
Качество воды. Отбор проб.

Часть 14.

**Руководство по обеспечению и
контролю качества при отборе проб и
обработке проб природных вод**

Water quality — Sampling —

*Part 14: Guidance on quality assurance and quality control of
environmental water sampling and handling*

ISO 5667-14:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6952e290-f2b2-413d-a57c-38eb443ea3f3/iso-5667-14-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 5667-14:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5667-14:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6952e290-f2b2-413d-a57c-38eb443ea3f3/iso-5667-14-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	vi
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения.....	1
4 Источники погрешности при отборе проб	5
5 Качество отбора проб	6
5.1 Общие вопросы	6
5.2 Требования к оборудованию и персоналу	7
5.3 Инструкция по отбору проб	7
5.4 Обучение персонала для отбора проб.....	8
6 Стратегия и организация.....	9
6.1 Время, продолжительность и частота отбора проб.....	9
6.2 Места для отбора проб.....	9
7 Отбор проб и обращение с пробами.....	9
7.1 Проверка оборудования и транспортных средств перед выполнением программы по отбору проб.....	9
7.2 Подготовка к отбору проб на месте	10
7.3 Полевые измерения	11
7.4 Взятие проб.....	11
8 Идентификация пробы	14
9 Протокол отбора проб в полевых условиях.....	14
10 Транспортировка и хранение проб	15
11 Методы контроля качества отбора проб	15
11.1 Общие вопросы	15
11.2 Дублированные пробы для контроля качества	17
11.3 Холостые пробы, отбираемые в полевых условиях	18
11.4 Промывка оборудования (пробоотборные контейнеры)	19
11.5 Восстановление фильтрацией.....	20
11.6 Метод 1. Обогащенные пробы	23
11.7 Метод 2. Обогащенные природные пробы	25
12 Анализ и интерпретация данных контроля качества	26
12.1 Контрольные карты Шухарта.....	26
12.2 Построение дублированных контрольных карт.....	26
13 Независимые аудиты	26
Приложение А (информативное) Типичные источники погрешности пробоотбора^[7].....	28
Приложение В (информативное) Контрольные карты	30
Приложение С (информативное) Отбор подпроб с использованием гомогенизатора	34
Библиография.....	37

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. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки этого документа и для его дальнейшего ведения, описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности, следует отметить различные критерии, необходимые для одобрения различных типов документов ISO. Настоящий документ был подготовлен в соответствии с редакционными правилами, указанными в Части 2 Директив ISO/IEC (см. www.iso.org/directives).

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. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении и/или в списке патентных заявок, полученных ISO (см. www.iso.org/patents).

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Объяснение значения специфических терминов ISO и выражений, относящихся к оценке соответствия, а также информацию о строгом соблюдении ISO принципов WTO относительно Технических барьеров в торговле (TBT) см. по URL: [Foreword - Supplementary information](#) (Предисловие – Дополнительная информация)

ISO 5667 был разработан Техническим Комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 6, *Отбор проб*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 5667-14:2005), которое было технически пересмотрено.

ISO 5667 состоит из следующих частей под общим заглавием *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. Рекомендации по отбору проб шлама сточных вод и на сооружениях водоочистки
- 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 18. Руководство по отбору проб подземных вод на загрязненных участках
- 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. Определение значительных загрязнений в поверхностных водах методом пассивного отбора проб

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6952e290-f2b2-413d-a57c-38eb443ea3f3/iso-5667-14-2014>

Введение

Отбор проб является первым шагом при проведении химических, физических и биологических испытаний. Следовательно, целью отбора проб является получение представительной пробы для требуемого анализа и её правильная отправка в лабораторию. Ошибки, полученные из-за неправильно проведенных отбора проб, предварительной обработки, транспортировки и хранения, не могут быть исправлены.

В настоящей части ISO 5667 устанавливаются процедуры обеспечения качества и контроля качества и даются дополнительные руководящие указания по отбору проб разных типов воды, рассматриваемых в соответствующих частях ISO 5667.

Процедуры контроля качества необходимы для сбора проб природных вод по следующим причинам:

- a) отслеживать эффективность методов отбора проб;
- b) демонстрировать, что разные стадии процесса отбора проб надлежащим образом контролируются и соответствуют назначенной цели, включая адекватный контроль над источниками погрешностей, такими как загрязнение пробы, потеря определяемых компонентов и неустойчивость пробы. Для достижения этих целей процедуры контроля качества должны обеспечивать средство обнаружения погрешностей при отборе проб и, следовательно, средство отбраковки недостоверных или дезориентирующих данных, получаемых в процессе отбора проб;
- c) измерять и контролировать источники погрешности, которые возникают при отборе проб. Такое измерение служит руководством к определению значимости выборки для общей точности данных; и
- d) получать информацию о соответственно сокращенных процедурах по обеспечению качества, которые можно использовать для быстрых операций по отбору проб, например информацию о случаях загрязнения или об исследовании грунтовых вод.

Эта часть ISO 5667 является одной из серии международных стандартов по отбору проб воды. Её следует читать вместе с другими частями ISO 5667 и, в частности, с частями 1 и 3.

Общая терминология соответствует терминологии, которая была опубликована.

Качество воды. Отбор проб.

Часть 14.

Руководство по обеспечению и контролю качества при отборе проб и обработке проб природных вод

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо рассмотреть и свести к минимуму любые риски и соблюдать правила безопасности. См. в ISO 5667-1 конкретные меры предосторожности, включая отбор проб с судов и из воды, покрытой льдом.

1 Область применения

В настоящей части ISO 5667 дается руководство по выбору и использованию различных методов обеспечения качества и контроля качества для ручного отбора проб поверхностной, питьевой, сточной и грунтовой воды.

ПРИМЕЧАНИЕ Общие принципы, изложенные в этой части ISO 5667, могут в некоторых обстоятельствах применяться для сбора проб шлам и отложений.

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 5667-1:2006, *Качество воды — Отбор проб — Часть 1: Руководство по составлению программ и методикам отбора проб*

ISO 5667-3, *Качество воды — Отбор проб — Часть 3: Руководство по хранению и обращению с пробами воды*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

точность ассигасу

близость между результатом испытания или измерения и истинным значением

Примечание 1 к записи: На практике истинное значение заменяется принятым опорным значением.

Примечание 2 к записи: Термин точность, применяемый для оценки полученных результатов испытания или измерения, включает совокупность случайных составляющих и обычной систематической погрешности или составляющей смещения.

Примечание 3 к записи: Точность относится к совокупности правильности и прецизионности.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 3.3.1]

3.2

смещение

bias

разность между ожиданием результата испытания или измерения и истинным значением

Примечание 1 к записи: Смещение является суммарной систематической погрешностью в противоположность случайной погрешности. Одна или более составляющих систематической погрешности могут вносить вклад в смещение. Чем больше систематическое расхождение с истинным значением, тем выше значение смещения.

Примечание 2 к записи: Смещение обычно оценивается как усреднение погрешности показания для соответствующего числа повторных измерений. Погрешность показания: это "показание измерительного прибора минус истинное значение соответствующей входной величины".

Примечание 3 к записи: На практике истинное значение заменяется принятым опорным значением.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 3.3.2]

3.3

прецизионность

precision

близость между независимыми результатами испытания/измерения, полученными в заданных условиях

Примечание 1 к записи: Прецизионность зависит только от распределения случайных погрешностей и не связана с истинным значением заданной величины.

Примечание 2 к записи: Меру прецизионности обычно выражают посредством непрецизионности и вычисляют как стандартное отклонение результатов испытания или результатов измерения. Чем больше стандартное отклонение, тем меньше прецизионность.

Примечание 3 к записи: Количественные показатели прецизионности критически зависят от заданных условий. Условия повторяемости и условия воспроизводимости являются специальными совокупностями предельных заданных условий.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 3.3.4]

3.4

репрезентативность

представительность

representativeness

степень, в которой состояние всех проб, собранных из водоема, отражает состояния соответствующей воды

3.5

холостое значение

blank

наблюдаемая величина, получаемая при измерении пробы, идентичной анализируемой пробе, но в которой отсутствует определяемое вещество

Примечание к записи 1: Деионизированная вода; дистиллированная вода может быть использована в качестве холостых проб, которые приготавливают в лаборатории перед отбором проб.

3.6

холостая проба для полевых испытаний

field blank

контейнер, приготовленный в лаборатории с использованием реактивной воды или другой холостой матрицы и отправленный с персоналом по отбору проб в поле для воздействия окружающей среды пробоотбора, чтобы проверить возможное загрязнение во время отбора проб

[ИСТОЧНИК: ISO 11074:2005, 4.5.3]

3.7**контрольная добавка****spike**

известное количество определяемого вещества, которое добавляют к пробе обычно в целях оценки систематической погрешности аналитической системы посредством реакции восстановления

3.8**восстановление****recovery**

степень, в которой известное добавленное количество определяемого вещества в пробе может быть измерено посредством аналитической системы

Примечание 1 к записи: Восстановление вычисляют из разности между результатами, полученными для обогащенной (3.7) и необогащенной аликвот пробы, и обычно выражают в процентном отношении.

3.9**контрольная карта****control chart**

график, на который наносится статистический критерий для ряда проб в определенном порядке для регулирования процесса относительно этого критерия и для контроля и уменьшения вариаций

Примечание 1 к записи: Определенный порядок основан на времени или количестве проб.

Примечание 2 к записи: Контрольная карта функционирует наиболее эффективно, когда критерием является регулируемый параметр процесса, который коррелирован с характеристикой конечного продукта или услуги.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 2.3.1]

3.10**контрольная карта Шухарта****Shewhart control chart**

Контрольная карта с пределами Шухарта, предназначенная главным образом для установления различия между вариацией графического критерия по случайным причинам и вариацией, вызванной неслучайными причинами

Примечание 1 к записи: Это может быть график, использующий атрибуты (например, несоответствие соотношения) для оценивания процесса, или график, использующий переменные (например, среднее и диапазон) для оценивания процесса. Примеры:

- a) контрольная карта для средних — выборочные средние значения наносятся на график, чтобы контролировать среднее значение переменных;
- b) карта диапазона — размах выборки откладывается на графике, для того чтобы контролировать изменчивость переменной;
- c) карта выборочного стандартного отклонения — выборочные стандартные отклонения наносятся на график, для того чтобы контролировать изменчивость переменной;
- d) карта дисперсии — выборочные дисперсии наносятся на график, для того чтобы контролировать изменчивость переменной;
- e) счетная карта — количество дефектов (на партию, в день, на машину и т.д.) наносится на график.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 2.3.2, с изменением — Добавлено Примечание 1 к записи.]

3.11**границы регулирования****action limits**

контрольные границы, между которыми находится рассматриваемая статистическая характеристика с очень высокой вероятностью, когда процесс подлежит статистическому контролю

Примечание 1 к записи: Контрольные линии проводятся на графике для представления границ регулирования.

Примечание 2 к записи: Когда графический критерий лежит вне границы регулирования, предпринимается соответствующее корректирующее действие по процессу.

Примечание 3 к записи: Эти границы основаны на допущении, что только 0,3 % нормально распределенных результатов будут вне этих границ. Такое местонахождение явно показывает, что, возможно, имеются дополнительные выявляемые причины вариации и может потребоваться действие для их идентификации и уменьшения.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 2.4.4, с изменением — Добавлено Примечание 3 к записи.]

3.12 предупредительные границы warning limits

контрольные границы, между которыми находится рассматриваемая статистическая характеристика с очень высокой вероятностью, когда процесс подлежит статистическому контролю

Примечание 1 к записи: Контрольные линии проводятся на графике для представления предупредительных границ.

Примечание 2 к записи: Когда значение графического статистического критерия лежит вне предупредительных границ, но в пределах границ регулирования (3.11), обычно требуется повышение контроля над процессом согласно предварительно заданным правилам.

Примечание 3 к записи: Эти границы вычисляются из стандартного отклонения рассматриваемого статистического критерия как минимум для 10 выборок. Контрольные границы для предупреждения и регулирования применяются к индивидуальным результатам выборки.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 2.4.3, с изменением — Добавлено Примечание 3 к записи.]

3.13 неопределенность uncertainty неопределенность измерения measurement uncertainty

неотрицательный параметр, характеризующий дисперсию количественных значений, приписываемых измеряемому параметру на основе используемой информации

[ИСТОЧНИК: ISO/IEC Guide 99:2007, 2.26, с изменением — Примечания к записи здесь не включены.]

3.14 истинное значение true value

значение, которое характеризует величину или количественную характеристику, определенную в идеальных условиях, существующих при рассмотрении этой величины или количественной характеристики

Примечание 1 к записи: Истинное значение величины или количественной характеристики является теоретическим понятием и, в общем, не может быть известно точно.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 3.2.5, с изменением — Примечание 2 к записи здесь не включено.]

3.15 принятое опорное значение accepted reference value

значение, которое служит в качестве согласованного репера для сравнения

Примечание 1 к записи: Принятое опорное значение получают как:

- a) теоретическое или установленное значение, основанное на научных принципах;

- b) приписываемое или аттестованное значение, основанное на экспериментальной работе какой-нибудь национальной или международной организации;
- c) согласованное или аттестованное значение, основанное на совместной экспериментальной работе под эгидой научной или технической группы;
- d) ожидание, т.е. среднее для определенной серии измерений, когда a), b) и c) отсутствуют.

[ИСТОЧНИК: ISO 3534-2:2006, 3.2.7]

4 Источники погрешности при отборе проб

Источники погрешности при отборе проб включают следующее:

a) Загрязнение

Загрязнение может быть вызвано материалами пробоотборного оборудования (контейнеры для отбора и содержания проб) в результате перекрестного загрязнения между пробами, консервации, неподходящего хранения и организации транспортировки проб.

b) Неустойчивость пробы

Тип используемых пробоотборных резервуаров и контейнеров может влиять на устойчивость определяемого вещества за период между отбором пробы и анализом из-за неустойчивости, присущей самой пробе, и условий, в которых пробы хранятся и транспортируются.

c) Неправильная консервация

Выбор резервуаров и контейнеров для отбора проб влияет на целостность определяемого вещества и на выбор имеющихся средств для консервации согласно ISO 5667-3.

d) Неправильный отбор проб

Отклонение от процедуры отбора проб или от применения процедуры как таковой может быть источником погрешности.

e) Отбор проб из негомогенизированных водоемов

f) Транспортировка пробы

На Рис. 1 представлены различные источники погрешности отбора проб: окружающие условия, персонал, материалы, методы, консервация и транспортировка. Дополнительные примеры обычных источников погрешности отбора проб приведены в Приложении А.

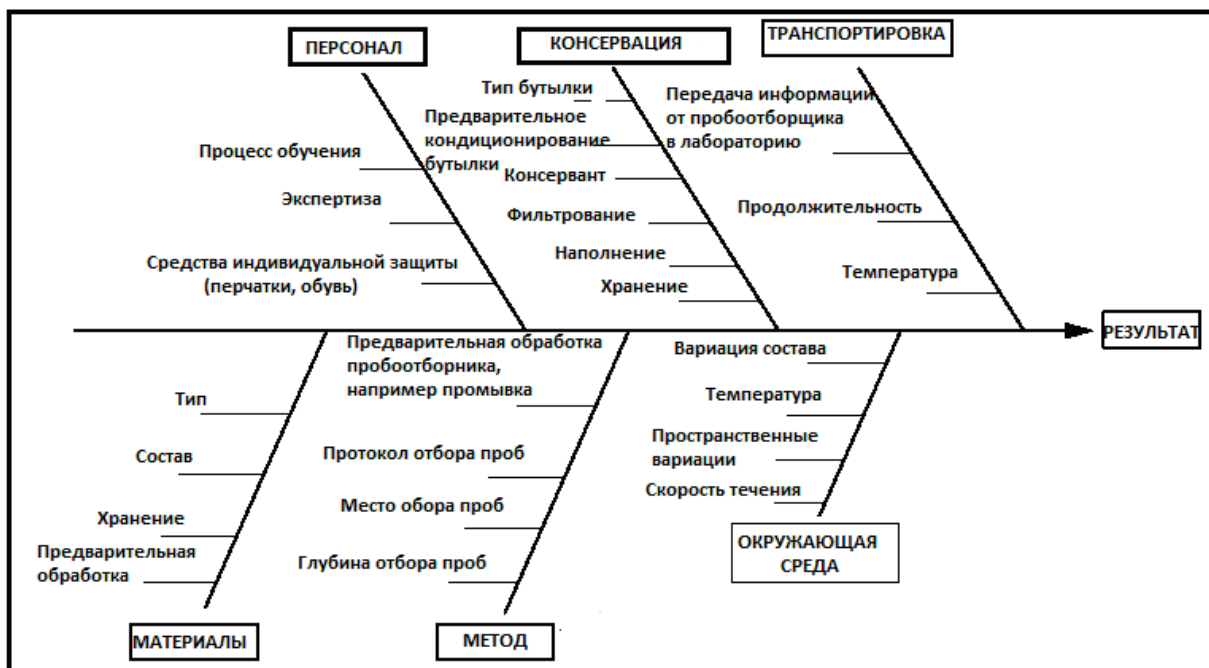


Рисунок 1 — Источники погрешности при отборе проб

5 Качество отбора проб

5.1 Общие вопросы

Программа обеспечения качества отбора проб должна устанавливаться для каждой серии пробоотбора таким образом, чтобы гарантировать надежность и научную достоверность данных, полученных по этим программам. Ошибки на любом этапе процедуры отбора проб могут привести к существенным погрешностям в полученных данных.

Лаборатории, в которых анализируются собранные пробы, имеют тщательно разработанные программы обеспечения качества и контроля качества (QA/QC) согласно требованиям национального регламента и в соответствии с ISO/IEC 17025. Однако такие лабораторные программы QA/QC не могут заменить детально разработанных программ качества отбора проб, требуемых для сбора и обработки проб до их отправки в лабораторию для анализа.

Программы качества отбора проб включают все шаги, предпринимаемые для обеспечения валидных результатов. Программы качества отбора проб имеют документированное подтверждение относительно компетентности и хорошей подготовки персонала, относительно применения подходящих методов отбора и обработки проб, технического обслуживания и калибровки оборудования, относительно соблюдения правил и инструкций и полноты и надежности записей. Важно, чтобы была принята программа гарантии качества и контроля качества, которая будет эффективной для описания и уменьшения погрешностей. В зависимости от цели (например, контролирование любого загрязнения пробы в различных точках в процедуре отбора проб и идентификация потенциальных проблем) средства для контроля качества будут различными. См. Таблицу 1.

Таблица 1. Средства контроля качества для различных целей

Цель	Средства для выполнения
Проверка отсутствия загрязнения	Холостая проба природной воды, холостая проба для полевых условий, холостая проба для транспортировки, холостая проба для оборудования, холостая проба для фильтрования
Вычисление прецизионности отбора проб	Дублированные пробы
Проверка устойчивости пробы	Контрольная добавка

Подчеркивается особая важность тщательного измерения результатов исследований, проводимых на месте, и правильной записи результатов анализа определяемых параметров. Дается ссылка на ISO/TS 13530 относительно аналитического контроля качества для анализа воды и на ISO 15839 относительно датчиков/оборудования для анализа воды в реальном масштабе времени.

Поскольку аналитические лаборатории имеют экспертов по QA/QC, предлагается активно вовлекать их в разработку и оценку программ качества отбора проб.

5.2 Требования к оборудованию и персоналу

Для правильного отбора проб следует иметь достаточное количество подходящего и очищенного оборудования [такого как контейнеры для проб, пробоотборники, фильтровальное оборудование, гомогенизатор, промежуточный контейнер (воронка, черпак) и измерительное оборудование для анализа на месте]. Регулярное техническое обслуживание всего оборудования должно быть гарантировано.

Транспортные и технические средства для отбора проб должны быть оборудованы согласно требованиям к отбору проб (лабораторный транспорт).

Персонал по отбору проб должен иметь профессиональную подготовку, например законченное профессиональное образование лаборанта химика или специалиста по очистке сточных вод. Важным предварительным условием является соответствующая первоначальная производственная подготовка и регулярное обучение персонала, занятого отбором проб. Участие во внутреннем и/или внешнем обучении должно быть документировано (см. 5.4).

Регулярный обмен информацией между заказчиком, персоналом по отбору проб и сотрудниками лаборатории улучшает качество отбора проб и испытаний. В распоряжение персонала должна быть предоставлена вся необходимая информация для отбора проб гарантированного качества.^[7]

5.3 Инструкция по отбору проб

5.3.1 Для отбора проб следует выполнять общие требования, относящиеся к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий.

Должны быть подготовлены процедуры или рабочие инструкции по следующим вопросам:^[7]

- a) отбор проб (на основе матрицы);
- b) измерение на участке;
- c) предварительная обработка проб;
- d) консервация проб (на основе параметров);
- e) транспортировка, хранение и поставка/приемка проб.

Каждый работник, ответственный за сбор проб воды, должен иметь при себе на участке актуализированную инструкцию по отбору проб. Эта инструкция должна давать конкретные