

---

---

**Качество воды. Отбор проб.  
Часть 13.  
Руководство по отбору проб шлама**

*Water quality — Sampling —*

*Part 13: Guidance on sampling of sludge*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5667-13:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94671e56-774d-4ca9-a55f-d842f4969b59/iso-5667-13-2011>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 5667-13:2011(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5667-13:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94671e56-774d-4ca9-a55f-d842f4969b59/iso-5667-13-2011>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2011

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	vi
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	2
4 Разработка плана отбора проб .....	4
4.1 Цели отбора проб .....	4
4.2 Оценка изменчивости .....	4
5 Оборудование для отбора проб и контейнеры .....	5
5.1 Общие положения .....	5
5.2 Оборудование для отбора проб .....	5
5.3 Контейнеры и сохранение проб .....	5
6 Процедура отбора проб .....	6
6.1 Режим отбора проб .....	6
6.2 Параллельный отбор проб .....	8
6.3 Методология .....	8
6.4 Гомогенизация проб и приготовление подпроб для шламовых кеков (разделение на четыре части) .....	12
7 Хранение проб .....	14
7.1 Общие положения .....	14
7.2 Хранение .....	14
8 Безопасность .....	14
9 Эtiquетирование и составление протокола .....	15
Приложение А (информативное) Помощь для выбора оборудования .....	16
Приложение В (информативное) Вакуумные пробоотборники .....	20
Приложение С (информативное) Устройство для отбора проб из труб под давлением .....	22
Приложение D (информативное) Минимальное количество проб в составной пробе. Пример вычислений .....	24
Библиография .....	26

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

ISO 5667-13 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом 6, *Отбор проб (общие методы)*.

Это второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 5667-13:1997), которое было технически пересмотрено.

ISO 5667 состоит из следующих частей под общим названием *Качество воды. Отбор проб*:

- *Часть 1. Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методикам отбора проб*
- *Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды*
- *Часть 4. Руководство по отбору проб из естественных и искусственных озер*
- *Часть 5. Руководство по отбору проб питьевой воды из очистных сооружений и трубопроводных распределительных систем*
- *Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и потоков*
- *Часть 7. Руководство по отбору проб воды и пара из котельных установок*
- *Часть 8. Руководство по отбору проб влажных осадений*
- *Часть 9. Руководство по отбору проб морской воды*
- *Часть 10. Руководство по отбору проб из сточных вод*
- *Часть 11. Руководство по отбору проб грунтовых вод*
- *Часть 12. Руководство по отбору проб из донных отложений*

- Часть 13. Руководство по отбору проб шлама
- Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращении с ними
- Часть 15. Руководство по консервированию и обработке проб осадка и отложений
- Часть 16. Руководство по биотестированию проб
- Часть 17. Руководство по отбору валовых проб взвешенных твердых частиц
- Часть 19. Руководство по отбору проб в морских отложениях
- Часть 20. Руководство по использованию данных об образцах для принятия решения. Соответствие с пороговыми и классификационными системами
- Часть 21. Руководство по отбору проб питьевой воды, распределяемой цистернами или другими средствами, кроме водопроводных труб
- Часть 22. Руководство по проектированию и размещению мест для отбора проб грунтовых вод
- Часть 23. Руководство по пассивному отбору проб из поверхностных вод

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 5667-13:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94671e56-774d-4ca9-a55f-d842f4969b59/iso-5667-13-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94671e56-774d-4ca9-a55f-d842f4969b59/iso-5667-13-2011>

## Введение

Эту часть ISO 5667 следует читать вместе с ISO 5667-1 и ISO 5667-15. Используемая общая терминология соответствует различным частям ISO 6107.

Отбор проб и определение физических и химических свойств шлама и аналогичных частиц обычно проводят для конкретных целей. Известные методы отбора проб годятся для общего использования, но это не исключает возможности их модификации по какой-либо особой причине, известной специалисту по анализу, получающему пробы, или по какой-либо рабочей причине, диктующей необходимость в отборе проб. Персонал по отбору проб должен хорошо ознакомиться с требованиями безопасности перед началом работы.

Использование эффективного метода отбора проб является весьма существенным для получения достоверного результата последующего анализа. Важно, чтобы персонал, принимающий и анализирующий пробу, хорошо понимал характер и цель требуемого анализа перед выполнением любой рабочей программы. Повсеместное сотрудничество с анализирующей лабораторией обеспечивает применение наиболее эффективной программы отбора проб. Например, метод, использующий технологию сохранности проб, способствует точному определению результатов.

Эта часть ISO 5667 распространяется на отбор проб для разных целей, часть которых состоит в следующем:

- a) обеспечивать данные для работы станций аэрации сточных вод;
- b) обеспечивать данные для работы станций по обработке шлама сточных вод;
- c) определять концентрацию загрязнителей в шламе сточных вод для захоронения его на свалках;
- d) проверять, нарушены ли пределы допустимых веществ при использовании шлама в сельском хозяйстве;
- e) обеспечивать информацию об управлении процессом очистки питьевой и сточной воды, включая:
  - 1) добавление или удаление твердых частиц,
  - 2) добавление или удаление жидкости;
- f) обеспечивать информацию по законодательным аспектам относительно утилизации шлама сточных вод и водоочистных работ;
- g) способствовать проведению специальных исследований по эффективности нового оборудования и технологических процессов;
- h) оптимизировать расходы, например, по транспортировке шлама для обработки или утилизации.

При разработке программы важно иметь в виду цели изучения, так чтобы полученная информация соответствовала поставленным требованиям. Кроме того данные не должны быть искажены использованием неподходящих технологий, например несоответствующими температурами хранения или нетипичными частями очистных установок.

# Качество воды. Отбор проб.

## Часть 13.

### Руководство по отбору проб шлама

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть знакомы с нормальной лабораторной практикой. В настоящем международном стандарте не предусматривается рассмотрение всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Пользователь сам должен установить надлежащие нормативы по технике безопасности и защите здоровья и обеспечить их соответствие условиям национального регулирования.

#### 1 Область применения

В настоящей части ISO 5667 дается руководство по отбору проб шлама со станций очистки сточных вод, водопроводных станций и из промышленных предприятий. Она распространяется на все типы шлама, возникающего при этих работах, а также на шлам с аналогичными характеристиками, например осадок из септического отстойника. Дается также руководство по разработке программ и методов для отбора проб.

#### 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методикам отбора проб*

ISO 5667-10:1992, *Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору проб из сточных вод*

ISO 5667-12, *Качество воды. Отбор проб. Часть 12. Руководство по отбору проб из донных отложений*

ISO 5667-14, *Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращении с ними*

ISO 5667-15:2009, *Качество воды. Отбор проб. Часть 15. Руководство по консервированию и обработке проб осадка и отложений*

ISO 6107 (все части), *Качество воды. Словарь*

ISO/TR 8363, *Измерение потока жидкости в открытых каналах. Общие руководящие указания для выбора метода*

ISO 18283, *Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб*

### 3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются термины и определения, данные в ISO 6107-2, и нижеследующие.

**3.1**  
**партия**  
**batch**  
единица продукции, произведенной на одной установке с использованием однородных параметров производства — или совокупность таких единиц, хранящихся вместе, — и которая может быть идентифицирована в целях возврата и повторной обработки или утилизации, если испытания покажут такую необходимость

**3.2**  
**составная проба**  
**composite sample**  
две или более проб или подпроб, смешиваемых вместе в подходящих пропорциях (дискретно или непрерывно), на основе которых может быть получено усредненное значение с требуемыми характеристиками

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Пропорции обычно основаны на измерениях времени или расхода.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Адаптировано из ISO 6107-2:2006, 29.

**3.3**  
**критическая контрольная точка**  
**critical control point**  
точка, стадия или процедура, в которой можно применить управление и которая существенна для предотвращения или устранения опасности или уменьшения ее до приемлемого уровня

**3.4**  
**напор водозабора**  
**draw-off head**  
высота шлама над точкой отбора, обеспечивающая гидравлическое давление, достаточное для извлечения шлама, когда извлечение зависит от гравитационного течения

**3.5**  
**отбор проб, зависящий от потока**  
**flow-related sampling**  
отбор проб с переменными временными интервалами, которые регулируются потоком материала

ПРИМЕЧАНИЕ “Потокозависящий отбор” обычно применяется для жидкого шлама; дальнейшие указания см. в ISO 5667-10.

**3.6**  
**черпаковая проба**  
**grab sample**  
разовая проба, взятая произвольно (относительно времени и/или места) из массы шлама

ПРИМЕЧАНИЕ Адаптировано из ISO 6107-2:2006, 128.

**3.7**  
**куча**  
**heap**  
груды обезвоженного шлама приблизительно одинаковых размеров



**3.8****жидкий шлам****liquid sludge**

шлам, текущий под действием гравитации или давления ниже определенного порога

[CEN/TR 15463:2007<sup>[7]</sup>]

**3.9****штабель****long pile**

груды обезвоженного шлама с длиной больше ширины

**3.10****открытый канал****open channel**

труба или трубопровод, где на поверхность жидкости действует атмосферное давление

**3.11****пропорциональный отбор проб****proportional sampling**

метод для получения пробы из текучего шлама, в котором частота сбора (в случае дискретного отбора проб) или скорость течения пробы (в случае непрерывного отбора проб) прямо пропорциональна скорости течения отбираемого шлама

[ISO 6107-2:2006, 91]

**3.12****точка контроля качества****quality control point**

точка, стадия или процедура, когда можно применить управление и которая является важной или даже критической для приемлемого качества, но не обязательно является такой для безопасности

**3.13****эффективность отбора проб****sampling performance**

прецизионность отбора проб, оцениваемая методами контроля качества, например повторным отбором проб, полевыми холостыми испытаниями, полевыми контрольными средствами, сравнениями между пробоотборниками и отбором проб на контрольных станциях

**3.14****шлам****sludge**

смесь воды и твердых частиц, отделяемая от различных типов воды в результате естественных или искусственных процессов

ПРИМЕЧАНИЕ Адаптировано ISO 6107-1:2004, 67.

**3.15****шламовый кек****sludge cake**

сгущенный шлам, образованный в обезвоживающих устройствах

ПРИМЕР Фильтр-пресс, центрифуга.

[EN 1085:2007<sup>[5]</sup>, 9490]

**3.16****статическая лента****static belt**

стационарный конвейер, в котором материал передается по ленте

### 3.17

**шламовые запасы**

**stockpile**

хранение обработанного шлама до утилизации или захоронения

## 4 Разработка плана отбора проб

### 4.1 Цели отбора проб

Постановка целей программы отбора проб является важным моментом для определения типа и качества информации, которая должна быть получена в результате этого отбора.

Тип предпринимаемого отбора проб зависит от того, является ли целью программы отбора проб мониторинг для управления процессом или мониторинг качества сточных вод после очистки. Как правило, программа отбора проб нацелена на критические контрольные точки и точки контроля качества вместе с оснащением процесса контрольно-измерительной аппаратурой. Для консультации относительно деталей анализа рисков и критической точки контроля рекомендуется обращаться к CEN/TR 13097, где представлен метод для идентификации критических контрольных точек и точек контроля качества.

Программа отбора проб может включать:

- мониторинг притока;
- мониторинг процесса;
- мониторинг оттока;
- контроль и испытание оборудования.

### 4.2 Оценка изменчивости

Изменчивость во времени и пространстве, вероятно, является самым значительным аспектом, который должен рассматриваться при разработке планов отбора проб. Изменчивость определяет количество участков, количество реплик и частоту сбора проб. В результате высокой изменчивости окружающей среды или промышленных сбросов в сочетании с неудовлетворительным планом отбора проб или слишком небольшим количеством проб могут быть получены слишком изменчивые данные, чтобы определить последствия, нарушения или тренд. Локальная неоднородность, дисперсия выборки и аналитическая дисперсия могут быть оценены и исследованы в соответствии с требованиями к качеству данных (т.е. методом в Ссылке [8]).

Примеры изменчивости сточных вод, обусловленной изменчивостью процесса, включают:

- суточную и недельную изменчивость: конкретные процессы, например плановая очистка, могут всегда происходить в один и тот же день недели, приводя к соответствующей модели для изменчивости качества сброса;
- сезонную изменчивость: в населенных пунктах с большими изменениями сезонных нагрузок, например в курортных зонах или регионах, занятых обработкой пищевых продуктов (рыба, фрукты или овощи), характеристики осадка сточных вод могут меняться в течение года;
- событийную изменчивость: приток (и отток) из установок по обработке сточных вод меняется после выпадения осадков из-за инфильтрации и втекания в канализационную систему, что приводит к разбавлению концентрации, но также к увеличению объема сточных вод.

Учет оценки изменчивости процесса при разработке плана мониторинга зависит от цели мониторинга, которая может состоять, например, в определении максимальных концентраций загрязнителя, изменчивости сброса или средней концентрации.

## 5 Оборудование для отбора проб и контейнеры

### 5.1 Общие положения

Для отбора проб шлама из фиксированных мест может потребоваться монтаж постоянного оборудования, даже если оно является только дополнительной трубой и вентилем к обрабатываемой установке. Важным требованием является обеспечение регулярной очистки такого оборудования и отсутствие коррозии. Кроме того необходимо оценить потенциальную возможность оборудования для воздействия на любые результаты испытания. Вообще, лаборатория, которая занимается исследованием шлама, должна получить соответствующие консультации перед установкой любого стационарного оборудования или при выполнении нового плана отбора проб.

### 5.2 Оборудование для отбора проб

В целом оборудование для отбора проб шлама наиболее практично, если оно является простым по конструкции и изготовлению, насколько это возможно. Физические свойства шлама зависят от его типа и содержания твердых частиц. Руководство по выбору пробоотборного оборудования для различных ситуаций представлено в Приложении А. В Приложениях В и С даются конкретные примеры оборудования для жидкого шлама в конкретных обстоятельствах. Пробоотборное оборудование должно быть прочным и не подвергаться каким-либо загрязняющим воздействиям; оборудование должно быть чистым и коррозионностойким.

Составные пробы жидкостей, отбираемые как пропорциональные пробы соответственно времени или расходу, часто собирают автоматической пробоотборной установкой, запрограммированной на сбор индивидуальных проб жидкости с заданными интервалами. Обычно пробоотборная установка автоматически прочищает соединительный патрубок и трубку пробоотборника перед сбором пробы.

### 5.3 Контейнеры и сохранение проб

Контейнеры для проб следует выбирать с необходимой тщательностью. Конкретные руководящие указания по контейнерам и сохранению проб даны в ISO 5667-15, и во всех случаях следует консультироваться со специалистом по анализу.

Пробы для определения общей влаги следует собирать и хранить в контейнерах, которые должны быть водонепроницаемыми для предотвращения протекания или попадания влаги и воздухонепроницаемыми для уменьшения потери влаги при испарении. Контейнеры для хранения проб следует всегда защищать от прямого источника тепла, включая солнечные лучи, и возвращать в лабораторию для холодильного хранения и/или быстрого анализа, чтобы уменьшить риск скопления газа в контейнерах.

Двойные полиэтиленовые мешки можно использовать для проб шламового кека, за исключение образцов, подлежащих анализу на следовые органические материалы. Полиэтиленовые, полипропиленовые, поликарбонатные и стеклянные контейнеры являются удовлетворительными с точки зрения химической стабильности при отборе проб шлама. Однако следует соблюдать меры предосторожности, поскольку в контейнерах может подняться давление из-за образования газа в шламе сточной воды и могут возникнуть взрывоопасные ситуации. Особая осторожность требуется при использовании стеклянных контейнеров, чтобы предотвратить повышение газового давления и свести к минимуму разбрасывание фрагментов в случае взрыва. Дополнительные указания по решению этой проблемы даны в Разделе 8. Некоторые изготовители предлагают для стеклянных контейнеров саморегулируемые крышки для выравнивания давления. Дополнительные указания по безопасности даны в ISO 5667-15.

Стеклянные контейнеры следует использовать, когда нужно определить органические составляющие, например пестициды, тогда как полиэтиленовые контейнеры предпочтительны для параметров пробоотбора, представляющих общий интерес, например pH и сухое вещество. Возможно, что полиэтиленовые контейнеры не подойдут для сбора проб, которые будут анализироваться на содержание следов металлов, например ртути. Эти контейнеры следует использовать только в том случае, если предварительные испытания показали допустимые уровни помех.

Проникновение состаренного материала из мертвой зоны пробоотборных линий может также вызвать загрязнение из-за коррозии (см. 6.3.4) и окажется серьезным потенциальным источником погрешности, если не будет устранено

Контейнеры для проб следует делать из материала, подходящего для сохранения природных свойств и пробы и загрязнителей в ожидаемом диапазоне. Руководящие указания по типу контейнера, подходящего для использования, и рекомендации по приготовлению контейнеров см. в ISO 5667-15.

## 6 Процедура отбора проб

### 6.1 Режим отбора проб

#### 6.1.1 Общие положения

Наиболее подходящий метод отбора проб в любой ситуации зависит от нескольких факторов:

- a) доступа персонала к месту отбора проб;
- b) практичности монтажа и обслуживания автоматического оборудования, если применяется;
- c) практической возможности безопасного прерывания потока жидкого шлама или кека при ручном отборе проб;
- d) характера проектирования камеры или отстойника относительно стратификации жидкого шлама.

При выборе местоположения пробоотборного участка для стационарной установки следует учитывать безопасность участка, практичность сбора пробы и репрезентативность собранных проб.

Если шлам проходит в доступном потоке, следует рассматривать и непрерывный и периодический отбор проб. Чем больше отбирается проб, тем выше уверенность в репрезентативности шламовой пробы. Дополнительную информацию см. в ISO 5667-1 и ISO 5667-14. Может потребоваться оценка репрезентативности твердого шлама. См. В ISO 18283 руководство по статистической оценке объемных грузов твердых материалов. Если собрана нерепрезентативная проба, аналитические данные нужно интерпретировать с осторожностью.

Тем не менее часто требуется брать ежедневные или сменные пробы в целях контроля, поскольку определения партий и периодов меняются от установки к установке. По всей вероятности, непрерывный отбор проб наиболее осуществим, когда операция пробоотбора может выполняться автоматически из выгрузки стационарного конвейера. Периодический отбор проб больше подходит для ручной операции из вагона или цистерны.

#### 6.1.2 Тип пробы

Основные типы пробы, которые могут потребоваться:

- a) составная проба, которая может быть образована из непрерывных или разовых проб из шламовых запасов, из проб жидкого шлама и кека;
- b) черпаковая проба, которая отбирается произвольно из жидкости, из конвейерного кека или из точки отбора в шламовом запасе. Усовершенствованием этого метода является запрограммированная последовательность черпаковых проб, анализируемых по отдельности, которые могут быть жидкими пробами или в виде кека,.

#### 6.1.3 Отбор проб, контролируемый по времени

Пробы с критерием по времени могут быть запрограммированной последовательностью черпаковых проб, которые будут анализироваться по отдельности или объединяться в составную пробу.