**Инструкция по отбору сточных вод (ПНДФ 12.15.1-08)**

Контроль за составом и свойствами сточных вод на соответствие нормативам допустимых сбросов загрязняющих веществ, отводимых в централизованную систему водоотведения обычно осуществляется организацией, осуществляющей водоотведение (водоканал). Отбор проб проводится из контрольных канализационных колодцев абонентов, указанных в программе контроля состава и свойств сточных вод или договоре водоотведения, едином договоре холодного водоснабжения и водоотведения.

**ОТБОР ПРОБ.**

При плановом (внеплановом) отборе сточных вод абонентов на соответствие нормативам допустимых сбросов загрязняющих веществ, отводимых в централизованную систему водоотведения, могут быть отобраны следующие виды проб:

- контрольная;

- параллельная;

- резервная.

Проба контрольная - проба сточных вод абонента, отобранная представителями водоканала, из контрольной точки отбора с целью определения состава сточных вод, отводимых в системы коммунальной канализации.

Анализ контрольной пробы производится лабораторией водоканала.

Проба параллельная - проба сточных вод, отбираемая по инициативе абонента с целью сопоставления и оценки достоверности результатов количественного химического анализа, полученных в лабораториях абонента и водоканала.

При необходимости отбора параллельной пробы водоканал также отбирает контрольную пробу.

Отбор параллельный - отбор представительной части сточных вод, произведенный одним пробоотборным устройством с дальнейшим разделением пробы для хранения и анализа в посуду двух или более лабораторий, выполняющих анализ. Отбор целесообразно осуществлять только при условии использования лабораториями, осуществляющими анализ, методик, позволяющих получать сопоставимые результаты анализа.

Следует учитывать, что в некоторых случаях отобрать параллельные пробы не представляется возможным (большое содержание взвешенных или плавающих веществ, толстой плёнки нерастворенных органических соединений) - отбор в таком случае может осуществляться по согласованию участников отбора на месте отбора пробы.

Проба резервная - проба, отобранная организацией водопроводно-канализационного хозяйства (далее - ВКХ) на месте отбора проб сточных вод при осуществлении параллельного отбора проб абонентом ВКХ по инициативе абонента. Разделение пробы на параллельные и резервную проводится организацией ВКХ на месте отбора проб сточных вод. Резервная проба хранится в организации ВКХ для разрешения возможных разногласий на период проведения анализа. Анализ резервной пробы производится в случае необходимости сопоставления результатов измерений контрольной и параллельной проб, при получении отрицательного результата оперативного контроля количественного химического анализа Анализ при наличии такой возможности проводится в независимой аккредитованной (на техническую компетентность в области анализа отобранного типа вод) лаборатории, не участвовавшей в анализе параллельных проб сточных вод.

Пробы сточных вод должны быть промаркированы и опломбированы одноразовыми пломбами организацией, осуществляющей водоотведение.

Анализ резервной пробы проводится при условии, что не истек срок хранения резервной пробы, определенный с учетом нормативной документации для применяемого метода измерений.

Хранение параллельной пробы допускается только при условии выполнения консервации пробы и соблюдения правил хранения пробы, предусмотренных методиками для конкретного загрязняющего вещества.

**Процедура отбора параллельных проб**

Объём пробы сточной воды, отбираемый при проведении параллельного отбора проб, должен соответствовать объёму, определенному с учетом количества определяемых показателей и требований, установленных в нормативной документации для методики измерения конкретного показателя в двух (или более) лабораториях.

Отбор двух последовательных во времени проб для параллельного анализа двумя лабораториями или операторами не допускается. Одна отобранная проба тщательно перемешивается и разливается в посуду лабораторий, выполняющих параллельный анализ пробы. Для этого рекомендуется использовать специально изготовленные воронки с 2 - 3 отводами.

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

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

При осуществлении параллельного отбора проб рекомендуется осуществлять консервацию проб на месте отбора по предварительному согласованию с лабораториями.

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.

**Транспортирование проб сточных вод** в лабораторию осуществляется любым разрешенным видом транспорта, обеспечивающим сохранность и быструю доставку. Емкости с пробами упаковывают таким образом, чтобы упаковка не влияла на состав пробы и не приводила к потерям определяемых показателей при транспортировании, а также защищала емкости от возможного внешнего загрязнения и поломки.

Без специального консервирования проб время их хранения зависит от температуры окружающей среды. Не допускается перегрев и переохлаждение проб, т.е. хранение проб более 0,5 часа при температуре ниже -15 °С и выше +30 °С. Доставка должна быть организована таким образом, чтобы исключить перегрев пробы. Рекомендуется применять устройства, обеспечивающие хранение проб при температуре 2 - 5 °С.

**Требование к таре для отбора проб.**

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 31861-2012](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293785/4293785467.pdf).

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.

В качестве емкостей для транспортирования и хранения используются съемные контейнеры пробоотборных устройств, сосуды с притертыми стеклянными пробками или плотно завинчивающимися крышками (полиэтиленовыми, фторопластовыми). При необходимости следует использовать пробки с тефлоновыми прокладками.

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

Посуда для хранения и транспортировки проб должна быть промаркирована способом, исключающим нарушение маркировки, флаконы для бактериологических анализов должны быть стерилизованы.

Для каждой точки отбора проб сточных вод комплектуется набор посуды, в состав которого входит набор флаконов в соответствии с контролируемыми показателями состава и свойств воды.

*Например*, отбор проб для определения ртути, фенольного индекса, фенолов, светочувствительных полициклических ароматических углеводородов необходимо проводить в посуду из тёмного стекла; отбор пробы для определения содержания растворенных и эмульгированных нефтепродуктов производят в стеклянные сосуды; проба для определения кремния отбирается в ёмкость из полимерного материала.

Посуда для отбора проб должна быть тщательно вымыта и при необходимости обезжирена хромовой смесью. Следует помнить, что хромовую смесь категорически нельзя использовать для очистки флаконов, используемых при определении хрома и сульфатов.

При мытье посуды для отбора необходимо руководствоваться требованиями методики измерений определяемого показателя или, при их отсутствии учитывать индивидуальные особенности анализируемых веществ.

*Например*, при определении фосфатов, анионных и неионогенных поверхностно-активных веществ категорически запрещается применять синтетические моющие средства.

Посуда для отбора проб для бактериологического анализа должна быть стерильной. Отбор проб для бактериологических анализов осуществляется с обязательным соблюдением правил стерильности.

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 настоящей инструкцией.

**Правила отбора проб, оформление сопроводительных документов.**

При осуществлении отбора проб с целью контроля состава и свойств сточных вод, отводимых в централизованную систему водоотведения, отбор проб воды осуществляется представителем водоканала.

При отборе пробы воды представители организаций вправе осуществлять фото- и видеофиксацию процедуры отбора проб сточных вод.

Все процедуры, связанные с отбором проб, получением аналитических проб и передачей их для проведения анализа и назначение пробы (контролируемые вещества, показатели) должны быть отражены в заявке. В документах не допускаются подчистки, 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.

Любые отступления от методики отбора обязательно отмечаются пробоотборщиком в акте отбора проб.

В акте отбора проб должно быть указано:

- номер сосуда с аналитической пробой,

- место отбора (NN точек по плану-графику производственного контроля; для сбросных каналов - вертикаль, горизонт);

- дата, время начала и окончания отбора проб;

- объем отобранной пробы;

- способы консервации или отметка об её отсутствии;

- условия хранения от окончания пробоотбора до передачи проб в лабораторию.

Представитель абонента своей подписью в акте отбора пробы подтверждает, что при отборе пробы была соблюдена установленная процедура отбора и место отбора пробы соответствует месту, указанному в акте отбора. Если представитель абонента не согласен с содержанием акта, он подписывает акт с изложением особого мненияв дополнительных сведениях в заявке.

Если параллельная проба остается для хранения, работник лаборатории отмечает в акте «Проба опечатана и оставлена на хранение. Дата, время. Условия консервации пробы. Условия хранения пробы».

**Интерпретация результатов и выдача протоколов исследований.**

Интерпретация результатов анализа осуществляется в порядке, утвержденном в Постановлении Правительства Российской Федерации от 21 июня 2013 г. № [525](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293807/4293807006.htm) «Об утверждении Правил осуществления контроля состава и свойств сточных вод».

При несопоставимости результатов анализа параллельных и резервной проб рекомендуется выявить причину возникших расхождений и провести повторный отбор параллельных проб.

При неоднократном выявлении существенных расхождений результатов анализов контрольной пробы, отобранной представителем организации, осуществляющей водоотведение, и контрольной пробы, регулярно отбираемой абонентом при производственном контроле, для определения содержания веществ которых не может быть использован отбор параллельной и резервной проб, абонент может предъявить претензии к качеству анализов и обратиться в Орган по аккредитации для проверки деятельности лаборатории.

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

Сроки хранения документов определяются в соответствии с Перечнем архивных документов, образующихся в научно-технической и производственной деятельности организаций.

**Хранение проб.**

Хранение проб без изменения их состава и свойств возможно только для ограниченного числа показателей и только в течение определенного времени.

Между моментом отбора пробы и её анализом могут происходить различные физические, химические и биохимические реакции, приводящие к изменениям концентрации определяемого показателя. Причинами изменений могут выступать:

- бактерии, водоросли и другие организмы, процесс жизнедеятельности которых может влиять на содержание растворенного кислорода, двуокиси углерода, соединений азота, фосфора и кремния;

- некоторые соединения, способные окисляться под воздействием растворенного кислорода в пробах, или кислородом воздуха (например, органические соединения, железо (II), сульфиды);

- абсорбция двуокиси углерода из воздуха, влияющая на pH, электропроводность, содержание СО2;

- выпадение веществ в осадок (например, СаСО3, Аl(ОН)3);

- адсорбция и абсорбция соединений металлов и некоторых органических соединений на поверхности флакона для хранения или отбора пробы или на твердых веществах, содержащихся в пробе.

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.