

Инструкция Министерства природных ресурсов и охраны окружающей среды Республики Беларусь от 16 февраля 1994 г.

По состоянию на 12 октября 2006 года

ИНСТРУКЦИЯ ПО ОТБОРУ ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА СТОЧНЫХ И ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД

Утверждено: первый заместитель Председателя Государственного комитета Республики Беларусь по экологии 16.02.1994

Инструкция устанавливает требования к методам отбора **сточных** и **поверхностных вод, предназначенных для анализа.**

1. Определения задач пробоотбора

1.1. Отобранная проба должна с наиболее возможной полнотой представлять основные показатели химического состава сточных вод в данный момент или за определенный промежуток времени. Способы отбора, консервирования и хранения проб должны гарантировать неизменность химического состава в интервале между отбором проб и их анализом.

1.2. Программа отбора проб (место отбора, его продолжительность, периодичность, способ отбора, обработки и подготовки, перечень контролируемых параметров) определяется поставленными задачами.

1.3. Основные задачи отбора проб сточных и поверхностных вод:

1.3.1. государственный контроль качества сточных и поверхностных вод;

1.3.2. первичный учет сброса сточных вод для государственной статистической отчетности;

1.3.3. контроль процесса очистки сточных вод.

2. Место отбора пробы

2.1. Место отбора пробы выбирается в зависимости от цели контроля, характера выпуска сточных вод, а также на основании схемы размещения и взаимодействия объектов контроля с учетом их особенностей.

2.2. К местам отбора проб должен быть свободный доступ. При отборе проб сточных вод с помощью автоматических пробоотборников доступ к ним посторонних лиц должен быть исключен.

2.3. Пробы сточных вод следует отбирать в турбулентных, хорошо перемешанных потоках на прямолинейных участках водоотводящих устройств вне зон действия подпора.

2.4. Отбор проб для определения взвешенных веществ производят только после перемешивания потока, а если это невозможно, то отбирают серию проб по всему сечению потока.

2.5. Если нет возможности обеспечить турбулентное перемешивание жидкости, следует производить отбор в нескольких местах по сечению потока и составлять среднюю пробу.

2.6. При сборе сточных вод в водные объекты через глубинные выпуски отбор проб следует проводить в последнем колодце вне зон

действия подпора. Если сточные воды поступают в водоем через водосливное устройство, то проба отбирается непосредственно из падающей струи.

2.7. Место отбора сточных вод, отводимых в водный объект, выбирается у выпуска сточных вод в водный объект.

2.8. Для оценки влияния сточных вод на открытые водотоки на последних выбирают два контрольных створа, выше и ниже сброса стоков. Один из них располагают на расстоянии до 500 м и выше источника загрязнения, вне зоны его влияния. При этом следует учитывать, чтобы на данном участке не имелось других источников загрязнения (выпусков сточных вод, притоков, сбросов с мелиоративных систем и т.д.). Второй – в месте полного смешивания сточных вод с водами водотока, но не далее 500 м ниже источника загрязнения.

Пробу отбирают пробоотборником на глубине 0,3–0,5 м от поверхности, а в зимний период – у нижней кромки льда. Не допускается отбор проб стоячей воды, в изгибах, глухих рукавах и т.п.

На небольших водотоках пробы отбираются на середине водотока. На реках шириной 20 и более метров у обоих берегов и на середине реки.

При отборе проб на водоемах (озера, водохранилища, пруды) устанавливается не менее трех створов.

Один совмещают со створом сброса сточных вод, второй – на расстоянии 0,5 км от места сброса и третий – вне зоны влияния источника загрязнения.

Пробы отбираются пробоотборником на глубине 0,3–0,5 м от поверхности, а зимой – у нижней кромки льда.

При глубине озер более 3 м дополнительно отбираются пробы у дна (0,5 м).

2.9. Отбор проб должны производить квалифицированные специалисты, прошедшие соответствующий инструктаж.

2.10. Места отбора проб должны быть стационарно оборудованы водопользователями и обеспечивать безопасный отбор проб в любое время года.

3. Виды проб

Различают простую и смешанную пробы. Виды отбираемой пробы определяются целями исследования.

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

3.2. Смешанную пробу получают, сливая простые пробы, взятые в одном и том же месте через определенные промежутки времени или отобранные одновременно в различных местах обследуемого объекта. Эта проба должна характеризовать средний состав воды исследуемого объекта или средний состав за определенный период времени (за час, смену, день и т.д.). Смешанную пробу следует отбирать за период не более суток. Смешанную пробу нельзя применять для определения компонентов и характеристик воды, легко подвергающихся изменению (растворенные газы, рН и т.д.). Эти определения делают в каждой пробе отдельно. Смешанную пробу нельзя составлять и в том случае, если характер воды изменяется во времени (отдельные составляющие

пробы вступают во взаимодействие, изменяется их физическое состояние).

При проведении серии анализов различают среднесменную, среднесуточную и среднепропорциональную смешанные пробы.

3.3. Среднесменная или среднесуточная проба готовится смешением равных по объему проб, отработанных через равные промежутки времени. Средняя проба тем точнее, чем меньше интервалы между отдельно взятыми составляющими ее пробами.

3.4. Среднепропорциональная проба готовится смешением объемов воды, пропорциональных величине расхода, отработанных через равные промежутки времени.

4. Время и частота отбора проб

4.1. Время и частоту отбора проб устанавливают в соответствии с задачей контроля и с учетом режима расхода и состава сточных вод данного производства.

4.2. Контрольный отбор проб следует производить не реже одного раза в квартал, если значения показателей состава и свойств воды в заданном месте отбора стабильны во времени и находятся в пределах установленных и нормированных значений.

4.3. В случае выхода значения контролируемого показателя или группы показателей за пределы установленных значений частоту отбора увеличивают для выяснения причин.

4.4. В период происшедших в результате аварии, паводка, ремонта т.п. изменений состава или свойств воды контролируемого объекта производят учащенный отбор проб в установленных местах (один раз в день в течение недели в водотоках) с соответствующей корректировкой частоты отбора после стабилизации значений контролируемых показателей (2 раза в месяц до первоначальной стабилизации контролируемых показателей).

4.5. Время и частоту отбора проб для мест регулярного отбора периодически корректируют с учетом получаемых результатов, а также данных о возможных или происшедших изменениях в объекте контроля.

5. Устройства и способы отбора проб

5.1. Устройства для отбора проб ручного или автоматического действия должны удовлетворять требованиям:

5.1.1. Материалы пробоотборного устройства, контактирующие с отбираемой пробой, не должны искажать ее состава и свойств.

5.1.2. Стационарное оборудование в местах отбора, пробоотборные коммуникации должны быть либо проточными, постоянного действия без запорной арматуры, либо должна быть возможность их очистки.

5.1.3. Для отбора проб из систем под давлением или разряжением используют устройства, уравнивающие давление или разряжение с сосудом, куда производят отбор пробы.

5.2. Объем пробы должен превышать не менее чем в три раза необходимый для одного определения требуемого числа показателей.

5.2.1. В местах, оборудованных стационарными пробоотборными коммуникациями, отбор проб должен производиться непосредственно в сосуд для хранения и транспортировки проб.

5.2.2. Отбор проб для определения взвешенных веществ,

показателей БПК и ХПК должен производиться в отдельные сосуды
5
однократным наполнением без перелива.

5.2.3. Пробу природных вод с намеченной глубины отбирают с помощью специальных устройств – батометров. В большинстве случаев допускается отбор проб воды прямо в бутыль. Пробы стоячих вод отбираются различными модификациями пробоотборников. После каждого отбора проб пробоотборник необходимо тщательно вымыть струей чистой воды; в этих целях можно применять моющие средства.

5.2.4. Особенности способов отбора проб для определения конкретных показателей должны быть изложены в соответствующих методиках.

6. Посуда для хранения проб

6.1. Для хранения проб следует применять сосуды из стекла или полиэтилена с притертыми или плотно навинчивающимися крышками. Допускается также применение корковых и резиновых пробок, если исследуемая проба не содержит ртути, серебра, озона, органических веществ и не требуется определения БПК и ХПК.

5
6.2. Стекланную посуду моют и обезвреживают хромовой смесью, тщательно отмывают от кислоты и пропаривают. Полиэтиленовую посуду споласкивают ацетоном, соляной кислотой (1:1), (допускаются синтетические моющие средства), несколько раз ополаскивают водопроводной водой, а затем дистиллированной водой.

6.3. Отбор проб для определения БПК и ХПК производится только
5

в стекланную посуду, а нефтепродуктов – согласно ГОСТу 17.1.4.01-80.

6.4. Перед отбором проб посуду, в которую ее набирают, надо 2-3 раза ополоснуть анализируемой водой. Пробу воды для определения нефтепродуктов надо отбирать в отдельную проградированную посуду, не ополаскивая ее исследуемой водой. Для определения содержания нефтепродуктов отбирают обычно 1 л воды в отдельную посуду. Для определения микроколичеств нефтепродуктов отбирают 2-3 л и более. Для анализа используют весь объем отобранной жидкости, тщательно перенося в делительную воронку адсорбированные на стенках посуды нефтепродукты (хлороформом, эфиром, четыреххлористым углеродом).

6.5. Корковые пробки следует предварительно прокипятить в дистиллированной воде, а резиновые – в 5-процентном р-ре соляной кислоты в течение 20-30 мин, а затем – в 20-процентном р-ре едкого натрия, после чего тщательно прополаскивают дистиллированной водой.

6.6. Посуда, в которую производится отбор проб, должна быть промаркирована способом, исключающим возможность ее нарушения. Надписи лучше делать нестирающейся краской. Номера следует записывать в акт отбора проб.

7. Регистрация, хранение, консервация и транспортировка проб

7.1. Для каждого обследуемого выпуска, где производят отбор проб, составляется документ – акт отбора проб (приложение 1).

7.2. Акт отбора проб должен быть подписан представителем,

уполномоченным на то руководством проверяемого объекта.

В случае невозможности вызова представителя водопользователя (выходные дни, аварийные ситуации и т.п.), неявки представителя по каким-либо причинам или отказа от подписи об этом делается соответствующая запись в акте отбора, которая заверяется подписью свидетеля.

7.3. Хранение проб сточных вод допускается лишь в том случае, если анализ не может быть произведен сразу после их отбора или, в крайнем случае, через 12 часов. При этом необходимо строго соблюдать допустимые сроки хранения.

7.4. Для продления срока сохранности воды в том состоянии, в котором она находилась в момент взятия пробы, ее необходимо законсервировать (приложение 2).

7.5. Если определяемые в пробе компоненты не могут быть законсервированы одним и тем же способом, то такие пробы отбирают в отдельные бутылки и проводят соответствующую для каждого из определений консервацию.

7.6. Транспортировка проб сточных вод осуществляется любым видом транспорта, обеспечивающим сохранность проб и их быструю доставку, кроме общественного.

7.7. Транспортировка должна быть организована таким путем, чтобы исключить перегрев и переохлаждение пробы.

8. Техника безопасности при отборе проб

8.1. К работе по отбору проб для химического анализа допускаются лица не моложе 18 лет, усвоившие правила техники безопасности и производственной санитарии и успешно сдавшие экзамены квалификационной комиссии.

8.2. В связи с тем, что сточные воды могут содержать токсичные или воспламеняющиеся вещества и могут представлять опасность микробиологического или вирусного характера, при их отборе необходимо соблюдать особую осторожность, используя резиновые перчатки, респиратор, резиновые сапоги. После отбора проб необходимо тщательно вымыть руки с мылом и протереть спиртом.

8.3. Отбор радиоактивных и горячих сточных вод и проб из систем, находящихся под давлением, требует специального оборудования и спецодежды.

8.4. При взятии проб из больших емкостей (отстойники, накопители, усреднители) необходимо надевать спасательные жилеты и использовать страховочные канаты.

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

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

8.7. Отбор проб поверхностных и сточных вод должны производить не менее двух человек.

"__" _____ 199__ г.

_____ (место составления)

Акт отбора проб сточных и поверхностных вод

Предприятие, организация (водный объект) _____

Вид сточных вод _____

Дата отбора проб _____

Особые метеоусловия во время отбора проб _____
(дождь, снег и др.)

Место отбора проб, время, объем, номер и вид отобранной пробы _____

1. _____

2. _____

3. _____

4. _____

5. _____

6. _____

Пробы отобрал _____
(фамилия, имя, отчество, должность, подпись

представителя органов Минприроды)

При отборе присутствовали:

(И.О.Фамилия, должность)

(подпись)

Примечание. Акт отбора проб должен быть подписан представителем, уполномоченным на то руководством проверяемого объекта. В случае невозможности вызова представителя водопользователя (выходные дни, аварийные ситуации и т.п.), неявки представителя водопользователя по каким-либо причинам или отказа от подписи об этом делается соответствующая запись в акте отбора, которая заверяется подписью свидетеля.

Способы консервации проб

Компоненты или свойство	Указание о консервации, сроки определения после отбора проб
1	2
Азот общий	См. ниже "Общее содержание азота"
Азот органический	— " —
Алюминий	Пробы отбирают в бутылки, промытые кислотой: а) определение проводят по возможности не позже, чем через 2 ч; б) прибавляют 5 мл HCl (соляной к-ты) на 1 л пробы (в случае надобности)
Аммиак и анионы аммония	а) определение проводят сразу же; б) пробу хранят при 3–4°С; в) прибавляют 1 мл H₂SO₄ (серной к-ты) на 1 л пробы; г) прибавляют 2–4 мл CHCl₃ (хлороформа) на 1 л пробы
Анионные СПАВ	Прибавляют 2–4 мл CHCl₃ (хлороформа) на 1 л пробы
Бораты	Обычно пробу не консервируют, их собирают в полиэтиленовые бутылки или в бутылки из стекла, из которого бор не выщелачивается
БПК (биологическое потребление кислорода)	Нельзя консервировать. Пробу хранят при 2–4°С, обрабатывают не позднее чем через 24 ч
Взвешенные вещества	Пробы не консервируют; определение следует проводить не позднее чем через 1 сутки
Вкус	Не консервируют. Определение не позднее чем через 2 ч
Водородные ионы	См. ниже "Кислотность"

Гидроксильные ионы См. ниже "Кислотность", "Щелочность"

Гуминовые в-ва Не консервируют. Определение не позже чем через 3 суток.

Двуокись углерода См. ниже "Кислотность", "Щелочность"

Двуокись хлора Не консервируют. Определение надо проводить сразу же

Железо **Общее содержание железа:** прибавляют 25 мл азотной к-ты (HNO_3) на 1 л пробы
Различают формы железа: прибавляют 25 мл раствора ацетата натрия (68 г CH_3COONa в 500 мл H_2O) и 25 мл раствора уксусной к-ты (1666,7 мл CH_3COOH в расчете на 100-процентную в 500 мл H_2O) на 1 л пробы.
При взятии пробы следует избегать соприкосновения воды с воздухом. Внимание! Возможна адсорбция железа стенками сосуда

Жесткость Не консервируют. См ниже "Кальций", "Магний"

Жирные кислоты Не консервируют. Определение надо проводить как можно раньше в день отбора проб

Жиры См. ниже "Экстрагируемые в-ва"

Запах Не консервируют. Определение проводят не позднее чем через 2 ч, в крайнем случае не позднее конца дня отбора; некоторые запахи надо устанавливать на месте (запах хлорофенолов и т.п.)

Иодное число Не консервируют. Определение надо проводить в тот же день, лучше всего сразу

Кадмий Пробы собирают в чистые стеклянные или полиэтиленовые бутылки и прибавляют 5 мл концентрированной HNO_3 (азотной кислоты) на 1 л пробы.
Внимание! Возможна адсорбция кадмия стенками бутылки

Калий Не консервируют. Пробы собирают в полиэтиленовые сосуды или бутылки из стекла, из которого калий не выщелачивается

Кальций Не консервируют

Карбонаты и двуокись углерода	См. ниже "Кислотность", "Щелочность"
Катионо-активные синтетические моющие в-ва	См. ниже "Анионоактивные синтетические моющие в-ва"
Кислород	Не консервируют. Собирают в "кислородные" склянки, при этом лучше использовать специальную насадку. К пробе сразу прибавляют соответствующие реактивы
Кислотность	Не консервируют: а) определение проводят сразу же на месте; б) отбор пробы проводят при помощи специальной насадки (как при определении кислорода), сосуд заполняют водой доверху, чтобы не оставалось пузырьков воздуха; при транспортировке предохраняют пробу от нагревания и определения производят не позднее чем через 1 сутки
Крахмал	См. ниже "Сахар", "Крахмал"
Лигнинсульфонаты, кислоты, танин	Не консервируют. Определение производят не позднее чем через 72 ч после взятия пробы
Магний, марганец	Пробы не консервируют: а) определение проводят сразу после взятия пробы; б) прибавляют 5 мл HNO_3 (концентрированной к-ты азотной) на 1 л пробы. Внимание! Может произойти осаждение гидроокиси марганца, ее последующее окисление и адсорбция стенками сосуда
Масла	См. ниже "Экстрагируемые в-ва"
Медь	а) прибавляют 5 мл HNO_3 (концентрированной азотной к-ты) на 1 л пробы; б) прибавляют 5-10 мл HCl (1:1) на 1 л пробы. Внимание! Возможна адсорбция меди стенками сосуда
Минеральные масла	См. ниже "Экстрагируемые в-ва"
Мышьяк	Прибавляют 5 мл HCl (концентрированной соляной к-ты) на 1 л пробы. а) определение проводят не позднее чем через 2 часа

	после отбора пробы; б) биологические процессы прекращают прибавлением 2 мл CHCl_3 на 1 л пробы
Мутность	а) определение проводят в тот же день или сохраняют пробу в темном месте и проводят определение не позднее чем через 1 сутки; б) прибавляют 2-4 мл CHCl_3 (хлороформ) на 1 л пробы (перед началом анализа пробу надо взболтать)
Натрий	Пробу надо отбирать в полиэтиленовые бутылки или в бутылки из стекла, из которого натрий не выщелачивается
Неионогенные синтетические моющие в-ва	См. выше "Анионоактивные синтетические моющие в-ва"
Никель	Прибавляют 5 мл HNO_3 (азотной к-ты) на 1 л пробы (нельзя консервировать при наличии цианидов)
Нитраты	Определение проводят в день взятия пробы. Пробы хранят при 3-4°C
Нитриты	- "-
Общее содержание	а) прибавляют 1 мл H_2SO_4 (концентрированной серной к-ты) на 1 л пробы, определение проводят не позднее чем через 1 сутки; б) прибавляют 2-4 мл CHCl_3 (хлороформ) на 1 л пробы
Общее содержание фосфора	Внимание! Возможна адсорбция фосфатов стенками бутылки. Не консервируют
Озон	Не консервируют. Определение надо проводить сразу же (стойкость озона в пробе повышается при охлаждении пробы и понижении pH)
Общее содержание примесей	Не консервируют. Хранят при температуре 3-4°C. Определение проводят не позднее чем через 3 дня
Окисляемость	а) по Кубелю: прибавляют 2 мл H_2SO_4 (1:2 серной к-ты)

на 100 мл пробы. При определении надо учитывать количество прибавленной к-ты;

б) окисление бихроматом: прибавляют 1 мл концентрированной H_2SO_4 (серной к-ты) на 1 л пробы;

в) пробу хранят при 3-4°C и определение проводят не позже чем через 1 сутки

Органический углерод

а) пробу анализируют в тот же день;

б) прибавляют 1 мл H_2SO_4 (концентрированной серной к-ты) на 1 л пробы

рН

См. выше "Кислотность"

Плотность

Не консервируют

Прозрачность

Не консервируют. Определение проводят сразу же после отбора

Светопропускание

См. ниже "Фосфаты"

Растворенные в-ва

Не консервируют. Определение проводят не позже чем через 1 сутки

Роданиды

Не консервируют. Определение проводят не позже чем через 1 сутки

Сахар и крахмал

Определение проводят не позже чем через сутки

Свинец

а) прибавляют 3 мл HNO_3 (концентрированной азотной к-ты) на 1 л пробы;
б) прибавляют 2 мл CH_3COOH (в пересчете на 100%) на 1 л пробы

Серебро

Прибавляют 5 мл HNO_3 (концентрированной к-ты) на 1 л пробы. Внимание! Возможна адсорбция серебра стенками бутылки

Сероводород

См. ниже "Сульфиды"

Силикаты

Пробы собирают в полиэтиленовые бутылки; прибавляют 1 мл H_2SO_4 (1:3) на 1 л пробы

Смола

См. ниже "Экстрагируемые в-ва"

Соленость

Не консервируют. Некарбонатная соленость

определяется не позднее чем через 3 суток. См. "Кислотность", "Щелочность"

Сульфаты	Не консервируют
Сульфиды	Пробы собирают в отдельные бутылки, лучше с насадкой (как для определения кислорода): а) прибавляют 10 мл 10-процентного раствора ацетата кадмия или цинка на 1 л пробы; б) пробы не консервируют (сточные неочищенные фенольные воды). Растворенные сульфиды: определение надо проводить как можно раньше после отбора пробы, не консервируя ее
Сульфиты	а) определение проводят как можно раньше после отбора пробы; б) пробы отбирают в отдельные бутылки, в которые предварительно вводят 0,2 мл 20-процентного раствора NaOH и 2 мл глицерина в 100 мл пробы
Температура	Измерение проводят сразу
Углеводороды ароматические	Не консервируют. Пробу сохраняют в холодном месте и анализируют не позже чем через 1 сутки
Удельная электро-	Не консервируют. Измерения надо проводить не позже чем через суткипроводность
Фенолы	а) если содержание фенолов превышает 100 мг/л, определение надо проводить, не консервируя пробы, не позже чем через 5 суток; б) пробы, содержащие менее 100 мг/л фенолов, можно консервировать добавлением 4 г NaOH на 1 л пробы; в) пробы, содержащие не менее 0,05 мг/л фенолов, надо анализировать сразу
Фосфаты	а) определение проводят как можно раньше после отбора пробы; б) прибавляют 4 мл HCl на 1 л пробы и определение ³ проводят в тот же день. Пробу нельзя консервировать кислотой
Фториды	Не консервируют. Пробу отбирают в полиэтиленовые бутылки, которые перед этим не были использованы для хранения в них проб с высоким содержанием фторидов
Хлор "активный"	Не консервируют. Пробы отбирают в отдельные бутылки из темного стекла, предохраняя от действия солнечных лучей и сотрясений. К анализу приступают сразу же после отбора пробы
Хлориды	Не консервируют. В исключительных случаях прибавляют 2-4 мл HCl (хлороформа) на 1 л пробы, чтобы ³ подавить биохимические процессы

ХПК (химическое потребление кислорода)	Не консервируют. Пробы хранят при 3–4°C. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы. В исключительных случаях прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты на 1 л пробы и проводят определение биохроматным методом
Хром	
а) определение общего содержания хрома	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты (HNO ₃) на 1 л пробы
б) раздельное определение хрома (III) и хрома (IV)	Не консервируют. Возможна адсорбция хрома стенками бутылки. К анализу приступают как можно раньше в день отбора пробы
Цветность	Учитывая возможность биохимических процессов, сейчас же после отбора следует внести по 2 мл CHCl ₃ на 1 л пробы. К определению приступают как можно раньше в день отбора пробы
Цианиды	Пробы, содержащие цианиды, нельзя консервировать кислотой: а) определение проводят сразу; б) доводят значение pH пробы добавлением щелочи, по крайней мере, до 11 и сохраняют пробу при 3–4°C
Цинк	Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной H ₂ SO ₄ (серной к-ты) на 1 л пробы (нельзя консервировать пробы при наличии в них цианидов)
Щелочность	Не консервируют: а) определение проводят сразу; б) бутылку заполняют пробой доверху и приступают к анализу не позднее чем через 1 сутки
Экстрагирующие в-ва	Пробу надо собирать в широкогорлую банку, в особенности при определении жиров и смолистых веществ. Определение следует проводить как можно раньше. При определении минеральных масел и жиров пробу консервируют добавлением 5 мл H ₂ SO ₄ (серной кислоты 1:1) на 1 л пробы. Для консервации нельзя использовать хлороформ

