема воды или сопряженные с расходомерами, должны быть снабжены инструкцией по эксплуатации, ремонту и свидетельствами о поверке.

7.7 Надежность и устойчивость пробоотборников к внешним воздействиям должны удовлетворять требованиям [ГОСТ 17.1.5.04-81](#), [ГОСТ Р 51592-2000](#) и иным действующим нормативным документам, учитывающим условия эксплуатации устройств.

7.8 Контейнеры автоматических и полуавтоматических пробоотборных устройств, предназначенных для отбора смешанных проб при необходимости должны обеспечивать неизменность состава пробы за период пробоотбора. Универсальным для большинства компонентов пробы, является поддержание пониженной температуры контейнера- сборника и защита его от света. Тем не менее, желательно экспериментальное исследование стабильности состава сточной воды при её хранении в контейнере в конкретных условиях эксплуатации пробоотборника.

7.9 Требования к подготовке контейнеров и сосудов для хранения проб, способы отбора аналитической пробы и другие особенности техники отбора проб должны соответствовать [ГОСТ 51592-2000](#) и документу, регламентирующему методику анализа.

7.10 Для целей оценки массы и соблюдения нормативов сброса веществ, присутствующих в сточной воде в виде поверхностной пленки или входящих в ее состав, при визуальном обнаружении пленки на поверхности воды в водоотводящем устройстве применяются специальные пробоотборники для поверхностной пленки.

7.11 Отбор двух последовательных во времени проб для параллельного анализа двумя лабораториями или операторами не допускается. Одна отобранная проба разделяется как минимум на две части. (Для этого можно использовать специально изготовленные воронки с двумя - тремя отводами.)

Разделение на части пробы, предназначенной для анализа нефтепродуктов и других не смешивающихся с водой веществ, не допускается. В ближайшей к нему лаборатории проводится экстракция и последующее разделение экстракта, передаваемого на анализ.

Целесообразно разделять пробу (экстракт) на три части, одна из которых (арбитражная) хранится в течение допустимого времени до получения результатов параллельных анализов.

7.12 Сосуды, содержимое которых консервируют различными реагентами, как правило, полностью не заполняют, если консервант не внесен заранее.

Если для определения различных компонентов пробы требуются различные способы консервации, то пробы отбирают в разные сосуды и проводят консервацию, необходимую для каждого из определяемых компонентов.

8 Сосуды для транспортировки и хранения проб

8.1 Основными требованиями к сосудам для хранения проб является достаточный объем и обеспечение неизменности состава пробы. Рекомендуемые материалы для изготовления сосудов, содержащих пробы определенного назначения - по [ГОСТ Р 51592-2000](#).

8.2 Для уменьшения влияния света на пробу используются непрозрачные или затемненные сосуды. Следует учитывать, что окрашенные сорта стекол содержат больше примесей, чем неокрашенные, особенно если необходимо определять малые концентрации веществ.

8.3 В качестве емкостей для транспортирования и хранения используются съемные контейнеры пробоотборных устройств, сосуды с притертыми пробками или плотно завинчивающимися крышками.

Допускается применение корковых или резиновых пробок, если исследуемая проба не содержит ртуть, серебро, озон, органические вещества, не требуется определения БПК и ХПК и если применяемая МВИ не содержит специальных указаний. Корковые пробки следует предварительно прокипятить в дистиллированной воде, а резиновые - в 20% растворе щелочи, затем в 5% растворе соляной кислоты в течение 20-30 мин, после чего их тщательно прополоскать дистиллированной водой. Чистые пробки хранят в стеклянных банках с притертыми пробками.

Если резиновые и корковые пробки не прошли предварительную обработку, их следует обернуть полиэтиленовой пленкой или иными полимерными материалами.

8.4 Посуда для хранения и транспортировки проб должна быть промаркирована способом, исключающим нарушение маркировки.

9 Документирование пробоотбора

9.1 В целях обеспечения независимости лаборатории, проводящей анализы и тестирование отобранных проб, и объективности полученных результатов пробоотбор осуществляется лицами, не участвующими в последующем анализе или тестировании проб в специально подготовленные лабораторией сосуды и в соответствии с инструкцией, представленной лабораторией.

9.2 Все процедуры, связанные с отбором проб, получением аналитических проб и передачей их для проведения анализа и биотестирования, должны быть документированы. В документах не допускаются подчистки, а любые вносимые исправления удостоверяются лицом (лицами), принимающими участие в отборе проб, передаче их в лабораторию. Документирование процедур необходимо для последующего выявления возможных несоответствий производственных и инспекционных выборок, поиска причин несоответствий и разрешения иных споров.

9.3 Сведения об отборе проб при проведении производственного контроля регистрируются в журнале произвольной формы, удобной для практического применения, где должно быть указано: номер сосуда с аналитической пробой, место отбора (NN точек по плану-графику производственного контроля; для сбросных каналов - вертикаль, горизонт); приращение объема сброса от предыдущего пробоотбора (фактическое V_p); дата, время начала и окончания отбора проб; назначение пробы (контролируемые вещества, показатели); вид пробы (разовая, смешанная, период усреднения); пробоотборное устройство; объем отобранной пробы; способы консервации или отметка о ее отсутствии; условия хранения от окончания пробоотбора до передачи проб в лабораторию. В лабораторию передаются нумерованные сосуды с пробами и документ, содержащий минимальное количество информации для ориентировки аналитиков по способам предварительной подготовки проб, определяемых компонентов.

9.4 Форма документирования отбора проб при проведении государственного контроля приведена в [Приложении В](#). Один экземпляр акта отбора проб, хранится у представителя органа государственного экологического контроля, второй - у

представителя проверяемого объекта.

9.5 В лаборатории передаются паспорта проб, оформленные одновременно с актом пробоотбора. Приемка проб, отобранных для целей государственного контроля или в иной независимой лаборатории, проводящей арбитражный анализ, регистрируется в журналах учета произвольной формы, удобной для практического применения, с указанием номера сосуда с аналитической пробой, время доставки проб, при необходимости - условия хранения до начала анализа, информация о пробоподготовке и другие необходимые данные.

9.6 Процедуры и операции, проводимые с пробами, регистрируются в рабочих журналах таким образом и с такой подробностью, чтобы впоследствии можно было выяснить правильность соблюдения МВИ и причины расхождений. Результаты анализа регистрируются в отдельных журналах или протоколах, передаваемых лицам, принимающим решения по полученной информации.

9.7 Сроки хранения документации - не менее 5 лет, срок хранения данных о составе и свойствах вод, сбрасываемых в окружающую среду может быть увеличен для целей отслеживания тенденций и формирования долговременных рядов наблюдений. Ликвидация документации возможна при ликвидации источника загрязнения.

10 Техника безопасности при отборе проб

10.1 К отбору проб сточных вод допускаются лица не моложе 18 лет, успешно сдавшие экзамен квалификационной комиссии. Перед проведением отбора проб необходимо ознакомиться с правилами техники безопасности, действующими на конкретном объекте, и выполнять их.

10.2 Отбор проб сточных вод должны проводить не менее 2-х человек. При отборе проб из больших емкостей (отстойники, накопители и т.п.) необходимо надевать спасательные жилеты и использовать страховочные канаты. Отбор проб сточных вод и переливание проб в сосуды для хранения должен проводиться в резиновых перчатках и спецодежде, а при необходимости с использованием других средств индивидуальной защиты.

10.3 При отборе проб сточных вод из сетей канализации, в колодцах, на насосных станциях и очистных сооружениях следует учитывать следующие факторы риска:

- наличие взрывоопасных газов и газовых смесей;
- возможность отравления сероводородом, угарным газом, метаном и др.;
- недостаток кислорода;
- возможность заражения патогенными микроорганизмами;
- травмы при падении, оскальзывании, при падении предметов;
- утопление;
- ожоги, радиоактивное заражение.

10.4 Перед входом в ограниченные пространства (колодцы, туннели и пр.) необходимо оценить риск взрыва, содержание опасных газов и кислорода с помощью специальных приборов, определить уровень радиации. В зависимости от результатов проверки производится проветривание или применяются соответствующие средства защиты. Человек, находящийся в ограниченном пространстве, должен быть соединен с напарником, находящимся на поверхности, прочным страховочным тросом, позволяющим извлечь пробоотборщика на поверхность. Необходимо иметь при себе оборудование для контроля содержания газов, средства защиты от отравления газами,

средства первой помощи.

10.5 Если отбор проб проводится из колодца, расположенного на улице населенного пункта, место работ должно быть снабжено ограждением и указателями; о проводимых работах должна быть оповещена милиция.

10.6 На месте отбора проб сточных вод запрещается принимать пищу, курить. После отбора проб одежда при необходимости должна быть очищена и продезинфицирована.

11 Хранение, консервация, транспортировка и предварительная обработка проб

11.1 Хранение проб без изменения их состава и свойств возможно только для ограниченного числа показателей и только в течение определенного времени. Для предупреждения процессов, приводящих к изменению состава проб, или сведения их к минимуму следует применять консервацию, хранение проб в темноте, охлаждение, замораживание. Выбор способа обеспечения неизменности состава пробы от момента завершения отбора до начала анализа проб зависит от свойств определяемого показателя, особенностей последующего метода анализа, сроков доставки проб в лабораторию.

11.2 Способы консервации, требования к хранению проб и другие рекомендации по обеспечению неизменности состава проб воды приведены в [ГОСТ Р 51592-2000](#). Указанные требования обязательны в случаях, когда в применяемой методике выполнения измерений (МВИ) отсутствуют сведения о данных операциях или они не отличаются от рекомендованных в [ГОСТ Р 51592-2000](#). В противном случае применяются способы консервации и сроки хранения, приведенные в МВИ, которые являются обязательными. Пробы, предназначенные для биотестирования, не консервируются.

11.3 Для консервации проб используются кислоты, щелочи, органические растворители, и др. реактивы в установленных количествах. Применяются реактивы квалификации не ниже "х.ч".

11.4 Охлаждение пробы до 2-5°C и хранение ее в темноте в большинстве случаев достаточно для сохранения неизменности состава пробы в течение небольшого отрезка времени до начала анализа. Охлаждение целесообразно применять совместно с добавлением консервантов.

Комментарий ГАРАНТа

Нумерация пунктов приводится в соответствии с источником

11.4 Замораживание способно вызвать физико-химические изменения (например, образование осадка или потери растворенных газов) при замораживании и оттаивании, поэтому его следует применять с осторожностью. Для замораживания применяются полиэтиленовые сосуды, которые заполняются не более чем на 80%.

11.5 Общие требования по транспортировке проб от места пробоотбора до лаборатории - по [ГОСТ Р 51592-2000](#). Перевозка проб сточных вод в общественном транспорте не допускается.

11.7 Способы предварительной обработки проб (фильтрование, отстаивание, центрифугирование, гомогенизация, экстракция и пр.) зависят от цели анализа и требований применяемых МВИ. Если в МВИ специально не оговаривается необходимость фильтрования, отстаивания, центрифугирования пробы, то предварительная обработка проб проводится в соответствии с целями получения информации.

11.8 Пробы сточных вод подвергаются фильтрованию (отстаиванию) при:

- определении содержания взвешенных веществ;
- определении растворенных форм веществ;
- раздельном определении растворенных и взвешенных форм (например, при оценке эффективности очистки от растворенных веществ);
- биотестировании;
- определении общей минерализации (солесодержание, электропроводность), ионов основного состава (хлоридов, сульфатов и др.), жесткости и др. общих свойств;
- наличии специальных указаний в применяемой МВИ.

11.9 При определении содержания газов и других неустойчивых компонентов фильтрование не допускается.

11.10 Если фильтрат необходимо консервировать, то соответствующий консервант вносят в приемник для фильтрата. Способы фильтрования, применяемые фильтры должны соответствовать применяемым МВИ, общие требования - по **ГОСТ Р 51592-2000**.

11.11 Для расчета массы веществ, сбрасываемых в водные объекты и сети коммунального водоотведения, анализу подвергается натуральная (нефильтрованная, неотстоянная) проба. Если применяемая МВИ не допускает обработки натуральной пробы, в расчет принимается результат анализа фильтрата и взвешенной фракции.

Для расчета массы загрязняющих веществ, подлежащих оплате по нормативам, утвержденным нормативным правовым актом, анализу подвергается фильтрованная проба при определении компонентов, для которых в соответствующем акте даны соответствующие указания.

11.12 В случаях, если фильтрование не проведено на месте отбора пробы или анализу подлежит натуральная проба, в лаборатории перед выполнением анализа проводится гомогенизация пробы.

Приложение А (рекомендуемое)

Приложение к

_____ документа,

(решение,

_____ службы

(абонента),

за

(наименование

регламентирующего
водопользование

договор)

УТВЕРЖДАЮ

(Руководитель

водопользователя

ответственный

производственный

контроль)

**ПЛАН-ГРАФИК
аналитического контроля**

(наименование объекта-водопользователя, абонента)

СОГЛАСОВАНО

" ____ " _____

СОГЛАСОВАНО

" ____ " _____

Схема размещения точек отбора проб и (или) выполнения измерений

Схема должна представлять собой ситуационный план, на который нанесены системы водопотребления, водоотведения, источники образования сточных вод, системы и установки их очистки и обезвреживания, выпуски сточных вод, объекты-водоприемники. (Схема не должна быть перегружена излишней информацией). На схеме показывается местоположение всех контрольных точек, включаемых в план-график; каждой точке присваивается порядковый номер. На схеме могут быть показаны контрольные точки внутрипроизводственного технологического контроля вод, но информация о них не включается в таблицы пробоотбора и аналитическую программу, согласуемую с органами исполнительной власти в области охраны водных объектов или организациями ВКХ

Таблица 1 - Таблица учета вод и программа отбора проб

Местоположение контрольной точки (N по схеме)	Измерение объема воды			Отбор проб			
	Способ измерения	Погрешность	Периодичность	Способ отбора проб; вид проб	Пробоотборное устройство	Периодичность	Подразделение, организация, выполняющая отбор проб
1	2	3	4	5	6	7	8

Гр. 2. - водоизмерительное устройство, вид, марка; иной способ (указать, какой)

Гр. 5 - ручной, автоматический; разовая, смешенная; период усреднения

Гр. 6 - наименование, марка.

Гр. 7 - периодичность в зависимости от способа установления (промежутки времени или величины $\Delta t V_{\Pi}$)

Таблица 2 - Аналитическая программа

Местоположение (N точки по схеме)	Контролируемый показатель,	Отбираемый объем пробы	Условия хранения, консервации	Методика анализа, тестирования.	Организация, выполняющая анализы, тестирование
-----------------------------------	----------------------------	------------------------	-------------------------------	---------------------------------	--

	вещество.			(МВИ)	Наименование	Отметка о подтверждении и технической компетентности
1	2	3	4	5	6	7

Гр. 6 и 7 могут быть исключены в случае, если все аналитические работы проводятся одной и той же организацией; сведения об этом приводятся одной строкой в аналитической программе с указанием наименования организации (лаборатории), N аттестата аккредитации, кем и на какой срок выдан.

Приложение Б (рекомендуемое)

Статистическое сравнение производственной и инспекционной выборок

1 Статистическое сравнение данных выборок государственного и производственного контроля выполняется с применением критерия УИЛКОКСОНА-МАНА-УИТНИ. Это сравнение производится при удовлетворительных результатах оценки воспроизводимости анализов при совместном отборе проб и выполнении условий применимости статистического критерия.

2 Статистическое сравнение данных выборок государственного и производственного контроля выполняется по завершении каждого инспектируемого периода. Если инспектируемый период равен контролируемому, то сравниваются выборки, полученные в течение года (или менее). Когда инспектируемый период составил часть контролируемого периода, то статистическое сравнение производится также и с данными производственного контроля, полученными в предшествующие части контролируемого периода, а результаты сравнения могут быть распространены на последующий период, если не ожидается существенное изменение режима водоотведения, изменение технологии и т.п.

3 Порядок действий:

3.1 Значения показателя из двух выборок располагаются в общую возрастающую последовательность:

$$Y_1, X_1, X_2, Y_2, Y_3, Y_4, X_3, Y_5, Y_6, X_4,$$

где X_1, X_2, X_3, X_4 - значения, принадлежащие инспекционной выборке:

Y_1, Y_2, \dots, Y_6 - значения, принадлежащие производственной выборке.

3.2 Каждому значению показателя в общей возрастающей последовательности присваивается порядковый номер и ранг, например:

Общая последовательность	Y_1	X_1	X_2	Y_2	Y_3	Y_4	X_3	Y_5	Y_6	X_4
--------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

данных										
Порядковый номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

Если в обеих выборках отсутствуют одинаковые по значению показатели, то ранг равен порядковому номеру:

Общая последовательность данных	Y_1	X_1	X_2	Y_2	Y_3	Y_4	X_3	Y_5	Y_6	X_4
Порядковый номер ранг	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

Если в обеих выборках имеются одинаковые по значению показатели, то в общей последовательности им присваивается одинаковый средний ранг.

Например, если $X_2 = Y_2$, то для рассмотренной последовательности:

Общая последовательность данных	Y_1	X_1	X_2=Y_2		Y_3	Y_4	X_3	Y_5	Y_6	X_4
Порядковый номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ранг	1	2	3,5	3,5	5	6	7	8	9	10

т.е. $(3+4)/2=3,5$

при $X_2=Y_2=Y_3$:

Общая последовательность данных	Y_1	X_1	X_2=Y_2=Y_3			Y_4	X_3	Y_5	Y_6	X_4
Порядковый номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ранг	1	2	4	4	4	6	7	8	9	10

т.е. $(3+4+5)/3=4$

3.3 Отдельно для каждой выборки подсчитывается сумма рангов.

Например, для последовательности (б) получим:

Значения показателя	Ранг		Значения показателя	Ранг
X_1	2		Y_1	1
X_2	3,5		Y_2	3,5
X_3	7		Y_3	5
X_4	10		Y_4	6
Сумма рангов	22,5		Y_5	8
			Y_6	9
			Сумма рангов	32,5

3.4 По формулам (1) и (2) определяются численные значения критерия U.

$$U = T_1 \left[n_1 \times n_{1+1} / 2 \right], \quad (1)$$

$$U = \left[n_2 \times (n_{2+1}) / 2 \right] + n_1 \times n_2 - T_2, \quad (2)$$

где T_1 - меньшая сумма рангов в сравниваемых выборках;

n_1 - объем выборки с суммой рангов T_1 ;

T_2 - большая сумма рангов в сравниваемых выборках;

n_2 - объем выборки с суммой рангов T_2 .

Например, для последовательности (б) критерий U равен

$$U = 22,5 - \left[4 \times (4 + 1) / 2 \right] = 12,5$$

Если в большей по объему выборке количество данных равно или менее восьми ($m \leq 8$) , то оценку различия значений показателя в двух сравниваемых выборках проводят по номограммам с использованием полученного значения U и величин тип, характеризующих соответственно объем большой и малой выборок.

Например для последовательности (б) $m = n_2 = 6$; $n = n_1 = 4$; $U = 12,5$.

Как следует из номограммы, разница значений показателя в сравниваемых выборках незначительна и результаты производственного контроля могут считаться достоверными.

Номограммы для определения значимости различия данных в двух сравниваемых выборках при $m \leq 8$

4. Если число данных в большей выборке более восьми ($m > 8$), то оценка различия значений показателя из сравниваемых выборок проводится по критерию Z.

$$Z = \frac{U - (m \times n) / 2 - 0,5}{\sqrt{[m \times n \times (m + n + 1) / 12]}} =$$

$$= \frac{[U - 0,5 \times (m \times n + 1)]}{0,289 \sqrt{m \times n \times (m + n + 1)}}$$

В том случае, если рассчитанная величина Z попадает в интервал $-1,28 < Z < 1,28$ различие между выборками по рассматриваемому показателю принимается несущественным.

5. В случае признания данных производственного контроля недостоверными оценка массы сброса загрязняющих веществ за периоды выявленного несоответствия (вплоть до всего контролируемого периода) производится по данным государственного контроля.

Приложение В (рекомендуемое)

 Наименование органа Государственного контроля, индекс,
 адрес, телефон

 Наименование службы аналитического контроля (ЦЛАТИ), индекс,
 адрес, телефон
 N бланка _____
АКТ ОТБОРА ПРОБ N _____

" ____ " _____ 200__ г.

1. Мною (нами)

произведен ф.и.о., должность лица, отобравшего пробы
 отбор проб на

2. наименование проверяемого объекта, индекс, адрес, телефон
 Цель отбора проб

3. Дата, период отбора проб

4. Условия отбора проб, визуальные наблюдения в месте отбора проб

5. Количество _____ отобранных _____ проб _____

6. Количество _____ точек _____ отбора _____ проб _____

Приложение: паспорта отобранных проб _____ шт
Настоящий акт составлен в количестве _____ экз.

Подписи _____ ФИО: _____
Пробы _____ отобрал _____ (и)

подписи и расшифровка подписей

Присутствовал (и) _____

ф.и.о, _____ должность, _____ паспорт _____ представителя _____ проверяемого
объекта, _____ присутствовал, _____ был приглашен, но отказался присутствовать при
отборе _____ проб _____

подписи и расшифровка подписей

Примечания:

ПАСПОРТ ПРОБЫ N _____

Место _____ Приложение к акту N отбора проб _____ отбора _____ пробы _____

Время _____ отбора _____ N точки по схеме ила описание местоположения _____ пробы, _____ от _____ до _____

Категория _____ воды _____

или _____ наименования и коды категории полученной, переданной _____

Вид _____ сброшенной воды по форме N 2ТП (водхоз) _____ пробы _____

Вид _____ разовая, смешанная, период усреднения _____ устройства _____ водоотводящего _____

Пробоотборное _____ устройство _____

Контрольный _____ объем _____

Расход ΔW от предшествующей до настоящей проверки
воды на момент контроля

Анализ первого часа, физические показатели
температура _____ запах _____ цвет _____

pH _____

Сведения об аналитических пробах

Определяемый (ые) показатель(и), вещество(а)	N сосуда	Сведения о консервации

Аналитические пробы для параллельного определения _____

(наименование показателей и вещества, номера)

переданы _____ в _____

(наименование лаборатории, предприятия, организации)

Аналитические пробы для параллельного анализа подучили _____

(должности, ф.и.о, подписи представителей лаборатории, предприятия, организации)

Аналитические пробы для арбитражного анализа _____

наименование показателей и веществ, номера, отметка об
опломбировании переданы на ответственное хранение в _____

наименование организации _____

Аналитические пробы для арбитражного анализа получили _____

должности, ф.и.о, подписи представителей _____

Директор ФГУ "Федеральный центр анализа и
оценки техногенного воздействия"

К.А. Сапрыкин