

Сәулет, қала құрылысы және құрылыс қызметі, тұрғын үй қатынастары және коммуналдық шаруашылық саласындағы мемлекеттік нормативтік құжаттар

Государственные нормативные документы в сфере архитектурной, градостроительной и строительной деятельности, жилищных отношений и коммунального хозяйства

**ЕЛДІ МЕКЕНДЕРДІҢ СУ БҰРУ ЖҮЙЕСІНЕ
ӨНДІРІСТІК САРҚЫНДЫ СУЛАРДЫ АҒЫЗУ
АЛДЫНДА ОНЫҢ СЫНАМАСЫН ІРІКТЕУ
ЖӨНІНДЕ ӘДІСТЕМЕЛІК НҮСҚАУ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОТБОРУ ПРОБ
ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ПЕРЕД
СБРОСОМ ИХ В СИСТЕМЫ ВОДООТВЕДЕНИЯ
НАСЕЛЁННЫХ ПУНКТОВ**

Ресми басылым
Издание официальное

**Қазақстан Республикасы Құрылыс және тұрғын
үй-коммуналдық шаруашылық істері агенттігі**

**Агентство Республики Казахстан по делам строительства
жилищно-коммунального хозяйства**

**Астана 2011
Алғы сөз**

ӘЗІРЛЕГЕН:	«Тұрғын-үй-коммуналдық шаруашылығын жаңғырту мен дамытудың қазақстандық орталығы» акционерлік қоғамы
ҰСЫНҒАН:	Қазақстан Республикасы Құрылыс және тұрғын үй-коммуналдық шаруашылық істері агенттігінің Ғылыми-техникалық саясат және нормалау департаменті
ҚАБЫЛДАНҒАН ЖӘНЕ ІСКЕ ЕНГІЗІЛГЕН МЕРЗІМІ:	Қазақстан Республикасы Құрылыс және тұрғын үй-коммуналдық шаруашылық істері агенттігінің 29 желтоқсан 2010 ж. № 606 бұйрығымен 2011 ж. 1 мамырынан бастап. 2011 жылдың 21 қаңтардағы №19 Бұйрықпен енгізілген өзгерістер және толықтыруларды ескеріп 2011 жылдың 1 ақпанынан колданысқа енгізіледі.
ОРНЫНА:	Алғаш рет енгізілген

Предисловие

РАЗРАБОТАН:	Акционерным обществом «Казахстанский центр модернизации и развития жилищно-коммунального хозяйства»
ПРЕДСТАВЛЕН:	Департаментом научно-технической политики и нормирования Агентства Республики Казахстан по делам строительства и жилищно-коммунального хозяйства
ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ:	Приказом Агентства Республики Казахстан по делам строительства и жилищно-коммунального хозяйства от 29.12.2010 г. № 606 с 1 мая 2011 г. С учетом изменений и дополнений, внесенных Приказом от 21.01.2011 г. № 19 введена с 1 февраля 2011 года.
ВЗАМЕН:	Введены впервые

Осы мемлекеттік нормативті ҚР сәулет, қала құрылысы және құрылыс қызметі, тұрғын үй қатынастары және коммуналдық шаруашылық саласындағы Уәкілетті органының рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толық немесе ішінара қайта басуға, көбейтуге және таратуға болмайды.

Настоящий государственный норматив не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Уполномоченного государственного органа РК в сфере архитектурной, градостроительной и строительной деятельности, жилищных отношений и коммунального хозяйства.

**БЕЛГІ ҮШІН
ДЛЯ ЗАМЕТОК**

Мазмұны

Кіріспе	4
1 Қолданылу саласы.....	4
2 Сынама іріктеу міндеттері.....	4
3 Сынама түрлері.....	5
4 Сынама іріктеу орындары.....	5
5 Сынама іріктеу кезеңділігі мен мерзімдері	6
6 Сынама іріктеу техникасы, сынама іріктеу үшін құрылғылар	6
7 Сынаманы сақтауға арналған ыдыстар	7
8 Сынаманы сақтау, консервациялау және тасымалдау.....	7
9 Сынама іріктеу кезінде қауіпсіздік техникасы.....	8
1-қосымша (Анықтама). Сынама іріктеу жиілігі мен мерзімін есептеу жөніндегі құрал.....	9
2-қосымша (Анықтама).Өндірістік сарқынды су сынамасын консервациялау тәсілдері.....	11
Библиография	17

Елді мекендердің су бұру жүйесіне өндірістік сарқынды суларды ағызу алдында оның сынамасын іріктеу жөнінде әдістемелік нұсқау

Методические указания по отбору проб производственных сточных вод перед сбросом их в системы водоотведения населённых пунктов

Еңгізілген күні- 01.02.2011 ж.

Кіріспе

Елді мекендердің су бұру жүйесіне өндірістік сарқынды суларды ағызу алдында оның сынамасын іріктеу жөнінде әдістемелік нұсқау (бұдан әрі - Әдістемелік нұсқау) Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 жылғы 28 мамырдағы № 788 қаулысымен бекітілген Елді мекендердің су бұру жүйелеріне сарқынды суларды қабылдау ережесіне және ҚР СТ МСТ 51592-2003 «Су. Су сынамасын іріктеудің жалпы талаптарына» сәйкес әзірленген.

Әдістемелік нұсқау өндірістік сарқынды су сынамасын іріктеу орындарын анықтау, елді мекендердің су бұру жүйесіне қызмет көрсететін су шаруашылық ұйымдарының (бұдан әрі – Қызмет көрсетуші) су бұру жүйесіне өндірістік сарқынды суларды ағызатын заңды тұлғалар мен жеке кәсіпкерлердің (бұдан әрі - Тұтынушылар) су бұру жүйесінен сынамалар іріктеу кезінде орындалатын іс-әрекеттер тәртібін белгілейді.

1 Қолданылу саласы

1.1 Осы Әдістемелік нұсқаудың күші дербес бақылау жүргізетін болса, елді мекендердің су бұру жүйесіне өндірістік сарқынды суларды ағызатын барлық заңды тұлғалар мен жеке кәсіпкерлерге және Тұтынушылар ағызатын елді мекендердің су бұру жүйесіне өндірістік сарқынды сулардың сапасына өндірістік бақылау жүргізу кезінде елді мекендердің су бұру жүйесіне қызмет көрсететін су шаруашылық ұйымдарына тарайды.

1.2 Осы Әдістемелік нұсқаудың күші кәсіпорындардың, жеке өндірістердің, цехтардың, қондырғылардың, тазарту құрылыстарының, қайталап сумен жабдықтау мен су бұру жүйелерінің сарқынды суын, ерітілген және өлшенген жағдайда ластаушы қоспалары бар жинақ суларын талдау үшін сынама іріктеуге тарайды.

2 Сынама іріктеу міндеттері

2.1 Сынаманы іріктеудің мақсаты болып зерттелетін судың сапасын сипаттайтын дискретті сынама алу, сондай-ақ мыналар табылады:

- өндірістік сарқынды сулардағы зиянды заттың шоғырлануын анықтау;
- елді мекендердің су бұру жүйесіне шекті рұқсат берілген шоғырланудан асқан зиянды заттың түсу мүмкіндігінің алдын алу;

- ағатын сарқынды су құрамының қабылданған нормативтерге сәйкестігін бақылау;

- ластау көздерін анықтау.

Елді мекендердің су бұру жүйесіне ағызатын Тұтынушылардың өндірістік сарқынды суларының сынамасын іріктеу Қызмет көрсетушінің (бақылау мақсатында) және/немесе Тұтынушының (жеке меншік мақсатында) бастамасы бойынша жүргізілуі мүмкін.

2.2 Іріктелген сынама сынаманы іріктеу сәтінде немесе белгілі уақыт аралығында сарқынды судың химиялық құрамының негізгі көрсеткіштері мен органикалық ластаушыларды барынша ықтимал толық көрсетуге тиіс. Сынаманы іріктеу, консервілеу және сақтау тәсілдері сынаманы іріктеу және оларды талдау арасындағы аралықта химиялық құрамның тұрақтылығына кепілдік болуы тиіс.

2.3 Өндірістік сарқынды сулардың сынамасын іріктеу бақылаудағы кәсіпорын қызметінің кез келген тәулік уақытында жүргізілуі мүмкін. Тұтынушы Қызмет көрсетушіге Тұтынушының аумағында орналасқан бақылау құдықтарынан сынама іріктеу жүргізуге мүмкіндік жасайды.

2.4 Талдауға сынама іріктеуді Қызмет көрсетушінің өкілдері Тұтынушының өкілімен бірге жүзеге асырады. Егер Тұтынушы хабардар болған сәттен бастап бір сағат ішінде өз өкілінің қатысуын қамтамасыз етпеген жағдайда, Қызмет көрсетуші біржақты тәртіпте сынама іріктеу жүргізеді және жасалған сынама іріктеу актісі жарамды деп есептеледі.

2.5 Сынаманы іріктеу актімен ресімделеді.

2.6 Іріктеліп алынған сынама сол күні ластаушыларға талдау жасау үшін зертханаға жеткізіледі. Қажет болған жағдайда (2-қосымша) сынама консервіленеді.

2.7 Талдау жасауға оны орындау әдістемесінде қарастырылған уақыт бөлінеді.

2.8 Талдаудың нәтижелері хаттамамен ресімделеді, онда мыналар көрсетіледі:

сынама көлемі;

бөтелкенің (ыдыстың) нөмірі;

сынама іріктеу орны;

сынама іріктеу уақыты мен күні;

сынама іріктеу тәсілі (сынама іріктеу типі, бейімдеу);

сынама түрі (жай, аралас);

суды зерттеу мақсаты;

сынама іріктеуге және оларды әзірлеуге қатысқан Қызмет көрсетуші мен Тұтынушы өкілдерінің лауазымы, аты-жөні және қолы.

3 Сынама түрлері

3.1 Жай және аралас сынама деп бөледі. Іріктелетін сынаманың түрі зерттеу мақсатымен анықталады.

3.2 Жай сынама уақыттың осы кездегі осы жердегі судың құрамын сипаттайды. Оны қажетті су мөлшерін бір рет іріктеу арқылы алады.

3.3 Аралас сынама белгілі көлемде белгілі уақыт ішіндегі судың орташа құрамын сипаттайды. Оны әр жерде бір уақытта (көлемі бойынша орталандыру) немесе сол жерден белгілі бір уақыт аралығында (уақыт бойынша орталандыру) алынған жай сынамаларды араластыру арқылы алады.

3.4 Жаппай талдаулар жүргізген кезде орташа ауысымдық, орташа тәуліктік және орташа пропорционалды аралас сынамалар деп бөледі.

3.5 Орташа ауысымдық және орташа тәуліктік сынамалар көлемі бойынша бірдей тең уақыт аралығында іріктеп алынған сынамаларды араластыру арқылы дайындалады.

3.6 Орташа пропорционалды сынама шығын мөлшеріне пропорционалды тең уақыт аралығында іріктеп алынған су көлемін араластыру арқылы алынады.

4 Сынама іріктеу орындары

4.1 Тұтынушылардың өндірістік сарқынды суларының сынамасы жергілікті тазарту құрылыстарының кешеніне дейін және кейін, ал олар болмаған жағдайда тек бақылау құдықтарынан, не егер Тұтынушы қалалық су бұру жүйесіне қосылмаса, шұңқырлардан немесе жинайтын резервуарлардан іріктеліп алынады.

4.2 Сынама іріктеу орындарына еркін қол жететін болуы тиіс. Автоматты сынамалағыштардың көмегімен сарқынды сулардың сынамасын іріктеу кезінде оларға бөгде адамдардың баруына жол бермеу керек.

4.3 Сынаманы сүйемелдеу әрекетінің аймағынан тыс су бұру құрылғыларының турбуленттік, тура сызықты учаскелерінде жақсы араласқан ағындардан, не онда сарқынды сулар араласқаннан кейін шұңқырлардан немесе жинайтын резервуарлардан іріктеу қажет.

4.4 Өлшенген заттарды анықтау үшін ағындар араласқаннан кейін ғана бақылау құдықтың, шұңқырдың немесе жинайтын резервуардың түбінен сынама іріктеу жүргізіледі.

4.5 Бақылау құдықта автоматты сынамалағыш болмаған жағдайда талдау үшін жай сынама алынады.

5 Сынама іріктеу кезеңділігі мен мерзімдері

5.1 Сынама іріктеу жиілігі 1-қосымшаға сәйкес анықталады.

5.2 Сынама іріктеу мерзімдері осы өндірістің сарқынды суының шығын және құрам режимі ескеріліп белгіленуге тиіс. Сынама іріктеудің барынша ұзақ кезеңділігі тоқсанына бір реттен кем болмауы тиіс.

5.3 Сынама іріктеудің белгіленген жиілігі алынған деректер ескеріліп қайта қаралады. Ерекше жағдай туындаған кезде (тазарту құрылыстарды іске қосу және жөндеу, жинауышты босату, апатты жағдайлар және т.б.) сынама іріктеу жиілігі ұлғаюға тиіс. Көрсеткіштердің орташа ұзақмерзімді шамаларын

есептегенде осы нәтижелер іріктеудің ұлғайған жиілігін түзетумен қолданылуы мүмкін.

5.4 Сарқынды суының құрамы тұрақты болғанда (тұрақты тазарту технологиясы, жинауыштар мен орталандырудан сынама іріктеу) орта мәндерді сипаттау үшін сынаманы іріктеу кезеңін зерттеу кезеңіне тең шамаға дейін өсіруге болады (іріктеу жиілігі кезең ішінде 1 рет).

5.5 Шекті рұқсат берілген шоғырланудан асқан жағдайда талдау қорытындылары бойынша ластанудың жоғарылауын туғызған себептер жойылған соң сынама іріктеу және сарқынды суды талдау қайта жүргізіледі.

6 Сынама іріктеу техникасы, сынама іріктеу үшін құрылғылар

6.1 Сарқынды суды іріктеу үшін әртүрлі типті құрылғылар қолданылады, олар зерттелетін судың химиялық құрамын сақтауды қамтамасыз етуі және сынама іріктеудің кездейсоқтық элементтері (механикалық қоспалардың түсуі, сынамалғышты жеткіліксіз босату) болмауына кепілдік етуі, сондай-ақ сынамалғыш құрылғының қабырғаларында тоттану және сорбция есебінен лаस्ताуыштарды болдырмауы тиіс. Өзгерістерге жеңіл ұшырайтын, мысалы, еріген газдар, шала тотталған темір және т.б. бар сынаманы іріктеу барысында сынамалайтын судың ауамен араласуына жол бермеу қажет. Бұл жағдайда саптамасы бар бөтелкені қолдану қажет. Саптама резеңке тығынды білдіреді, оған екі шыны түтік орналастырылған: біреуі бөтелкенің түбінде, ал екіншісі тығында. Бірінші түтік арқылы бөтелкенің үш еселі көлеміне тең құйып, ыдыс толтырылады.

6.2 Сынамалғыш құрылғының типі зерттеу бағдарламасы мен сарқынды суды бұру тәсілі ескеріліп таңдалады.

6.3 Су алу жүйесінің сынамасын үздіксіз беру кезінде және сынамалғышқа сарқынды су сынамасын беруді 5 минуттан аспайтын көлік кешігуінің уақыты қамтамасыз етуге тиіс.

6.4 Автоматты талдағышты пайдаланғанда тұрақты автоматты сынамалғыш қолданылуы тиіс.

7 Сынаманы сақтауға арналған ыдыстар

7.1 Сынамаларды сақтау үшін тығыз қиюластырылған немесе нығыз бұрап кигізілетін қақпақтары бар шыныдан немесе полиэтиленнен жасалған ыдыстарды қолдану керек. Әртүрлі сынамаларды іріктеу мен сақтауға арналған ыдыстардың түрлері және олар жасалатын материалдарға қойылатын талаптар ҚР СТ МСТ 51592-2003 және МСТ 17.1.5.04 келтірілген. Сондай-ақ, егер зерттелетін сынамада сынап, күміс, озон, органикалық заттар болмаса және оттегін биохимиялық тұтынуды (бұдан әрі - ОБТ) және оттегін химиялық тұтынуды (бұдан әрі - ОХТ) анықтау қажет болмаса, қабыршақты және резеңке тығындарын пайдалануға болады.

7.2 Шыны ыдысты жуады және хром қоспасымен майсыздандырады, қышқылдан мұқият тазартады және буландырады. Полиэтиленді ыдысты

ацетонмен, тұзды қышқылмен (1:1), бірнеше рет су құбыры суымен, кейін тазартылған сумен шаяды.

7.3 ОХТ мен ОБТ және мұнай өнімдерін анықтау үшін сынама іріктеу тек шыны ыдысына алынады.

7.4 Қабыршақты тығындарды алдын ала тазартылған суда қайнату керек, ал резеңке тығындарды тұзды қышқылдың 5 % ерітіндісінде 20-30-минут, кейін 20 % ащы натрда ұстап, сосын оларды тазартылған сумен мұқият шаю қажет. Таза тығындарды қақпағы бар шыны банкаларды сақтайды.

7.5 Сынама іріктеу жүргізілетін ыдысты таңбалау, не оған сынама іріктеу паспортын жапсыру қажет.

8 Сынаманы сақтау, консервациялау және тасымалдау

8.1 Сарқынды су сынамасын іріктеп алғаннан бірден талдау жүргізу мүмкін болмаса ғана оны сақтауға жол беріледі. Бұл ретте, рұқсат берілген сақтау мерзімдерін қатаң ұстану қажет.

8.2 Сынаманы алған кездегі судың жай-күйін сақтау мерзімін ұзарту үшін оны консервациялау қажет (2-қосымша).

8.3 Егер сынамада анықталатын заттар бір тәсілмен консервацияланбайтын болса, онда сынаманы жеке бөтелкелерге іріктеледі және әрқайсысы үшін тиісті консервациялау жүргізіледі.

8.4 Сарқынды судың сынамасын тасымалдауды сынамаларды сақтауды және оларды жылдам жеткізуді қамтамасыз ететін рұқсат берілген кез-келген көлік түрі жүзеге асырады.

8.5 Тасымалдау кезінде сынаманың қызуы мен суық өту мүмкіндігіне жол берілмеуге тиіс.

9 Сынама іріктеу кезінде қауіпсіздік техникасы

9.1 Сынама іріктеу кезінде қолданыстағы нормалар мен ережелерге сай келетін қауіпсіздік талаптары қатаң сақталуы тиіс.

9.2 Сарқынды сулардың құрамында улы және тұтанғыш заттар болуы мүмкін және індет немесе микробиологиялық сипатта қауіпсіздік туғызуына байланысты оларды іріктеу кезінде ерекше ұқыптылық сақтау керек.

9.3 Радиоактивті және ыстық сарқынды су сынамасын және қысымдағы жүйелерден сынама іріктеу кезінде арнайы жабдықтар мен арнайы киімдер талап етіледі.

9.4 Үлкен ыдыстардан (тұндырғылар, жинауыштар, орталандырулар) сынама іріктеу кезінде құтқарушы кеудеше киіп, сақтандыру канаттарды пайдалану қажет.

9.5 Жұмыс тәртібі мен орны, жабдықты пайдалану қатерді барынша болдырмау үшін жоспарлануы тиіс.

9.6 Сынама іріктеу және химиялық талдау үшін оларды әзірлеу және қауіпсіздік техникасы үшін химиялық талдау өндірісі үшін жауапты жұмыскер жауапкершілік етеді.

1-қосымша (Анықтама)

Сынама іріктеу жиілігі мен мерзімін есептеу жөніндегі құрал

1.1 Өндірістік бақылау бағдарламасында сынама іріктеу жиілігі мен мерзімі іріктеудің жоғары жиілігімен егжей-тегжейлі алдын ала жұмыстардан кейін және статистикалық әдістермен алынған деректерді өңдеуден кейін ғана сенімді анықталуы мүмкін (іріктеу жиынтығы бойынша орташа мағыналарының есебі, іріктеу құрамының бытыраңқылығы, стандартты ауытқушылықтар мен максимальды өлшемдері).

1.2 Сарқынды судың химиялық құрамы кездейсоқ, сондай-ақ, жүйелі өзгерістерге тартылады.

1.2.1 Кездейсоқ өзгерістерде қалыпты не логарифмді-қалыпты үлестіру болады. Жүйелі өзгерістер бағытты, циклді не екеуінің де амалы болуы мүмкін.

1.2.2 Егер кездейсоқ өзгерістер басым болса – ерекше жағдайларды қоспағанда, сынаманы іріктеу мерзімі маңызды емес. Циклді тербеліс кезінде іріктеу мерзімін бар циклді қамтитындай немесе максимальды және минимальды шамаларды анықтайтындай таңдалады. Құрамының бағытты өзгерістері кезінде сынама іріктеу тең аралықтар арқылы реттеледі.

1.2.3 Егер циклді өзгерістер болмаса не кездейсоқтармен салыстырғанда азын-аулақ болса, берілген сенім білдірілген ықтималдылықпен қоса орташа үшін сенімді аралықтағы орташа мәнге тиюге кепілдік беретін іріктеу санын таңдап алу жеткілікті.

1.2.4 Орташа (ε) үшін сенімді аралық - берілген сенім білдірілген ықтималдылықпен бірге m іріктеуі бойынша анықталған орташа бар аралық. Бұл шама мынадай ара қатынаспен сипатталады:

$$\varepsilon = \frac{t_p \times S}{\sqrt{m}} \quad (1)$$

онда m - сынамалардың көрсеткіштерінде бытыраңқылықты сипаттайтын орташа шаршы ауытқушылық есептелген негіздегі сынамалардың саны. Шашыраудың сипаттамасы әдеттегідей оң белгісі бар дисперсиядан алынған шаршы түбі ретінде есептеледі;

t_p - анықталатын шаманың дәл орташа мәні мен стандартты ауытқушылықтан артық орташа мәні арасында айырым модулінің қаншалықты екенін көрсететін сенімділігі бар p критерийі.

1.2.5. Сенім білдірілген ықтималдылық (p) - S орташа мәні сенімді аралықтың шегінен аспайтын жағдайлардың пайызы. Сенім білдірілген ықтималдылықты таңдау сарқынды судың санатына байланысты болады. Ішкі өндірістік қорытындылар үшін $p = 90$ жеткілікті. Жауапты шешімдер өте жоғары сенімділікті ($p = 95$) талап етеді, жоғары уытты сарқынды су үшін $p = 99$ немесе $p = 99,9$ сенімділік деңгейі талап етілуі мүмкін. Сенім білдірілген ықтималдылық су объектілеріне тартылған сарқында суларды іріктеу кезінде су ресурстарын пайдалануды реттеу және суды қорғау органдарымен келісіледі.

МЫСАЛ. Егер өлшенетін шаманың орта мәні белгілі бір уақыт ішінде сенім білдірілген ықтималдылық 95 % кезінде сенім аралығы 4 мг/л (яғни С +/- 2 мг/л) болса, онда әр 100-дің 95 сынамасында орта мәні дәл орташадан 2 мг/л айырмашылығы болатынын білдіреді.

1.3 Берілген сенім білдірілген ықтималдылықпен жуық бағалау үшін және өлшенетін параметрді қалыпты тарату кезінде сынаманың талап етілетін саны (n) мынаған тең:

$$n = \left(\frac{t_p \times S}{\varepsilon} \right)^2 \quad (2)$$

Сынаманың жеткілікті көп саны үшін берілген сенім білдірілген ықтималдылыққа байланысты t_p шамасы төменде келтірілген.

КЕЙБІР МӘНДЕР ҮШІН t_p ШАМАСЫ

Сенім білдірілген ықтималдылық	99	98	95	90	80	68	50
t_p	2,58	2,33	1,96	1,64	1,28	1,00	0,67

Сонымен, егер талап етілетін сенімді аралық ε_{mp} берілген сенім білдірілген ықтималдылық 95 % кезінде орта мәннен 5 % тең, ал стандартты ауытқушылық бақылау әдіс бойынша орта шамадан 20 % тең болса, онда сынама саны 2-формула бойынша есептелуі мүмкін:

$$n = \left(\frac{1,96 \times 20}{5} \right)^2 = (7,84)^2 \approx 61$$

Бұл, егер қызықтыратын кезең 1 айға тең болса, сынама іріктеудің жиілігі күніне 2 рет немесе қызықтыратын кезең 1 жыл болса, аптасына 1-2 рет тағайындалады.

Стандартты ауытқушылықтың шамасы талдаудың әр әдісі үшін өлшеу әдістемесін метрологиялық аттестаттау арқылы анықталады.

2-қосымша (Анықтама)

Өндірістік сарқынды су сынамасын консервациялау тәсілдері

Анықталатын компонент, көрсеткіш	Консервациялау, сынама іріктеу және іріктеуден кейін талдау мерзімдері туралы нұсқаулар
1	2
Алюминий	Мемстандарт 18165-75 сәйкес: а) консервацияламайды. Іріктеуден кейін 2 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі; б) консервациялайды. Мемстандарт 3118-67 бойынша 1 л сүзіндіге 5 мл концентрацияланған тұз қышқылын қосады.
Аммиак және аммоний ионы	Консервацияламайды: а) іріктеуден кейін талдауға кіріседі; б) сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды. Консервациялайды: а) Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады; б) Мемстандарт 3160-51 бойынша 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады
Анионды СЖБЗ	Консервациялайды: а) Мемстандарт 3160-51 бойынша 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады; б) сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды.
Бораттар	Консервацияламайды
ОБТ (оттекті биохимиялық тұтыну)	Консервацияламайды: а) сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды; б) сүзіндіні (немесе сынаманы 2 сағат бойы тұндырғаннан кейін) сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Ванадий	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Өлшенген заттар	Консервацияламайды
Сутекті иондар (рН)	Консервацияламайды: а) іріктеуден кейін талдауға кіріседі; б) 6.1.-тармақта көрсетілгендей сынама іріктеу жүргізіледі
Вольфрам	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Висмут	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
ДДК (дөрекі дисперсті қоспалар)	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі

1	2
Темір а) темірдің жалпы құрамы б) темірдің (II) және (III) жеке құрамы	Консервациялайды: а) Мемстандарт 4161-77 бойынша 1 л сынамаға 25 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады; б) Мемстандарт 199-78 бойынша 1 л сынамаға 25 мл сірке су-қышқыл натрий ерітіндісін (500 мл суға 68 г $\text{CH}_2\text{COONa} \times 3\text{H}_2\text{O}$ тұз) және Мемстандарт 61-75 бойынша 1 л сынамаға 23 мл сірке су қышқыл ерітіндісін (500 мл суға 166,7 мл мұздай сірке су қышқылы) қосады.
Қаттылығы	«Кальций», «Магний» қара
Майлы қышқылдар	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 2 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Иіс	Консервацияламайды. Сынама алынған жерде бірден анықтауды бастайды немесе сынама іріктелгеннен кейін 2 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Йод саны	Консервацияламайды
Кадмий	Консервациялайды. Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады
Калий	Консервацияламайды
Кальций	Консервацияламайды
Қышқылдығы	Консервацияламайды: а) сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі; б) 6.1.-тармақта көрсетілгендей сынама іріктеу жүргізіледі. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Кобальт	Консервациялайды. Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады
Ксантогенаттар	Консервацияламайды. Анықтауды барынша ертерек, сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Магний	Консервацияламайды
Марганец	Мемстандарт 4974-72 сәйкес: а) консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі; б) консервациялайды. Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады

1	2
Мыс	Консервациялайды: а) Мемстандарт 4161-77 бойынша 1л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады; б) Мемстандарт 3118-67 бойынша 1л сынамаға 5 мл (1:1) концентрацияланған тұз қышқылын қосады.
Молибден	Мемстандарт 18308-72 сәйкес сынаманы консервацияламайды, іріктеу мен талдау арасындағы уақыт барынша қысқа болуы тиіс.
Күшәла	Консервациялайды. Мемстандарт 3119-67 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған тұз қышқылын қосады.
Лайлылық	Консервацияламайды
Мұнай өнімдері	а) консервацияламайды. Төртхлорлы оттегімен бөліп алады. Осы Әдістемелік нұқсаудағы 6.1.- тармақта көрсетілгендей сынама іріктеледі; б) 1 л суға 2-4 мл төртхлорлы оттегін қосып консервациялайды. Талдау үшін сыныма толығымен пайдалануы тиіс: сүзілмеуі тиіс, ыдыстың қабырғасында жанасқан мұнай өнімдерін төртхлорлы оттегімен шайып, сынамаға қосу қажет.
Никель	Консервациялайды. Мемстандарт 4161-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады.
Нитраттар	Консервацияламайды: а) сынаманы іріктеген күні талдау жүргізеді
Натрий	Консервацияламайды
Сульфаттар	Консервацияламайды
Сульфидтер	Сынаманы жеке бөтелкеге іріктейді, екі сағат бойы тұндырады және талдауға қажетті мөлшер мөлдірленген бөлігінен іріктеліп алынады. Консервацияламайды. Сынаманы іріктеген күні талдау жүргізеді. Консервациялайды. Мемстандарт 5824-71 бойынша 1 л сынамаға 10 мл 10-пайызды сірке су-қышқыл кадмий ерітіндісін және Мемстандарт 5823-69 бойынша сірке су-қышқыл цинкі қосады.
Сульфиттер	Консервацияламайды. Сынаманы іріктеген күні барынша ертерек талдау жүргізуге кіріседі. Консервациялайды. Сынаманы алдын ала Мемстандарт 4328-77 бойынша 100 мл сынамаға 0,2мл ащы натрдың 20-пайызды ерітіндісі және

1	2
	Мемстандарт 6259-75 бойынша 2 мл глицерин қосылған жеке бөтелкелерге іріктеледі
Сүрме	Консервациялайды. Мемстандарт 3118-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған тұз қышқылын қосады.
Теллур	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Температура	а) сынаманы іріктеп жатып бір уақытта анықтайды; б) сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды. Консервациялайды: а) Мемстандарт 4204-77 бойынша 1л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады; б) Мемстандарт 3160-51 бойынша 1л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады.
Нитриттер	Консервацияламайды: а) сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі; б) сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды. Консервациялайды: а) Мемстандарт 3160-51 бойынша 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады.
Озон	Консервацияламайды: а) сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі. Озон ерітіндісінің тұрақтылығы рН салқындатылған және төмендетілген кезде жоғарылайтынын ескеру қажет; б) сынаманы іріктегеннен кейін бірден тиісті реактивтер қосылып, жазылып алынады және марганец-о-толидин әдісімен 24 сағаттан кешіктірмей талдау жүргізіледі
Органикалық оттегі	Консервацияламайды. Сынаманы іріктеген күні бірден талдауға кіріседі. Консервациялайды. Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады.
Негізгі азот	Консервацияламайды. Сынаманы іріктеген күні бірден талдауға кіріседі. Консервациялайды. Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады.
Негізгі фосфор	Консервацияламайды

1	2
Тығыздығы	Консервацияламайды
Мөлдірлігі	Консервациялауға болмайды. Сынаманы іріктеген күні бірден талдауға кіріседі немесе, ерекше жағдайда, 24 сағаттан кешіктірмей талдау жүргізіледі
Ерітілген заттар	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Роданидтер	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Сынап	Консервациялайды. Мемстандарт 4461-77 бойынша 1л сынамаға 1мл концентрацияланған азот қышқылын қосады
Қант	Консервацияламайды
Қорғасын	Консервациялайды. Мемстандарт 18293-72 сәйкес 1л суға Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л суға 3 мл концентрацияланған азот қышқылын немесе Мемстандарт 61-75 бойынша 2 мл мұздай сірке су қышқылын қосады.
Селен	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Күміс	Консервациялайды. Мемстандарт 18293-72 сәйкес 1 л сынамаға Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л сынамаға 3 мл концентрацияланған азот қышқылын немесе Мемстандарт 61-75 бойынша мұздай сірке су қышқылын қосады.
СЖБЗ – синтетикалық жоғары белсенді заттар	Консервациялайды. Мемстандарт 18293-72 сәйкес 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады.
Силикаттар	Консервациялайды. Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады
Титан	Консервацияламайды. Сынама іріктелгеннен кейін 12 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Фенолдар	Консервацияламайды: а) егер фенолдың құрамы 1литрде 0,05мг артық болса, сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі; б) егер фенолдың құрамы 1 литрде 100 мг артық болса, сынама іріктелгеннен кейін 5 тәуліктен кешіктірмей талдауға кіріседі. Егер фенолдың құрамы 1 литрде 100 мг артық болмаса, Мемстандарт 18293-72 бойынша 1 л

1	2
	сынамаға 4 г ащы натр қоса отырып, консервациялайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі
Фторидтер	Консервацияламайды. Мемстандарт 4328-77 сәйкес сынамаларды полиэтиленді пакеттерге іріктейді.
Фосфаттар	Консервациялайды. Мемстандарт 3160-51 сәйкес 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қосады.
«Белсенді» хлор	Консервациялауға болмайды. Сынаманы күн сәулесінен және селкілдеуден сақтандыра отырып, жеке қараңғы бөтелкелерге іріктейді. Сынаманы іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі.
Хлоридтер	Консервацияламайды. Ерекше жағдайларда ғана, Мемстандарт 3160-61 бойынша 1 л сынамаға 2-4 мл хлороформ қоса отырып, консервациялайды
ОХТ – оттегін химиялық тұтыну	Консервацияламайды. Сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды. Сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі. Консервациялайды. Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады және бихромат әдісімен анықтау жүргізіледі.
Хром: а) хромның негізгі құрамын анықтау; б) (III) хромды және (VI) хромды жеке анықтау	а) консервациялайды. Мемстандарт 4461-77 бойынша 1 л сынамаға 5 мл концентрацияланған азот қышқылын қосады; б) консервацияламайды. Сынама іріктелген күні барынша ертерек талдауға кіріседі.
Түсі	Сынама іріктелгеннен кейін бірден Мемстандарт 3160-61 бойынша 1 л сынамаға 2 мл хлороформ қосады. Анықтауға сынама іріктелген күні барынша ертерек кіріседі.
Цианидтар	Консервацияламайды. Сынама іріктелген күні бірден талдауға кіріседі. Консервациялайды. Мемстандарт 4328-77 бойынша 1 л сынамаға 1 г ащы натр немесе Консервациялайды. Мемстандарт 24363-80 бойынша ащы калий қосады. Сынаманы 3-4 ⁰ С сақтайды.
Мырыш	Консервациялайды. Мемстандарт 4204-77 бойынша 1 л сынамаға 1 мл концентрацияланған күкірт қышқылын қосады.

1	2
Сілтілігі	Консервацияламайды: а) сынама іріктелгеннен кейін бірден талдауға кіріседі; б) сыналатын суды бөтелкеге толтыра құяды және сынама іріктелгеннен кейін 24 сағаттан кешіктірмей талдауға кіріседі.

Библиография

1. Қазақстан Республикасының Су кодексі. 2003 ж.
2. Қазақстан Республикасының Экологиялық кодексі. 2007 ж.
3. Елді мекендердің су бұру жүйелеріне сарқынды суларды қабылдау ережесі. Қазақстан Республикасы Үкіметінің 28.05.2009 жылғы № 788 қаулысымен бекітілген.
4. Елді мекендерді сумен жабдықтау және су бұру жүйелерін пайдалану ережесі. Қазақстан Республикасы Үкіметінің 05.06.2009 жылғы № 832 қаулысымен бекітілген.
5. ҚР СТ МСТ 51592-2003 «Су. Су сынамасын іріктеудің жалпы талаптары».
6. МСТ 51592-2000 «Су. Су сынамасын іріктеудің жалпы талаптары».

Содержание

1	Введение.....	20
2	Область применения.....	20
3	Задачи пробоотбора.....	20
4	Виды проб.....	21
5	Места отбора проб.....	22
6	Периодичность и сроки отбора проб.....	22
7	Техника отбора проб, устройства для отбора проб.....	23
8	Посуда для хранения проб.....	23
9	Хранение, консервация и транспортировка проб.....	24
	Техника безопасности при отборе проб.....	24
	Приложение 1 (справочное). Руководство по расчёту частоты и сроков отбора проб.....	26
	Приложение 2 (справочное). Способы консервации проб производственных сточных вод.....	28
	Библиография.....	33

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОТБОРУ ПРОБ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ПЕРЕД СБРОСОМ ИХ В СИСТЕМЫ ВОДООТВЕДЕНИЯ НАСЕЛЁННЫХ ПУНКТОВ

METHODICAL GUIDELINES FOR INDUSTRIAL SEWAGE WATER SAMPLING BEFORE THEIR DISCHARGING INTO THE WATER DISPOSAL SYSTEM OF INHABITED LOCALITIES

Дата введения- 2011.02.01

Введение

Методические указания по отбору проб производственных сточных вод перед сбросом их в системы водоотведения населённых пунктов (далее - Методические указания) разработаны в соответствии с Правилами приёма сточных вод в системы водоотведения населённых пунктов, утверждённых постановлением Правительства Республики Казахстан от 28 мая 2009 года №788 и СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 «Вода. Общие требования к отбору проб».

Методические указания устанавливают порядок определения мест отбора проб производственных сточных вод, выполнения действий при отборе проб из систем водоотведения юридических лиц и индивидуальных предпринимателей (далее - Потребителей), сбрасывающих производственные сточные воды в системы водоотведения водохозяйственных организаций, обслуживающих системы водоотведения населённых пунктов (далее - Услугодателей).

1 Область применения

1.1 Действие настоящих Методических указаний распространяется на всех юридических лиц и индивидуальных предпринимателей, сбрасывающих производственные сточные воды в системы водоотведения населённых пунктов при самостоятельном контроле, и на все водохозяйственные организации, обслуживающие системы водоотведения населённых пунктов при проведении производственного контроля над качеством сбрасываемых Потребителями производственных сточных вод в системы водоотведения населённого пункта.

1.2 Действие настоящих Методических указаний распространяется на отбор проб для анализа сточных вод предприятий, отдельных производств, цехов, установок, очистных сооружений, оборотных систем водоснабжения и водоотведения, льяльных вод, содержащих загрязняющие примеси в растворённом и взвешенном состоянии.

2 Задачи пробоотбора

2.1 Целями отбора проб являются получение дискретной пробы, отражающей качество исследуемой воды, а также:

- определение концентрации вредных веществ в производственных сточных водах;
- предотвращение возможного поступления вредных веществ в систему водоотведения населённого пункта с превышением допустимых концентраций;
- контроль соответствия состава сбрасываемых сточных вод принятым нормативам;
- определение источников загрязнения.

Отбор проб производственных сточных вод, сбрасываемых Потребителем в системы водоотведения населённого пункта, может производиться по инициативе Услугодателя (в целях контроля) и/или Потребителя (для собственных целей).

2.2 Отобранная проба с наиболее возможной полнотой должна отражать основные показатели химического состава сточных вод и органических загрязнений на момент отбора проб или за определённый промежуток времени. Способы отбора, консервирования и хранения проб должны гарантировать неизменность химического состава в интервале между отбором проб и их анализом.

2.3 Отбор проб производственных сточных вод может производиться в любое время суток деятельности контролируемого предприятия. Потребитель обеспечивает Услугодателю возможность проведения отбора проб из контрольных колодцев, находящихся на территории Потребителя.

2.4 Отбор проб на анализ осуществляют представители Услугодателя совместно с представителем Потребителя. Если Потребитель в течение одного часа с момента его оповещения не обеспечил присутствия своего представителя, то отбор проб производится Услугодателем в одностороннем порядке и составленный акт отбора пробы считается действительным.

2.5 Отбор проб оформляется актом.

2.6 Отобранная проба в тот же день доставляется в лабораторию для выполнения анализов по загрязнениям. В случае необходимости (Приложение 2) проба консервируется.

2.7 На проведение анализа отводится время, предусмотренное методикой их выполнения.

2.8 Результаты анализа оформляются протоколом, в котором указываются:

- наименование предприятия, адрес, телефон, реквизиты и т.д.;
- объём пробы;
- номер бутылки (тары);
- место отбора пробы;
- время и дата отбора пробы;
- способ отбора пробы (тип пробоотборника, приспособления);
- вид пробы (простая, смешанная);
- цель исследования воды;
- должность, фамилия и подпись представителя Услугодателя и представителя Потребителя, участвующих в отборе проб и их подготовке.

3 Виды проб

3.1 Различают простую и смешанную пробы. Вид отбираемой пробы определяется целями исследования.

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

3.3 Смешанная проба характеризует средний состав воды за определённый промежуток времени в определённом объёме. Её получают смешением простых проб, взятых одновременно в различных местах (усреднение по объёму) или в одном и том же месте через определённые промежутки времени (усреднение по времени).

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

3.5 Среднесменная и среднесуточная пробы готовятся смешением равных по объёму проб, отобранных через равные промежутки времени.

3.6 Среднепропорциональная проба готовится смешением объёмов воды, пропорциональных величине расхода, отобранных через равные промежутки времени.

4 Места отбора проб

4.1 Пробы производственных сточных вод Потребителей отбираются до и после комплекса локальных очистных сооружений, а при их отсутствии - только в контрольных колодцах, либо в выгребях или накопительных резервуарах, если Потребитель не присоединён к городской системе водоотведения.

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

4.3 Пробу следует отбирать в турбулентных, хорошо перемешанных потоках на прямолинейных участках водоотводящих устройств вне зон действия подпора, либо в выгребях или накопительных резервуарах после перемешивания в них сточных вод.

4.4 Отбор проб для определения взвешенных веществ производят только после перемешивания потока со дна контрольного колодца, выгребя или накопительного резервуара.

4.5 В случае отсутствия в контрольном колодце автоматического пробоотборника для анализа отбирается простая проба.

5 Периодичность и сроки отбора проб

5.1 Частота отбора проб определяется в соответствии с Приложением 1.

5.2 Сроки отбора проб должны устанавливаться с учётом режима расхода и состава сточных вод данного производства. Максимальная периодичность отбора проб не может быть реже одного раза в квартал.

5.3 Установленная частота отбора проб регулярно пересматривается с учётом получаемых данных. На время возникновения особых условий (запуск и ремонт очистных сооружений, опорожнение накопителей, аварийные ситуации

и др.) частота отбора проб должна быть увеличена. При вычислении средних долгосрочных величин показателей эти результаты могут быть использованы с поправкой на увеличенную частоту отбора.

5.4 При условии стабильности состава сточных вод (стабильная технология очистки, отбор проб из накопителей и усреднителей) для характеристики средних значений допускается увеличение периода отбора проб до величины, равной исследуемому периоду (частота отбора 1 раз в период).

5.5 В случаях превышения предельно допустимой концентрации по результатам анализа, после устранения причины, вызвавшей повышение содержания загрязнений, проводится повторный отбор проб и проведение анализа сточных вод.

6 Техника отбора проб, устройства для отбора проб

6.1 Для отбора сточных вод применяют устройства различного типа, которые должны обеспечивать сохранение химического состава исследуемой воды и гарантировать исключение элементов случайности при отборе пробы (попадание механических примесей, недостаточное опорожнение в пробоотборнике), а также исключать загрязнение за счёт коррозии и сорбции на стенках пробоотборного устройства. В процессе отбора проб, легко подвергающихся изменениям, например, содержащих растворённые газы, закисное железо и т.д., необходимо избегать перемешивания опробуемой воды с воздухом. В этом случае следует применять бутылку с насадкой. Насадка представляет собой резиновую пробку, в которую вставлены две стеклянные трубки: одна из них оканчивается у дна бутылки, а другая - у пробки. Наполнение ёмкости производится через первую трубку с переливом, равным трёхкратному объёму бутылки.

6.2 Тип пробоотборного устройства выбирается с учётом программы исследований и способа отвода сточных вод.

6.3 При непрерывной подаче проб системы забора и подачи пробы сточной воды в пробоотборник должно обеспечиваться время транспортного запаздывания не более 5 мин.

6.4 При использовании автоматического анализатора должны быть применены стационарные автоматические пробоотборники.

7 Посуда для хранения проб

7.1 Для хранения проб следует применять сосуды из стекла или полиэтилена с притёртыми или плотно навинчивающимися крышками. Виды посуды для отбора и хранения различных проб и требования к материалам, из которых она изготовлена, приведены в СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 и ГОСТ 17.1.5.04. Допускается также применение корковых и резиновых пробок, если исследуемая проба не содержит ртуть, серебро, озон, органические вещества и не требуется определение БПК и ХПК.

7.2 Стеклянную посуду моют и обезжиривают хромовой смесью, тщательно отмывают от кислоты и пропаривают. Полиэтиленовую посуду споласкива-

ют ацетоном, соляной кислотой (1:1), несколько раз водопроводной водой, а затем дистиллированной водой.

7.3 Отбор проб для определения БПК и ХПК и нефтепродуктов производится только в стеклянную посуду.

7.4 Корковые пробки следует предварительно прокипятить в дистиллированной воде, а резиновые - в 5-процентном растворе соляной кислоты в течение 20-30 мин., а затем в 20-процентном растворе едкого натра, после чего их тщательно прополаскивают дистиллированной водой. Чистые пробки хранят в стеклянных банках с крышками.

7.5 Посуда, в которую производится отбор проб, должна быть промаркирована, либо на неё должен быть наклеен паспорт отбора проб.

8 Хранение, консервация и транспортировка проб

8.1 Хранение проб сточных вод допускается лишь в том случае, если анализ не может быть произведён сразу после их отбора. При этом необходимо строго соблюдать допустимые сроки хранения.

8.2 Для продления срока сохранности воды в том состоянии, в котором она находилась в момент взятия пробы, её необходимо законсервировать (Приложение 2).

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

8.4 Транспортирование проб сточных вод осуществляется любым разрешённым видом транспорта, обеспечивающим сохранность проб и их быструю доставку.

8.5 При транспортировке должны быть исключены возможности перегрева и переохлаждения пробы.

9 Техника безопасности при отборе проб

9.1 При отборе проб должны строго соблюдаться требования безопасности, отвечающие действующим нормам и правилам.

9.2 В связи с тем, что сточные воды могут содержать токсичные или воспламеняющиеся вещества и могут представлять опасность вирусного или микробиологического характера, при их отборе необходимо соблюдать особую осторожность.

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

9.4 При отборе проб из больших ёмкостей (отстойники, накопители, усреднители) необходимо надевать спасательные жилеты и использовать страховочные канаты.

9.5 Порядок работы, выбор места и эксплуатация оборудования должны планироваться таким образом, чтобы свести к минимуму опасности.

9.6 Ответственность за отбор проб и подготовку их для химического анализа и технику безопасности несёт работник, ответственный за производство химического анализа.

Руководство по расчёту частоты и сроков отбора проб

1.1 Сроки и частота отбора проб в программе производственного контроля могут быть надёжно определены лишь после детальной предварительной работы с высокой частотой отбора и обработкой полученных данных статистическими методами (расчёт средних значений по совокупности проб, разбросах содержания по пробам, стандартных отклонений и максимальных величин).

1.2. Химический состав сточных вод подвергается как случайным, так и систематическим изменениям.

1.2.1 Случайные изменения имеют нормальное либо логарифмически-нормальное распределение. Систематические изменения могут быть направленными, циклическими либо комбинациями тех и других.

1.2.2 Если преобладают случайные изменения - сроки отбора проб не очень важны, за исключением особых случаев. При циклических колебаниях сроки отбора проб выбирают таким образом, чтобы охватить весь цикл или определить максимальные и минимальные величины. При направленных изменениях состава отбор проб производится регулярно через равные промежутки.

1.2.3 Если циклические изменения отсутствуют, либо незначительны по сравнению со случайными, достаточно отобрать число проб, гарантирующее попадание среднего значения в доверительный интервал для среднего с заданной доверительной вероятностью.

1.2.4 Доверительный интервал для среднего (ε) - интервал, в котором с заданной доверительной вероятностью содержится среднее, установленное по m пробам. Эта величина выражается соотношением:

$$\varepsilon = \frac{t_p \times S}{\sqrt{m}}, \quad (1)$$

где m - число проб, на основе которых рассчитано среднее квадратичное отклонение, характеризующее разброс показателей в пробах. Характеристика рассеяния обычно рассчитывается как корень квадратный из дисперсии, взятый с положительным знаком.

t_p - критерий с надёжностью p , показывающий во сколько раз модуль разности между истинным средним значением определяемой величины и средним значением больше стандартного отклонения.

1.2.5 Доверительная вероятность (p) - процент случаев, в которых среднее значение S не выйдет за пределы доверительного интервала. Выбор доверительной вероятности зависит от категории сточных вод. Для внутрипроизводственных заключений достаточно $p = 90$. Ответственные решения требуют более высокой надёжности ($p = 95$), для высокотоксичных сточных вод может потребоваться уровень надёжности $p = 99$ или $p = 99,9$. Доверительная вероят-

ность при отборе сточных вод, отводимых в водные объекты, согласовывается с органами по регулированию использования и охране вод.

ПРИМЕР. Если среднее значение измеряемой величины за определённый период времени имеет доверительный интервал 4 мг/л (т.е. $C \pm 2$ мг/л) при доверительной вероятности 95 %, то это означает, что в 95 пробах из каждых 100 среднее значение не будет отличаться от истинного среднего более чем на 2 мг/л.

1.3 Требуемое число проб (n) для приближённой оценки среднего \bar{c} с заданной доверительной вероятностью и при нормальном распределении измеряемого параметра равно:

$$n = \left(\frac{t_p \times S}{\varepsilon} \right)^2. \quad (2)$$

Величина t_p , зависящая от выбранной доверительной вероятности для достаточно большого числа проб, приведена ниже.

ВЕЛИЧИНА t_p ДЛЯ НЕКОТОРЫХ ЗНАЧЕНИЙ

Доверительная вероятность	99	98	95	90	80	68	50
t_p	2,58	2,33	1,96	1,64	1,28	1,00	0,67

Таким образом, если требуемый доверительный интервал ε_{mp} принят равным 5 % от среднего значения при заданной доверительной вероятности 95 %, а стандартное отклонение по методу контроля равно 20 % от средней величины, то число проб может быть рассчитано по формуле 2:

$$n = \left(\frac{1,96 \times 20}{5} \right)^2 = (7,84)^2 \approx 61.$$

Это предписывает частоту отбора проб 2 раза в день, если интересующий период равен 1 месяцу, или 1-2 пробы в неделю при интересующем периоде в 1 год.

Величина стандартного отклонения определяется для каждого метода анализа путём метрологической аттестации методики измерения.

Способы консервации проб сточных вод

Определяемый компонент, показатель	Указания о консервации, отборе проб и сроках анализа после отбора
1	2
Алюминий	В соответствии с ГОСТ 18165-75: а) не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 2 часа после отбора; б) консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты по ГОСТ 3118-67 на 1 л фильтрата.
Аммиак и иона аммония	Не консервируют: а) к анализу приступают после отбора пробы; б) пробу хранят при 3-4 °С. Консервируют: а) прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы; б) прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы.
Анионные СПАВ	Консервируют: а) прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы; б) пробу хранят при 3-4 °С.
Бораты	Не консервируют.
БПК (биохимическое потребление кислорода)	Не консервируют: а) пробу хранят при 3-4 °С; б) к анализу фильтрата (или отстоянной в течение 2-х часов пробы) приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Ванадий	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Взвешенные вещества	Не консервируют.
Водородные ионы (рН)	Не консервируют: а) к анализу приступают сразу после отбора пробы; б) отбор проб производится, как указано в п. 6.1.
Вольфрам	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 12 часов после отбора пробы.
Висмут	То же.
Грубодисперсные примеси (ГДП)	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.

1	2
Железо а) общее содержание железа б) раздельное содержание железа (II) и железа (III)	Консервируют: а) прибавляют 25 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4161-77 на 1 л пробы. б) прибавляют 25 мл раствора уксуснокислого натрия по ГОСТ 199-78 (68 г соли $\text{CH}_3\text{COONa} \times 3\text{H}_2\text{O}$ в 500 мл воды) и 23 мл раствора уксусной кислоты по ГОСТ 61-75 (166,7 мл ледяной уксусной кислоты в 500 мл воды) на 1 л пробы.
Жёсткость	См. "Кальций", "Магний".
Жирные кислоты	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 2 часа после отбора пробы.
Запах	Не консервируют. К определению приступают сразу на месте отбора пробы или не позднее чем через 2 часа после отбора пробы.
Йодное число	Не консервируют.
Кадмий	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы.
Калий	Не консервируют.
Кальций	Не консервируют.
Кислород	Не консервируют. Пробы отбирают, как указано в п. 6.1. Фиксируется в момент отбора.
Кислотность	Не консервируют: а) к анализу приступают сразу после отбора пробы; б) отбор проб проводят, как указано в п. 6.1. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Кобальт	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы.
Ксантогенаты	Не консервируют. Определение проводят как можно раньше, но не позднее чем через 12 часов после отбора пробы.
Магний	Не консервируют.
Марганец	В соответствии с ГОСТ 4974-72: а) не консервируют. К анализу приступают сразу после отбора пробы; б) консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы.
Медь	Консервируют: а) прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы; б) прибавляют 5 мл соляной кислоты (1:1) по ГОСТ 3118-77 на 1 л пробы.
Молибден	В соответствии с ГОСТ 18308-72 пробы не консервируют, срок между отбором и анализом должен быть коротким.

1	2
Мышьяк	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты по ГОСТ 3119-77 на 1 л пробы.
Мутность	Не консервируют.
Нефтепродукты	а) не консервируют. Экстрагируют четырёххлористым углеродом. Пробы отбирают, как указано в п. 6.1 настоящих Методических указаний; б) консервируют добавлением 2-4 мл четырёххлористого углерода на 1 л воды. Проба для анализа должна быть использована полностью: не фильтроваться, сорбированные на стенках сосуда нефтепродукты должны быть смыты четырёххлористым углеродом и объединены с пробой.
Никель	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы.
Нитраты	Не консервируют: а) определение проводят в день отбора пробы.
Натрий	Не консервируют.
Сульфаты	Не консервируют.
Сульфиды	Пробу отбирают в отдельную бутылку, отстаивают в течение двух часов и отбирают требуемое для анализа количество из осветлённой части. Не консервируют. К анализу приступают в день отбора пробы. Консервируют. Прибавляют 10 мл 10-процентного раствора уксусно-кислого кадмия по ГОСТ 5824-71 или уксусно-кислого цинка по ГОСТ 5823-69 на 1 л пробы.
Сульфиты	Не консервируют. К анализу приступают как можно раньше в день отбора пробы. Консервируют. Пробы отбирают в отдельные бутылки, в которые были предварительно введены 0,2 мл 20-процентного раствора едкого натра, ч.д.а. по ГОСТ 4328-77, и 2 мл глицерина, ч.д.а. по ГОСТ 6259-75, на 100 мл пробы.
Сурьма	Консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты по ГОСТ 3118-77 на 1 л пробы.
Теллур	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 12 часов после отбора пробы.
Температура	а) определение проводят одновременно с отбором пробы; б) пробу хранят при 3-4 °С. Консервируют: а) прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы;

1	2
	б) прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы.
Нитриты	Не консервируют: а) определение проводят сразу же после отбора пробы; б) пробу хранят при 3-4 °С. Консервируют: а) прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы.
Озон	Не консервируют: а) к анализу приступают сразу после отбора пробы. Необходимо учитывать, что устойчивость раствора озона повышается при охлаждении и понижении рН; б) сразу же после отбора пробы озон фиксируют добавлением соответствующих реактивов и проводят определение не позднее чем через 24 часа марганцево-о-толидиновым методом.
Органический углерод	Не консервируют. К анализу приступают в день отбора пробы; Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы.
Общий азот	То же.
Общий фосфор	Не консервируют.
Плотность	Не консервируют.
Прозрачность	Консервировать нельзя. К определению приступают сразу после отбора пробы или, в крайнем случае, не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Растворённые вещества	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Роданиды	То же.
Ртуть	Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы.
Сахара	Не консервируют.
Свинец	Консервируют. В соответствии с ГОСТ 18293-72 прибавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 или ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 6175 на 1 л воды.
Селен	Не консервируют. Определение проводят не позднее чем через 12 часов после отбора пробы.
Серебро	Консервируют. В соответствии с ГОСТ 18293-72 прибавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 или 2 мл ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 6175 на 1 л пробы.

1	2
СПАВ - синтетические поверхностно-активные вещества	Консервируют. Прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы.
Силикаты	Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы.
Титан	Не консервируют. К анализу приступают не позднее чем через 12 часов после отбора пробы.
Фенолы	Не консервируют: а) если содержание фенола не превышает 0,05 мг на 1 л, то к анализу приступают сразу после отбора пробы; б) если содержание фенола превышает 100 мг на 1 л, то к анализу приступают не позднее чем через 5 суток. Консервируют, если содержание фенола не превышает 100 мг на 1 л, добавляя 4 г едкого натра по ГОСТ 4328-77 на 1 л пробы. К анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.
Фториды	Не консервируют. В соответствии с ГОСТ 4328-77 пробы отбирают в полиэтиленовые бутылки.
Фосфаты	Консервируют. Прибавляют 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-51 на 1 л пробы.
Хлор "активный"	Нельзя консервировать. 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. Консервируют в исключительных случаях, прибавляя 2-4 мл хлороформа по ГОСТ 3160-61 на 1 л пробы.
ХПК - химическое потребление кислорода	Не консервируют. Пробу хранят при 3-4 °С. К анализу пробы приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы. Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы и проводят определение бихроматным методом.
Хром: а) определение общего содержания хрома; б) раздельное определение хрома (III) и хрома (VI)	а) консервируют. Прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4461-77 на 1 л пробы; б) не консервируют. К анализу приступают как можно раньше в день отбора пробы.

1	2
Цветность	Сразу после отбора пробы прибавляют 2 мл хлороформа по ГОСТ 3160-61 на 1 л пробы. К определению приступают как можно раньше в день отбора пробы.
Цианиды	Не консервируют. К анализу приступают сразу после отбора пробы. Консервируют. Прибавляют 1 г едкого натра по ГОСТ 4328-77 или едкого кали по ГОСТ 24363-80 на 1 л пробы. Хранят пробу при 3-4 °С.
Цинк	Консервируют. Прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204-77 на 1 л пробы.
Щёлочность	Не консервируют: а) к анализу приступают сразу после отбора пробы; б) бутылку заполняют опробуемой водой доверху и к анализу приступают не позднее чем через 24 часа после отбора пробы.

Библиография

1. Водный кодекс Республики Казахстан от 9 июля 2003 года №48.
2. Экологический кодекс Республики Казахстан от 9 января 2007 года №212-III ЗРК.
3. Постановление Правительства Республики Казахстан от 28 мая 2009 года №788 «Об утверждении Правил приёма сточных вод в системы водоотведения населённых пунктов».
4. Постановление Правительства Республики Казахстан от 05 июня 2009 года №832 «Об утверждении Правил пользования системами водоснабжения и водоотведения населённых пунктов».
5. СТ РК ГОСТ Р 51592-2003. Вода. Общие требования к отбору проб.
6. ГОСТ Р 51592-2000. Вода. Общие требования к отбору проб.

Нормативті техникалық құжат «Тұрғын үй-коммуналдық шаруашылығын жаңғырту мен дамытудың қазақстандық орталығы» акционерлік қоғамымен басып шығарылған.

Нормативно-технический документ издан Акционерным обществом «Казахстанский центр модернизации и развития жилищно-коммунального хозяйства»