



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Якість води

ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Частина 17. Настанови щодо відбирання проб
змулених наносів
(ISO 5667-17:2000, IDT)

ДСТУ ISO 5667-17:2007

Видання офіційне

БЗ № 10–2007/453

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2011

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Білоцерківський державний аграрний університет МАП України

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **М. Барановський**, д-р с.-г. наук; **Л. Барановська**, д-р пед. наук; **І. Гамалій**, канд. геогр. наук; **О. Слободенюк**, канд. біол. наук; **Л. Філіпова**, канд. с.-г. наук

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 17 жовтня 2007 р. № 266 з 2009–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 5667–17:2000 Water quality — Sampling — Part 17: Guidance on sampling suspended sediments (Якість води. Відбирання проб. Частина 17. Настанови щодо відбирання проб змулених наносів)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)
Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2011

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Терміни та визначення понять	1
3 Устаткування для відбирання проб	1
4 Процедура відбирання проб	4
5 Інтерпретація даних	6
6 Заходи щодо безпеки	7
Додаток А Інформація про завислі тверді речовини та відбирання їхніх проб	8
Додаток А.1 Зв'язок між певними речовинами, які визначають під час аналізування завислих твердих речовин	8
Додаток А.2 Зв'язок між концентрацією завислих твердих речовин та концентрацією речовин, які визначають під час аналізування	8
Додаток А.3 Проблеми, притаманні традиційним аналізам з визначання концентрації завислих твердих речовин	9
Додаток А.4 Типи центрифуг	9
Бібліографія	10

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 5667–17:2000 Water quality — Sampling — Part 17: Guidance on sampling suspended sediments (Якість води. Відбирання проб. Частина 17. Настави щодо відбирання проб змулених наносів).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 82.

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- введено структурний елемент «Національний вступ»; «Ключові слова»;
- змінено позначки одиниць фізичних величин:

Позначки в ISO 5667–17:2000	r/min	cm	m	min	µm	s	l/min
Позначки в цьому стандарті	об/хв	см	м	хв	мкм	с	л/хв

Примітка. Інші похідні одиниць фізичних величин не наведено.

Структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Національний вступ», «Зміст» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України.

Копії нормативних документів, на які є посилання у цьому стандарті, можна замовити в Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЯКІСТЬ ВОДИ

ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Частина 17. Настанови щодо відбирання проб
змулених наносів

КАЧЕСТВО ВОДЫ

ОТБОР ПРОБ

Часть 17. Руководство по отбору проб
илистых наносов

WATER QUALITY

SAMPLING

Part 17. Guidance on sampling suspended sediments

Чинний від 2009–07–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт надає рекомендації щодо відбирання проб завислих твердих речовин з метою моніторингу та досліджування якості прісної води, а точніше систем проточної прісної води, таких як річки та струмки. Деякі положення цього стандарту можна застосовувати до прісноводних озер, водоймищ та водосховищ, однак програма відбирання проб на місцевості може відрізнятися і не обов'язково її викладати повністю в цьому документі.

2 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано такі терміни та визначення:

2.1 завислі тверді речовини (*suspended solids*)

Тверді речовини, видалені фільтруванням чи центрифугуванням у зазначених умовах [ISO 6107-2]

2.2 ізокінетичне відбирання проб (*isokinetic sampling*)

Техніка, за якої проби, відібрані з водного потоку, проходять через отвір зонда для відбирання проб з силою, що дорівнює силі потоку в безпосередній близькості до зонда [ISO 6107-2].

3 УСАТКОВАННЯ ДЛЯ ВІДБИРАННЯ ПРОБ

3.1 Загальні положення

Існує багато різних технік відбирання проб для масового збирання завислих твердих речовин за допомогою апаратів, що відрізняються один від одного. Багато з цих пробовідбірників є специфічними для умов місцевості, ними користуються з човнів, мостів або у місці броду.

3.2 Пасивні пробовідбірники

Цей клас пробовідбірників охолює традиційні пробовідбірники для завислих твердих речовин, які інтегрують глибину та точкові пробовідбірники. Пасивні пробовідбірники вміщують у водну колонку, де їх наповнюють за сприятливих умов із застосуванням ізокінетичних методів відбирання проб. Ці пробовідбірники переважно використовують у поєднанні зі стандартними протоколами відбирання проб для збирання зразків найрепрезентативніших мінеральних твердих речовин у даному річковому поперечному розрізі, таких як методи рівного розширювання виливу та рівного розширювання відстані [9], [10], [11].

Більшість стандартних пробовідбірників, описаних у Національній книзі рекомендованих методів для отримання водних даних [11], розроблено для кількісного, але не якісного визначання завислих твердих речовин. Їх не рекомендують використовувати для відбирання проб з метою визначання їхньої якості через малий розмір проби, контамінацію проби матеріалами, які використовують для виробництва цих пробовідбірників, та через інші технічні та методологічні чинники [16].

3.3 Торбинковий пробовідбірник

Великий пасивний торбинковий пробовідбірник (6,5 л), описаний в [12], розроблено спеціально для відбирання завислих твердих речовин для якісного аналізування, оскільки він має великий об'єм та його виготовлено з хімічно інертних матеріалів. Численні торбинкові пробовідбірники було загалом створено для отримання проби задовільного об'єму, щоб отримати необхідну кількість завислих твердих речовин для подальшого хімічного аналізу. Торбинковий пробовідбірник також використовують разом із валовим пробовідбірником, описаним в 3.4.

3.4 Валові пробовідбірники

3.4.1 Загальні положення

Валові пробовідбірники використовують для висушування великих (валових) кількостей завислих твердих речовин. Валові пробовідбірники, призначені для відбирання проб на місцевості, складаються з фільтра з потоком по дотичній та центрифуги. Для цього потрібно, щоб було відібрано великий об'єм суміші води з завислими речовинами, або закачано з водної колонки у валовий пробовідбірник. Цей стандарт стосується лише тих методів, які можна застосовувати на місцевості.

Тому тут не йдеться про стендові центрифуги та інші лабораторні методи висушування, такі як осадження.

3.4.2 Вимоги до закачування

3.4.2.1 Загальні положення

Більшість валових пробовідбірників влаштовано так, щоб суміш води з відкладеннями закачували з водної колонки у валовий пробовідбірник або у контейнер для зберігання. Існує багато типів насосів — від працюючих у воді до перистатичних насосів, які використовують для відбирання проб води для якісного аналізування. Матеріал (пластик, метал, політетрафлуороетилен (PTFE) і т. д.), з якого виготовлено частини насоса, що контактують із водою, та матеріал резервуара, в якому воду переносять до апарата, що відбирає проби, може бути важливим залежно від типу хімічних аналізів, потрібних у рамках цієї програми відбирання проб. Працюючі у воді насоси мають магнітно управлятися, щоб не було можливості витікання оливи для змащування та охолодження з електричного мотора, що працює у воді, у корпус крильчатки.

Проби, закачані насосом, підходять для всіх водних середовищ, і в такому випадку ізокінетичне відбирання проб (2.2) не буде обов'язковим згідно з протоколом відбирання проб.

На практиці це не є проблемою, головним чином, тому, що:

а) у багатьох річках більшість завислих твердих речовин є частинками мулу та глини;

б) розмір частинок, котрі цікаві для хімічного аналізу завислих твердих речовин, зазвичай становить менше ніж 63 мкм фракції [24].

Важко використовувати насоси для глибоко-інтегрованого відбирання проб. Тому, якщо річка переносить велику кількість піщаних частинок, пробовідбірники, обладнані насосом, напевно відбиратимуть проби цієї фракції (пісок зазвичай переноситься біля дна). Для хімічного аналізу середовища це може бути не вирішальним, оскільки хімічне збагачення твердих речовин стоується головним чином мулово-глиняної (< 63 мкм) фракції.

3.4.2.2 Оперативні поради щодо закачування у валові пробовідбірники

Існує ряд практичних переваг під час використання насосів.

а) насоси є єдиними практичними засобами перенесення великих об'ємів води у валові пробовідбірники, тому їх можна легко використовувати в будь-якому водному середовищі;

б) завдяки тривалому часу, потрібному для їхнього використання, вони унеможливають будь-які тимчасові варіювання в хімічному складі твердих речовин, що загалом можна спостерігати у водній колонці;

с) насоси відносно недорого коштують, тому їх легко демонтувати для очищення;

д) дрібні відкладення у воді зазвичай транспортують як тверді речовини, що випадають пластівцями [13], однак насос розбиває ці пластівці. Хоча це не важливо для хімічного аналізу, це має значення, якщо згідно з програмою відбирання проб потрібно виміряти природні розміри частинок, які існують у водній колонці;

е) розміри частинок, які містить проба, можна неправильно визначати через неізокінетичну природу більшості пробовідбірників, обладнаних насосом;

ф) хімічний склад матеріалу для шланга (наприклад, гума) та конструкція насоса можуть вплинути на хімічний склад відкладень. Промивання зі шланга можна проводити у місткості з неіржавкої сталі, PTFE та інших неконтамінувальних матеріалів.

3.4.3 Освітлювачі/центрифуги

3.4.3.1 Загальні положення

Центрифужні пробовідбірники можна класифікувати як освітлювачі та центрифуги. Ці типи центрифуг працюють у режимі постійного потоку, де водне середовище постійно перекачується через поле, створене центрифугою, де тверді речовини відокремлюються від водного середовища. Оскільки існує багато різних типів центрифуг постійного потоку (див. пункт А.4), вони всі функціують за однаковими принципами. Вони всі повинні мати:

а) електричний чи газовий мотор, щоб обертати чашу центрифуги на великій швидкості;

б) насос для подавання осад/водної суміші в чашу центрифуги;

с) чашу центрифуги, котра утримує висушені відкладення.

Усі компоненти центрифуги, котрі контактують із водою/твердими речовинами, потрібно виготовляти із неіржавкої сталі чи мати PTFE-покрив, щоб уникнути контамінування проб. Це особливо важливо, якщо витік води з освітлювача (відтік) треба використовувати для аналізу якості води. У центрифугах сиру воду закачують у центр чаші зверху або із дна. Щільніші відкладення (відносно до води) виштовхує на стінки чаші сила центрифуги, і чиста вода (відтік) виходить із чаші. Ці системи є ефективними під час висушування завислих твердих речовин, що забезпечує неперевищення концентрації органічної речовини [14]. Найменший розмір відкладень, що утримує центрифуга, залежить від геометрії чаші, швидкості обертання чаші та фізичних характеристик завислих часток (розподілення розміру, складу та щільності) [15].

Відновлювана ефективність залежить від вищезгаданих трьох характеристик, а також від концентрації завислих твердих речовин та кількості органічної речовини у пробі. Вміст більше ніж 90 % завислих твердих речовин у суміші вода/завислі тверді речовини описано в [14]. Вміст твердих речовин з діаметром меншим ніж 0,45 мкм часто становить понад 50 % твердих речовин у пробі.

3.4.3.2 Оперативні поради щодо центрифуг постійного потоку

а) валових проб достатньо для аналізування якості відкладень. Альтернативою є аналізування елементів, що залишають слід, та органічних мікро-забрудників на фільтрувальному середовищі, що потребує використання мікропроб, які дуже легко контамінуються на місцевості та в лабораторії. Хоча є великий прогрес у розроблянні можливостей для кількісного аналізу органічних мікрозабрудників на мікропробах, кількість проби, потрібної для деяких типів аналізів, є загалом більшою за ту, що можна отримати фільтруванням;

б) валові проби є менш придатними до контамінування на місцевості та під час маніпуляцій з ними, ніж мікропроби, за винятком тих випадків, коли мікропроби відібрано в попередньо упаковані та стерильні картриджі або капсули;

с) здатність проводити дублювальні аналізи або кілька аналізів різних типів на одній пробі є обмеженою або неможливою у межах традиційних методів (наприклад, частинка — Р, розмір частинки та органічний вуглець чи органічний мікрозабрудник, який аналізують та токсичність).

Мультианаліз є можливим лише тоді, коли є валова проба, з якої відбирають підпроби для різних аналізів. (Звернення до ISO/TC 190 міжнародних стандартів щодо фізичних методів може надати певні корисні вказівки);

d) проби для валового збору відбирають зазвичай від 30 хв до кількох годин залежно від концентрації завислих твердих речовин у середовищі, звідки відбирають проби. Це може згладити часові варіації у концентрації завислих твердих речовин та пов'язаних із цим їхнім хімічним складом;

e) ефективність складання центрифуг постійного потоку залежить від специфічної сили тяжіння твердих речовин, внутрішньої турбулентності апарата, гравітаційних сил, які виробляє апарат тощо. Малі «переносні» трубчасті освітлювачі мають тенденцію бути дуже слабкими в захопленні мулу та глини, які є найважливішими складовими частинами для визначання якості води;

f) немає джерела серійного виробництва центрифуг постійного потоку, які використовують на місцевості. Однак центрифуги, що є у виробництві, можна успішно адаптувати до використання на місцевості. Центрифуги постійного потоку є важкими, повільними у використуванні на місцевості, деякі деталі потребують великих затрат енергії. Оскільки мають високі швидкості обертання та можуть бути небезпечними у разі неправильного використання.

3.4.4 Фільтрування дотичним потоком

3.4.4.1 Загальні положення

Цей тип розділення частинки/рідина також відомий як ультрафільтрація, його використовують для розділення фракцій менше ніж 3 мкм, включаючи колоїди. Однак цей розмір залежить від номінального розміру отворів у фільтрі, що його використовують, ступеня потоку та інших чинників. Пробу спочатку відбирають іншим пробовідбирачем або таким, що належить до пасивної категорії, або закачуванням у контейнер для зберігання. Ця система використовує масу мембранних фільтрів, розділених прокладками, що спрямовують потік у певне русло через поверхню мембран. Відкладення/водну суміш закачують (разом за допомогою перистальтичного насоса) через фільтри, які утримують відкладення (більші за звичайний розмір отворів фільтрів), прочищають по дотичній через комплект фільтрів та потім закачують у перший контейнер пробовідбірника, де вони проходять через систему знову. Частинки та осад, які є достатньо малими, щоб пройти через отвори фільтрів, видаляють з системи. Цей процес повторного проходження загалом продовжують, доки первинний об'єм проби не зменшиться до менше ніж одного літра [15], [16].

3.4.4.2 Оперативні поради щодо фільтрування потоком по дотичній

Потрібно розглянути такі чинники:

a) розмір частинок кінцевої проби відкладень має бути в межах ряду колоїдального розміру залежно від розміру отворів у фільтрі, що його використовують. Ця фракція розміру, через велику поверхню, має найвищу концентрацію адсорбованих хімічних субстанцій. Однак, розділювання відкладень є відносно повільним (повільнішим за центрифугування постійного потоку);

b) забруднювання фільтра може відбиватися на зміщуванні донизу в номінальному розмірі отворів, що виражено у кращому затримуванні дуже малих частинок, але при обмеженому потоці;

c) фільтр замінюють частіше, ніж це необхідно, залежно від виробника та природи використання, що може призводити до значних витрат та загалом вимагає більше часу для очищення, ніж за інших методів;

d) цю техніку широко не використовують для рутинних ситуацій на місцевості. Тому відносно мало відомо про оперативні проблеми, пов'язані з апаратами потоку по дотичній від різних виробників;

e) ця система є набагато меншою, ніж системи постійного потоку, та недорогою, але може бути набагато дорожчою під час її застосовування через витрати на заміну фільтрів [16].

4 ПРОЦЕДУРА ВІДБИРАННЯ ПРОБ

4.1 Загальні положення

Не можна дати визначених вказівок щодо методів, які потрібно використовувати для відбирання проб завислих твердих речовин для хімічного досліджування через нестачу стандартних протоколів у цій галузі. Тому важливо підтримувати постійність техніки, щоб забезпечувати цінність довготривалого моніторингу. На відміну від маси незв'язних відкладень (матеріал із частинками розміром з піщинки), не існує єдиної теорії щодо транспортування зв'язних твердих речовин, котрі можна буде використовувати як основу для розроблення стандартної методології.

Важливо розглянути такі чинники [17] у разі прийняття рішення щодо режиму відбирання проб:

- a) горизонтальні варіювання у завислих твердих речовинах та пов'язаних із ними контамінантах;
- b) вертикальні варіювання у завислих твердих речовинах та пов'язаних із ними контамінантах;
- c) варіювання у завислих твердих речовинах та пов'язаних із ними контамінантах у просторі і часі за період постійного вилу (основного потоку) та за період, коли вилу швидко змінюється (русловий стік);

- d) варіювання у завислих твердих речовинах та пов'язаних із ними контамінантах, спричинене різницею у стратегії відбирання проб чи методології; та

- e) об'єм проби потрібний, щоб мінімізувати вплив неоднорідності, який спричинює помилку у водній системі, та задовольнити всі аналітичні вимоги.

Усі ці чинники можуть бути пристосовані використанням техніки валового збору (див. 3.4), яка забезпечує, щоб річка та хімічні режими твердих речовин не піддавалися домінувальному впливу транспортування твердих речовин із частинками розміром з піщинки із причин, викладених у додатку А.

4.2 Насоси

Використовування насосів для відбирання проб з метою досліджувань залежить від питань, які потрібно вирішити з урахуванням даних, зібраних згідно з програмою закачування. Однак, для цілей моніторингу рекомендовано такий протокол, особливо коли є обмеження в часі та бюджеті:

- для малих річок (< 10 м завширшки) один насос необхідно розмістити посередині (або в зоні максимальної швидкості) каналу, приблизно на 0,5 м від поверхні води на середині зони найменшої глибини. Успіх цієї простої техніки базовано на тому факті, що в багатьох випадках (але не завжди) дрібнозерниста фракція менше ніж 63 мкм (хімічноактивна фракція) зазвичай розподіляється у вертикальній секції, хоча це може бути не так у поперечній секції [18], [19]), залежно від природи занесення твердих речовин проти течії;

- для більших річок кілька насосів потрібно розміщувати на однаковій відстані через всю річку на глибині, як зазначено вище. Закачану воду необхідно зібрати в одну пробу (або в один контейнер, або в один шланг, що закачує у валовий пробовідбирач). Для дуже великих річок насоси можна використовувати послідовно в секціях;

- будь-який переносний електричний генератор треба розміщувати за вітром у всіх апаратах для відбирання проб, щоб уникнути контамінування устаткування та проби вихлопними газами з мотору;

- важливо промивати шланг після використання, щоб уникнути контамінування проби. Рекомендована оперативна процедура полягає у тому, щоб прокачати воду на місцевості через шланг протягом 15 хв перед тим, як відібрати пробу;

- потрібно уникати довгих шлангів, особливо у спекотну пору. Температура у шлангу підвищується, особливо під час тривалого транзиту з водної колонки до валового пробовідбірника, і може впливати на хімічний розподіл між відкладеннями та водою.

4.3 Центрифуги

4.3.1 Загальні положення

Деталі щодо використання, стратегії для центрифуг постійного потоку та насосів можна знайти в [15], [16], [20] та [21]. Операції з використанням центрифуги потрібно завжди виконувати відповідно до вказівок виробника. Заходи безпеки є особливо важливими, їх описано в розділі 6. Видалення проби з чаші чи трубчастої камери не описують в інструкціях виробника. Відкладення можуть бути зібрані або PTFE, або лопаткою з неіржавкої сталі (центрифуги з чашами) або видаленням PTFE гільзи (трубчастих камер). У всіх випадках потрібно бути дуже обережним, щоб не контамінувати пробу.

4.3.2 Забезпечення якості, специфічне для центрифуг

Рекомендації є незалежними від системи забезпечення якості, що потрібні для лабораторного аналізу проб. Для центрифуг немає застандартованої програми забезпечення якості. Внутрішнє контамінування проби від контакту з металевими та неметалевими частинами, оліями та жирами тощо було оцінено [16], [20]. Програма забезпечення якості, яку використовують багато практиків, охоплює закачування суспензій лабораторної глини, хімічні складові котрої відомі, у центрифугу (охоплює всі шланги, насоси та інші апарати, які використовують як частину

процедури встановлення центрифуги на місцевості), з одночасним аналізуванням зібраних відкладень для порівняння з первинними відкладеннями. Однак, це не є легкою процедурою, зазвичай вона є резервною для підтвердження, на основі випадковості, що немає контамінування проби, спричиненого самим апаратом.

Важливо очищати апарат на місцевості, щоб бути певним, що в ньому не лишилося решток олій та жирів чи інших матеріалів, які можна відібрати в інших місцях. У кожному місці потрібно ретельно очищати чаші центрифуги ацетоном. Прокачування на місцевості проби протягом 15 хв через з'єднувальні шланги (але не через центрифугу) перед виливом в очищену центрифугу запобігає перехресному контамінуванню зі шланга, який використовували в попередньому місці. Хоча потрібно передбачити використання окремого насоса та окремого шланга, якщо програма роботи на місцевості охоплює і дуже контаміновані, і дуже чисті умови. Якщо потрібно використати один набір апаратів, спочатку відбирають пробу в найчистішому місці, а далі проби відбирають в інших місцях, і порядок їх відповідає ступеню забруднювання.

Усі апарати необхідно очищувати перед поверненням у лабораторію, прокачуючи відповідні мийні розчини через всі апарати. Також важливо очищати чаші центрифуги розчинниками.

4.4 Одиниці фільтрування потоком по дотичній

Стратегію застосування методу фільтрування потоком по дотичній можна знайти в [15] та [16]. Дії з цією одиницею потрібно проводити згідно з вказівкою виробника. Немає виданої літератури про забезпечення якості роботи одиниць фільтрування потоком по дотичній. Однак, повторне використання фільтрів та від'ємних трубок вимагає їхнього очищення, можливо реагентами або розчинниками категорії пестицидів. Використовування таких розчинників та поводження з ними розчинниками вимагає великої обережності та має відповідати чинному національному законодавству.

4.5 Забезпечування якості проб, відібраних на місцевості

Проби, відібрані валовим пробовідбирачем, мають відповідати таким вимогам:

— **Точність.** Одна проба, відібрана на місцевості повинна бути розділена та дві її частини, які повинні бути продубльовані та проаналізовані в день її відбирання. Не можна аналізувати ці проби послідовно в лабораторії, для скорочення будь-якого зміщення, що може бути спричинено їх розміщенням в аналітичному ряду. Точність базується на відносному відсотку різниць в аналітичних величинах між пробами зі сприйнятливим лімітом не більше ніж 10 %.

— **Правильність.** Правильність походить від аналізування стандартного еталонного матеріалу (SRM) в лабораторії та її не можна кваліфікувати як частину роботи на місцевості.

— **Заготовки для методу роботи на місцевості.** Заготовки на місцевості, які зазвичай використовують у традиційному відбиранні проб для визначання якості води, є непридатними. Це і непрактично, і нереально привезти достатньо «заготовок» води, щоб пропустити їх через центрифугу для перевіряння контамінування води на місцевості чи потенційного контамінування металів апарата, зробленого з неіржавкої сталі (чи іншого металу); тому хороша практика роботи на місцевості, яка надає особливого значення чистоті апарата, у зв'язку з використовуваним шланга тощо має велике значення.

5 ІНТЕРПРЕТАЦІЯ ДАНИХ

5.1 Загальні положення

Хімічну природу завислих твердих речовин зазвичай використовують для двох цілей: визначити присутність та кількість хімічних параметрів під час відбирання проб і підрахувати хімічну навантагу протягом певного періоду часу.

Інтерпретація даних щодо завислих твердих речовин ніколи не є точною, тому що неможливо знати розподіл всіх завислих твердих речовин на цей момент та пов'язані з ним хімічні величини протягом часу у цьому просторі (у секторі, де відбирали проби).

5.2 Варіювання в часі

Варіювання в хімічній природі в межах річкового середовища дуже залежить від виливу та розміщення вгору по течії джерел природного чи антропогенного забруднювання. Оскільки за

програмами відбирання проб часто неможливо проводити постійний моніторинг тимчасових змін, варіативність, пов'язана з часом, зазвичай не є добре відомою, аналізи хімічних величин проб, відібраних в один момент, треба розглядати з певними застереженнями.

5.3 Варіативність у просторі

Відбирання проб у вертикальній секції повинна, якщо це можливо, мати перевагу завдяки тому факту, що досліджування багатьох річок показали, що розмір частинок мулу та глини має тенденцію до досить рівномірного розподілювання у вертикальній секції [18], [23]. Однак, якщо відбирати проби біля поверхні, то це не обов'язково передбачає, що ця проба є типовою для всього профілю. Це особливо має значення під час визначання металів у завислих твердих речовинах, коли розмір включених фракцій відповідає розміру піщинок. Матеріал, що має розмір піщинки, міститься на глибині і потребує глибинного методу відбирання проб.

Відбирання проб із перехресної секції значно підвищує цінність програми роботи на місцевості. Типово, що згідно з програмами відбирання проб води, пробу відбирають біля центра каналу або в точці максимального потоку в перехресній секції. Річки не обов'язково мають добре перемішану воду в перехресній секції, особливо там де притоки чи точкові джерела входять в основний потік, у верхній потік місця відбирання проб. Лише детальне відбирання проб може визначити, чи є одна позиція у перехресній секції типовою для всієї секції. Крім того, потрібно уникати відбирання проб із прибережної зони через «пограничні впливи», які виникають із локалізованих взаємодій між річкою та її берегами. Це може вести до високого рівня контамінації біля країв річки, якщо є забруднювальні субстанції на берегах верхнього потоку, що приводить до переоцінювання хімічної концентрації та/або навантаження перехресної секції загалом.

5.4 Висновки для інтерпретації даних

Важливо, щоб під час визначання наявності та концентрації хімічних параметрів, пов'язаних із твердими речовинами в певний момент, особливо, якщо це визначено з однієї проби (нормальна процедура), брали до уваги варіативність, яка пов'язана з одиничними пробами. Ця варіативність може бути досить великою (до 100 %). Обов'язково, щоб використання таких даних для законодавчих та інших цілей враховувало цю варіативність.

Для визначання хімічної навантаги, пов'язаної з твердими речовинами, ситуація є зовсім іншою. Помилку у значеннях навантаги головним чином пов'язано з продуктом вивільнення (Q) та концентрацією твердих речовин (TSS) (які зазвичай варіюються в межах кількох порядків величини), та лише гранично спричинено хімічними параметрами, пов'язаними з твердими речовинами (які зазвичай варіюються в набагато меншій мірі, ніж порядок величин). Тому, варіативність у хімічній концентрації є мінімальним чинником [22], якщо навіть фізична концентрація завислих речовин може значно змінюватися, навіть під час однієї грози. Кумулятивний ефект цих варіативностей полягає в тому, що значення навантаги лежать зазвичай у рамках одного порядку величини, відомої на цей момент (але зазвичай невідомої) [22]. Велика точність залежить від протоколу відбирання проб із великою частотою для вилування та (TSS), але не для хімії відкладень. Загалом бажано переконатися, що ряд хімічних параметрів, пов'язаних із твердими речовинами, є відомим, особливо якщо сезонні впливи чи випадки виливів позначаються на хімічному складі твердих речовин. Приклади охоплюють джерела відкладень, які залежать від сезонів, таких як весняні повені чи зливовий стік з урбанізованих територій.

5.5 Методи роботи на місцевості, спрямовані на зменшення похибок

Через вартість оперативних програм роботи на місцевості автоматичні пробовідбірники, які складають малі проби в реальному часі, можуть зменшити похибку в загальних концентраціях завислих твердих речовин. Однак складні проби можуть не підходити для деяких типів хімічної оцінки через обмежений об'єм проби та постійні зміни в його рН, температурі та мікробному розкладі органічних контамінантів протягом періоду його зберігання у пробовідбірнику.

Немає інших способів зменшення похибок, окрім як інтенсивніше відбирання проб у часі та просторі.

6 ЗАХОДИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

Усі програми роботи на місцевості, які охоплюють відбирання проб з озер та річок, вимагають надзвичайної обережності. Особливо завжди існує небезпека утоплення. Рекомендовано використовувати книги для всіх стандартних оперативних процедур роботи на місцевості, яка

прописує всі елементи безпеки. Потрібно звертати увагу на проведення «оцінювання випадковості» для визначання потенційних випадків та для розроблення відповідної стратегії реагування, як цього вимагають у деяких країнах.

Апарати для роботи на місцевості вимагають специфічних заходів безпеки. Деякі пасивні пробовідбірники можуть бути дуже важкими і їх не можна підняти без механічних підймачів. Пробовідбірники, з якими працюють у місцях броду, спричиняють ризик утоплення для оператора; персонал завжди повинен одягати рятувальний одяг. Центрифужні освітлювачі та електричні насоси вимагають використання електричних шнурів та переносних електрогенераторів, часто у вологих умовах. Використовування електричного устаткування поза приміщенням вимагає особливої обережності, щоб уникнути удару струмом. Обов'язково, щоб високошвидкісні центрифуги завжди працювали відповідно до інструкцій виробника, інакше вони можуть вийти з ладу та спричинити серйозне поранення чи смерть робітника.

Робота з пробами твердих речовин може потребувати органічних розчинників, таких як ацетон для промивання устаткування для відбирання проб, місткостей для відбирання проб тощо. Розчинники та їхні пари є токсичними, а тому важливо, щоб із ними поводилися з надзвичайною обережністю та згідно з чинним національним законодавством.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ІНФОРМАЦІЯ ПРО ЗАВИСЛІ ТВЕРДІ РЕЧОВИНИ ТА ВІДБИРАННЯ ЇХНІХ ПРОБ

А.1 Зв'язок між певними речовинами, які визначають під час аналізування завислих твердих речовин

Існує багато літератури, яка показує велике поєднання багатьох хімічних складників в особливій фазі під час транспортування у водних системах. Вони охоплюють фосфор, метали, органічні хлористі сполуки [PCB, діоксини, органохлорні пестициди (наприклад, DDT та їхні метаболіти, пентахлорофенол тощо)] PAHs тощо. У ґрунтознавстві вибіркове поєднання поживних речовин, металів та інших агрохімікатів веде до концепції коефіцієнта збагачення, яка описує підвищення концентрації хімічних речовин, пов'язаної з відкладеннями, які перевозять порівняно з природною концентрацією у нееродованих ґрунтах.

Зв'язок фосфору та металів із завислими твердими речовинами є змінним і залежить від багатьох чинників, специфічних для місцевості, таких, як тип відкладення, рН, потенціал відновлювання — окиснювання тощо. Було показано, що спосіб транспортування твердих речовин має першочергове значення для цих хімічних параметрів [24]. Досліджування, у Північній Америці та Європі показують, що 90 % загального перенесення фосфору в річках може бути пов'язано із завислими твердими речовинами. Зв'язок фосфору та металів із завислими твердими речовинами може широко варіюватися і залежить від багатьох фізико-хімічних чинників, а саме: розміру зерен, площі поверхні, специфічної сили тяжіння, навантаги на поверхню, адсорбції, осідання, спільного осідання, органо-металевого зв'язування, обміну катіонів, долучення кристалічних мінералів, проміжної води та наявності карбонатів, глиняних мінералів, гідрату Fe та Mn, оксидів, сульфідів та силікатів [25].

Зв'язок гідрофобних ксенобіотичних органічних хімічних речовин із завислими твердими речовинами залежить, насамперед, від коефіцієнта октанол-водного розділення (K_{ow}), який є добре відомим для всіх органічних хімічних речовин. Існує особливий зв'язок між цими хімічними речовинами та фракцією органічного вуглецю завислих твердих речовин [26]. Зв'язок розділювання з органічним вуглецем характеризують як K_{oc} .

А.2 Зв'язок між концентрацією завислих твердих речовин та концентрацією речовин, які визначають під час аналізування

Кількість (концентрація) завислих твердих речовин у водній колонці має важливе значення для кількості хімічних речовин, яка пов'язана з фазою завислої твердої речовини. Для органічних сполук зв'язок із фракцією органічного вуглецю вважають найзначнішим.

Значення зв'язку між речовинами, які аналізують, та завислими твердими речовинами є таким:

а) значна, але варіативна пропорція загального навантаження переноситься у фазі завислих твердих речовин;

б) відбирання проб для цих хімічних речовин з використанням цілих проб води може не повністю визначити концентрацію цих хімічних речовин у водній колонці через нездатність до повного екстрагування тієї пропорції хімічних речовин, яка пов'язана з цією особливою фазою;

с) для органічних хімічних речовин, які пов'язані з особливим матеріалом, аналізи, що дають результат (ND) (не можна визначити), який є загальним для аналізів проб води, можуть неправильно відображати дійсну наявність/відсутність хімічних речовин і призводить до серйозних помилок в інтерпретації результатів лабораторних досліджень;

д) вимірювання токсичності водної колонки може бути серйозно піддано ризику, тому що техніка вимірювання є зазвичай нечутливою до особливої фази у пробі води [17], [23].

А.3 Проблеми, притаманні традиційним аналізам із визначання концентрації завислих твердих речовин

Традиційно концентрацію речовини, яку аналізують, котра пов'язана з особливою фазою, визначають методом різниць (М з D), це означає різницю між результатами визначання загальної речовини, яку аналізують у цілій пробі води, та визначання речовини, яку аналізують у профільтрованій фракції, що повинно дати нижчий результат. Незважаючи на проблеми фільтрації (див. нижче), відомо, що загальний аналіз сирі води може не повністю представляти особливу фракцію, особливо для органічних речовин, які аналізують та металів через неповне екстрагування з особливої фази. М з D може бути дуже суперечливим і сильно залежати від концентрації завислих твердих речовин (TSS). За дуже низької (TSS) концентрації можуть з'явитися негативні величини, через мінімальну різницю у складі розведених та цілих проб води та через більшу аналітичну помилку за нижчих концентрацій. За високих концентрацій (SS) концентрації контамінанти, аналіз яких роблять прямо з відкладень, можуть часто бути більшим на 50 % порівняно з вирахованими методом М з D [23]. У такому випадку, якщо контамінанта переноситься спочатку в особливу фазу, достовірніше оцінювання концентрацій контамінанти можна отримати з аналізу відкладень.

Незважаючи на пряму раціональність прямого аналізу фракції твердих речовин, фільтрування все ще широко використовують для визначання хімічного складу передбачуваних твердих речовин процедурою М з D, котру зазначено вище. Щодо цієї мети фільтрування має значні методологічні проблеми. Крім добре задокументованих проблем контролювання якості, особливо відносно технік фільтрування, яке виконують на місцевості, фільтрування є високо сприйнятливим до природних та часто до неконтрольованих методологічних проблем [27], [28]. Під час детальних досліджень фільтрування у визначенні якості води було виявлено [29], [30], [31], [32], що аналітичні величини профільтрованих проб можуть бути хибним відображенням методу фільтрування, який застосовують. Тому аналітичну правильність профільтрованих проб не можна забезпечити та в деяких випадках не можна визначити. Звичайно, це найбільш небажано для важливих речовин, які аналізують та які пов'язано з фазою твердих речовин.

А.4 Типи центрифуг

Використовують три типи центрифужних пробовідбірників для валового збору завислих твердих речовин для хімічних досліджень. Ці пробовідбірники працюють за певними принципами, пов'язаними з центрифужною сепарацією твердих речовин від води, та особливо розрізняються щодо конфігурації чаші (деталі збору). Однак, є значні розбіжності в ефективності збору та характеристикі роботи на місцевості, пов'язані з конфігурацією чаші. Є три типи чаш: 1 — багатокамерна, 2 — багатодискова та 3 — однокамерні трубчасті чаші [15].

а) **Багатокамерна.** Це система чотирикамерної чаші, де воду закачують через занурений у воду насос у верхній розділ чаші (швидкість 6 л/хв, загалом використовують для високонеорганічного річкового відбирання проб), де її довільно розподіляє вставлений клапан. Чаша обертається зі швидкістю приблизно 10 000 об/хв, що забезпечує значну сепарацію найбільших і найщільніших часток, зібраних у внутрішню(-і) чашу(-і), та менших та легших, зібраних у зовнішню(-і) чашу(-і). Освітлена вода (потік) виливається через верх чаші [16].

б) **Багатодискова.** Центрифужна чаша, що обертається зі швидкістю приблизно 9000 об/хв, складається приблизно з 50 дисків, розміщених у порожнині центрального розподільвача (як веретено) на відстані менше міліметра між дисками. Воду закачують у верхню частину розподільвача (швидкість 4 л/хв загалом використовують для високонеорганічного річкового відбирання проб), де рух її прискорюється; вода виходить через верхню частину розподільвача та виштовхується на гору між дисками. Частинки можуть розміщуватися між дисками, забезпечуючи у такий спосіб високу ефективність освітлення, оскільки окремі частини мають меншу відстань одна від одної у разі зависання, ніж в камерних чашах. Тверді речовини мігрують на гору дисків під силою центрифуги та збираються на стінці центрифужної чаші. Більшість відкладень у такий спосіб виштовхує на стінки чаші центрифужна сила. Освітлена вода тоді виливається через отвір збоку приладу та у ковпак чаші, де вона виводиться з машини [14], [16], [20].

с) **Однокамерна трубчаста.** Ця чаша має, головним чином, вигляд довгої трубки (розміри можуть варіюватися), яка обертається навколо довгої осі зі швидкістю приблизно 16 000 об/хв. Для 10,5 см × 71,1 см чаші (швидкість буде варіюватися для різних розмірів чаші). Вода вливається в основу чаші загалом зі швидкістю 2 л/хв. Досвід показав, що швидкість заливання 2 л/хв дає ефективність видалення більше ніж 95 % для переважно неорганічних твердих речовин. За вищої швидкості заливання було виявлено, що ефективність виведення може значно зменшитися. Тому рекомендовано, щоб визначили правильну швидкість проведенням попередніх тестів виведення. Щільніші тверді речовини збираються на зовнішній поверхні чаші, виготовленої з неіржавкої сталі, а освітлена вода виштовхується через верхню частину чаші. Ця центрифужна чаша може бути легко покрита PTFE та/або бути використана з PTFE внутрішньою обшивкою для зменшення контамінування та полегшення очищення. Нестача достатніх гравітаційних сил для ефективного охоплення мулисто-глинистих частинок [15] буде впливати на менші частини чаші з вузьким діаметром.

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 5667-1:1980, Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes
- 2 ISO 5667-2:1991, Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques
- 3 ISO 5667-3:1994, Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples
- 4 ISO 5667-4:1987, Water quality— Sampling — Part 4: Guidance on sampling from lakes, natural and man-made
- 5 ISO 5667-6:1990, Water quality — Sampling — Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams
- 6 ISO 5667-14:1998, Water quality — Sampling — Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling
- 7 ISO 6107-2:1997, Water quality — Vocabulary
- 8 ISO 11923:1997, Water quality — Determination of suspended solids by filtration through glass-fibre filters
- 9 Meade, R.H. and Stevens, H.H. Jr. 1990 Strategies and equipment for sampling suspended sediment and associated toxic chemicals in large rivers — with emphasis on the Mississippi River. *Sci. Total Environ.*, 97/98: 125—135
- 10 Moody, J.A. and Troutman, B.M. 1992. Evaluation of the depth-integration method of measuring water discharge in large rivers. *J. Hydrol.*, 135: pp. 201—236
- 11 USGS, 1982. National Handbook of Recommended Methods for Water-Data Acquisition. Office of Water Data Coordination, U.S. Geological Survey, Reston, VA, USA.
- 12 Leenheer, J.A., Meade, R.H., Taylor, H.E., and Pereira, W.E. 1989. Sampling, fractionation, and dewatering of suspended sediment from the Mississippi River for geochemical and trace-contaminant analysis. In: G.E. Mallard and S.E. Ragone, (eds.), U.S. Geological Survey Toxic Substances Technical Meeting, Phoenix, Arizona: U.S. Geological Survey Water-Resources Investigations Report 88-4220, pp. 501—511

- 13 Droppo, I.G. and Ongley, E.D. 1994. Flocculation of suspended sediment in rivers of southeastern Canada. *Water Res.*, 28(8): 1799—1809
- 14 Ongley, E.D. and Blachford, D. 1982. Applications of continuous-flow centrifugation to contaminant analysis of suspended sediment in fluvial systems, *Environ. Technol. Lett.*, 3: 219-228
- 15 Rees, T.F., Leenheer, J.A., and Ranville, J.F. 1991. Use of a single-bowl continuous-flow centrifuge for dewatering suspended sediments: effect on sediment physical and chemical characteristics. *Hydrol. Process.*, 5: 201—214
- 16 Horowitz, A.J., Elrick, K.A. and Hooper, R.C. 1989. A comparison of instrumental dewatering methods for the separation and concentration of suspended sediment for subsequent trace element analysis. *Hydrol. Process.*, 2: 163—184
- 17 Horowitz, A.J. 1995. The use of suspended sediment and associated trace elements in water quality studies. IAHS Special Publication No. 4, IAHS Press, Institute of Hydrology, Wallingford, Oxfordshire, UK
- 18 Ongley, E.D., Yuzyk, T.R. and Krishnappan, B.G. 1990. Vertical and lateral distribution of fine-grained particulates in prairie and Cordilleran rivers: Sampling implications for water quality programmes. *Water Res.*, 24:303—312
- 19 Horowitz, A.J., Rinella, F.A., Lamothe, P., Miller, T.L., Edwards, T.K., Roche, R.L and Rickert, R.L. 1990. Variations in suspended sediment and associated trace element concentrations in selected riverine cross sections. *Environ. Sci. Technol.*, 24: 1313—1320
- 20 Ongley, E.D. and Thomas, R.L. 1989. Dewatering suspended solids by continuous-flow centrifugation: Practical considerations. *Hydrol. Process.*, 3: 255—260
- 21 Moody, J.A. and Meade, R.H. 1994. Evaluation of the method of collecting suspended sediment from large rivers by discharge-weighted pumping and separation by continuous-flow centrifugation. *Hydrol. Process.*, 8: 513—530
- 22 Ongley, E.D., 1993. Pollutant loadings: Accuracy criteria for river basin management and water quality assessment. *Water Res. Devel.*, 9: 39—50
- 23 Droppo, I.G. and Jaskot, C. 1995. Impact of River Transport Characteristics on Contaminant Sampling Error and Design. *Environ. Sci. Technol.*, 29: 161—170
- 24 Ongley, E.D., Bynoe, M.C. and Percival, J.B. 1981. Physical and geochemical characteristics of suspended solids, Wilton Creek, Ontario. *Can. J. of Earth Sci.*, 18, 1365—1379
- 25 Horowitz, A.J. 1991. A Primer on Sediment-Trace Element Chemistry, 2nd edn. Lewis Publishers, Inc., Chelsea, MM., p. 136
- 26 Karickhoff, S.W. 1981. Semi-empirical estimation of sorption of hydrophobic pollutants on natural sediments and soils. *Chemosphere*, 10: 833—846
- 27 Droppo, I.G., Krishnappan, B.G. and Ongley, E.D. 1992. Concentrating suspended sediment samples by filtration: Effect on primary grain-size distribution. *Environ. Sci. Technol.*, 26: 1655—1658
- 28 Droppo, I.G., Krishnappan, B.G., Rao, S.S. and Ongley, E.D. 1995. Investigation of a sequential filtration technique for particle fractionation. *Environ. Sci. Technol.*, 29 (2): 546—550
- 29 Horowitz, A.J., Lum, K.R., Garbarion, J.R., Hall, G.E.M., Lemieux, C. and Demas, C.R. 1996. The effect of membrane filtration on dissolved trace element concentrations. *Water, Air, Soil Pollut.*, 90: 281—294
- 30 Horowitz, A.J., Lum, K.R., Lemieux, D., Garbarion, J.R., Hall, G.E.M., and Demas, C.R. 1996. Problems associated with using filtration to define dissolved trace element concentrations in natural water samples. *Environ. Sci. Technol.* 30: 954—963
- 31 Hall, G.E.M., Bonham-Carter, G.F., Horowitz, A.J., Lum, K., Lemieux, C., Quemerais, B. and Garbarino, J.R. 1996. The effect of using different 0,45 μ m filter membranes on 'dissolved' element concentrations in natural waters. *Appl. Geochem.*, 11: 243—249
- 32 Chang, J.S., Tsai, L.J. and Vigneswaran, S. 1996. Experimental investigation of the effect of particle size distribution of suspended particles on microfiltration. *Water Sci. Tech.*, 34: 133—140
- 33 Ongley, E.D., Birkholz, D.A., Carey, J. and Samoiloff, M.R. 1988. Is water a relevant sampling medium for toxic chemicals: An alternative toxic chemical sensing strategy. *J. Environ. Qual.*, 17, 391—401.

Код УКНД 13.060.45

Ключові слова: вода, відбирання проб, завислі відкладення, проба, якість.

Редактор **С. Мельниченко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **О. Опанасенко**
Верстальник **Т. Шишкіна**

Підписано до друку 24.02.2011. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Обл.-вид. арк. 1,37. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006, серія ДК, № 1647