



# Klub Polskich Laboratoriów Badawczych **POLLAB**

**Doskonalenie pobierania próbek ścieków  
w ramach wdrożenia wymagań nowego  
wydania normy ISO 5667-10**

*Joanna Tabara*

*Warszawa, 02.12.2021 r.*



## Zakres normy

---

W normie podano szczegółowe informacje na temat pobierania próbek ścieków komunalnych i ścieków przemysłowych, w tym opracowywania programów i technik pobierania próbek.

Postanowienia normy należy stosować do wszystkich rodzajów ścieków, tj. ścieków przemysłowych, radioaktywnych, wody chłodzącej, surowych i oczyszczonych ścieków bytowo-gospodarczych.

Norma nie zawiera wytycznych do pobierania zrzutów awaryjnych, ale może być stosowana do tych celów.



## Powołania normatywne

---

ISO 5667-1

ISO 5667-3

ISO 5667-7

ISO 5667-14

ISO 5667-16

ISO 6107

ISO 19458



## Definicje:

---

- ❖ próbka złożona
- ✓ pobieranie próbek o stałej objętości w zmiennym czasie
- ✓ pobieranie próbek o zmiennej objętości w stałym czasie
- ✓ pobieranie próbek o stałej objętości w stałym czasie
- ❖ punkt pobierania próbek
- ❖ próbka jednorazowa



## Nowe definicje:

---

- ❖ próbka miejscowa
- ❖ ścieki radioaktywne
- ❖ supernatant
- ❖ zrzut planowany
- ❖ zrzut ciągły
- ❖ zbiornik
- ❖ pobieranie wywołane zdarzeniem



## **Sprzęt do pobierania próbek – zalecenia ogólne**

Rodzaj materiałów, z których wykonane jest wyposażenie do pobierania próbek powinno zostać wybrane na podstawie zgodności tych materiałów z docelowymi parametrami, które będą oznaczane w próbkach i gwarancji braku interferencji fizykochemicznej z tymi parametrami.



---

Jeżeli celem pobierania próbek jest badanie parametrów o niskim stężeniu, materiałem z którego zrobione jest opakowanie na próbkę nie powinien być:

- ❖ materiał zawierający połączenia z miedzią;
- ❖ barwiony materiał z tworzywa sztucznego (kolorowy plastik);
- ❖ niespożywczy PVC.



## Sprzęt do manualnego pobierania próbek:

- wiadro,
- czerpak,
- butelka z szeroką szyjką,

umocowane w uchwycie o odpowiedniej długości.

Objętość naczynia na próbkę powinna być nie mniejsza niż **25** ml.

Jeśli naczynie ma służyć do pobierania próbek złożonych, powinna być sprawdzana jego objętość z dokładnością do  $\pm 5\%$ .



---

Manualne pobieranie próbek można wykonywać również za pomocą pionowego próbnika wody, składającego się z probówki o pojemności 1–3 litrów z odchylną pokrywką na każdym końcu probówki lub innych próbników działających na podobnej zasadzie.



## Czyszczenie sprzętu do pobierania próbek

Przed rozpoczęciem pobierania próbek sprzęt należy wyczyścić i sprawdzić.

Stosowane detergenty nie powinny zawierać substancji, które mogą wpływać na przeprowadzane analizy.



---

Sprzęt do pobierania próbek powinien zostać odpowiednio przepłukany przed pobraniem próbek, najlepiej wodą demineralizowaną/dejonizowaną lub wodą słodką, aby zminimalizować ryzyko zanieczyszczenia.

Jeżeli sprzęt do pobierania próbek był myty detergentem, to konieczne jest płukanie wodą.



---

Nie należy płukać urządzeń do pobierania próbek w ściekach, jeśli wpłynie to na późniejszą analizę (np. badania oleju i tłuszczu, badania ścieków surowych oraz badania mikrobiologiczne).

Czyszczenie → załącznik C



## Sprzęt do pobierania próbek ze zbiorników

Konieczne jest zapewnienie mieszania ścieków w zbiorniku.

Należy upewnić się, że mieszanie jest skuteczne i nie powoduje rozwarstwiania ścieków.

Mieszanie powinno trwać przez określony czas, tak aby zagwarantować jednorodność ścieków w zbiorniku.



## Sprzęt do pobierania próbek ze zbiorników

Układ mieszania w zbiorniku może składać się z jednego lub więcej następujących układów:

- jedno lub więcej mechanicznych mieszadeł;
- napowietrzanie (za pomocą sprężonego powietrza);
- wymuszona recyrkulacja (za pomocą dyszy lub pompy).



---

System pobierania próbek ścieków ze zbiorników może składać się z następujących elementów:

- pręta do pobierania próbek wyposażonego w zawór;
- kilku prętów do pobierania próbek umieszczonych na różnych głębokościach;
- próbnika z obciążeniem z samouszczelniającym systemem otwierania i zamykania;
- odgałęzienie na linii recyrkulacyjnej związanej ze zbiornikiem.



## Zalecenia dotyczące korzystania z próbopobieraka automatycznego:

---

- pozycjonowanie próbnika;
- wybór miejsca pobierania próbek;
- wymagania dotyczące układu pobierania próbek i rury ssawnej;
- wymagania dotyczące sita;
- wymagania dotyczące prędkości ssania;
- wymagania dotyczące objętości jednostkowej pobieranych próbek.



## **Zalecenia dotyczące korzystania z próbopobieraka automatycznego:**

BIAS nie może być większy niż 10%.

Powtarzalność nie może być większa niż 5%.

Niepewność rozszerzona  $U$  ( $k = 2$ ) nie może być większa niż 15%.

(odwołanie do przewodnika GUM)



## **Automatyczne pobieranie próbek złożonych → pobieranie proporcjonalne do przepływu**

Próbkę złożoną pobieraną proporcjonalnie do przepływu można pobrać jedną z dwóch metod:

- pobranie stałej objętości próbki w różnych odstępach czasu proporcjonalnych do przepływu ścieków;
- próbkę pobiera się zmieniając objętość każdej pojedynczej porcji proporcjonalnie do przepływu, przy jednoczesnym zachowaniu stałego odstępu czasu między tymi porcjami.

Te metody wymagają podłączenia autosamplera do przepływomierza.



## **Automatyczne pobieranie próbek złożonych → pobieranie próbek proporcjonalne do czasu i utworzenie próbki uśrednionej w odniesieniu do przepływu**

Gdy autosamplera nie można podłączyć do przepływomierza można przeprowadzić pobieranie proporcjonalne do czasu, ale trzeba pozyskać informacje na temat przepływu i dokonać przeliczenia objętości.

[Przeliczenie objętości zależnej od przepływu.xlsx](#)



## **Automatyczne pobieranie próbek złożonych → pobieranie próbek proporcjonalne do czasu**

---

Tę metodę można zastosować np. gdy chwilowy przepływ ścieków zmienia się nieznacznie w czasie (średnio o 20% i jeśli zebrane informacje wskazują, że obciążenie zanieczyszczeniem nie jest zmienne w okresie pobierania próbek).

W tym przypadku, ponieważ natężenie przepływu nie jest istotne dla próbek złożonych pobieranych proporcjonalnie do czasu, zaleca się próbki zebrać w jednej butelce, aby uniknąć etapu przenoszenia.



## **Potwierdzenie reprezentatywności pobierania próbek złożonych**

---

Potwierdzenie reprezentatywności pobierania próbek osiąga się poprzez przestrzeganie kryteriów kontroli jakości.

W przypadku wystąpienia błędów laboratorium pobierające próbkę powinno wdrożyć działania korekcyjne, włącznie z poinformowaniem klienta.



## **Potwierdzenie reprezentatywności pobierania próbek złożonych**

---

Wszelkie informacje dostarczone przez autosamplera powinny być rejestrowane (np. liczba impulsów przesłanych przez przepływomierz oraz liczba i objętość pobranych podpróbek itp.).



## Ręczne pobieranie próbek złożonych

---

Żeby wykonać reprezentatywne ręczne pobieranie próbki złożonej, objętość każdej podpróbki powinna być identyczna. W tym celu ważne jest sprawdzenie odchylenia standardowego pobranej objętości.

Istnieją dwie możliwości tego sprawdzenia:

- sprawdzenie objętość każdej pobranej próbki;
- przed pobieraniem próbek sprawdzenie objętości sprzętu i pobieranie do niego zawsze tej samej ilość.

Odchylenie standardowe powtarzalności przy poziomie ufności 95% powinno być  $\leq 5\%$ .



## **Pobieranie próbek jednorazowych w strumieniu ścieków**

---

Pobieranie próbek jednorazowych ścieków nie jest ani najwłaściwszym typem pobierania próbek ani najczęściej stosowanym z punktu widzenia reprezentatywności pobierania próbek ścieków surowych.

Powinno być stosowane tylko w przypadku wystąpienia bieżącego zanieczyszczenia lub w sytuacjach awaryjnych.



---

Pobieranie próbek jednorazowych ścieków powinno odbywać się w głównym kanale, najlepiej z dala od krawędzi i innych przeszkód.

Wlot pojemnika do pobierania próbek powinien być zorientowany w kierunku przepływu ścieków (w przeciwnym kierunku).



---

Pobieranie próbek należy przeprowadzać na głębokości około 30 cm poniżej powierzchni ścieków lub w 1/2 odległości od powierzchni ścieków, aby uniknąć pobrania warstwy powierzchniowej lub osadów.



---

Po pobraniu próbek jednorazowych i zamknięciu butelek (przed ich przechowaniem i transportem), jeśli ścianki zewnętrzne tych butelek są mokre, należy je przepłukać czystą wodą (np. wodą pitną, wodą destylowaną itp.) lub wyczyścić i osuszyć chusteczkami.

Jeżeli stosuje się sprzęt pośredni, należy go wyczyścić, aby nie zanieczyścić wody i próbek.



## Pobieranie próbek jednorazowych

---

a) bezpośrednio pobieranie próbek:

- bezpośrednio przy użyciu butelek laboratoryjnych;
- z zastosowaniem nośnika z obciążeniem wyposażonego w butelki laboratoryjne;
- za pomocą próbopobieraka automatycznego.

b) pośrednio pobieranie próbek:

- za pomocą czepaka;
- za pomocą wiadra.

Próbki jednorazowe zazwyczaj są pobierane ręcznie, ale mogą<sup>28</sup> być też pobierane autosamplerem.



## **Automatyczne, zdalne uruchomienie lub pobieranie wyzwalane zdarzeniem**

---

Automatyczne pobieranie próbek wywołane wystąpieniem określonego zdarzenia oparte jest na monitorowaniu w czasie rzeczywistym parametrów ścieków.

Zwiększa to szansę na uzyskanie reprezentatywnej próbki rzeczywistej w celu sprawdzenia jakości ścieków w tym konkretnym momencie.



## **Pobieranie próbek jednorazowych ze zbiornika w ramach zrzutów planowanych**

Pobieranie mające na celu ocenę jakości ścieków np. jądrowych, przemysłowych przed ich zrzutem.

Pobieranie ręczne i automatyczne próbek złożonych ze zbiornika w ramach zrzutów planowanych, jest traktowane równoważnie, z zachowaniem zasad pobierania odpowiednio ze stałym czasem, stałym przepływem i stałą objętością.



## **Zalecenia dla pobierania próbek z urządzeń kanalizacyjnych, kanałów ściekowych i studzienek**

- ✓ oczyścić ściany kanałów/studzienek z osadów;
- ✓ próbki pobierać w miejscach, gdzie jest burzliwy przepływ (jeśli brak, zastosować tamę lub przegrodę);
- ✓ wlot sondy w kierunku przepływu (chyba, że następuje zatykanie, to w przeciwnym kierunku);
- ✓ stałe miejsce pobierania;
- ✓ odtwarzalne warunki pobierania;



- 
- ✓ punkt pobierania próbek powinien znajdować się poniżej przegrody, w odległości stanowiącej co najmniej trzykrotności średnicy rury lub szerokości kanału od przegrody,
  - ✓ wlot sondy pomiędzy  $1/3$  a  $1/2$  głębokości poniżej powierzchni ścieków.



## Zalecenia w odniesieniu do pobierania próbek z oczyszczalni ścieków:

---

- kluczowy jest cel pobierania (jeżeli celem jest kontrola działania całej oczyszczalni, to próbki należy pobierać w miejscu dopływu i odpływu oczyszczalni; jeżeli celem jest kontrola działania poszczególnych urządzeń, to próbki należy pobierać w miejscu dopływu i odpływu z tych urządzeń);
- jeżeli jest kilka takich samych urządzeń np. kilka osadników, to punkt pobierania musi być reprezentatywny dla tych wszystkich urządzeń.



## Pobieranie próbek z terenów przemysłowych

Metoda pobierania próbek z terenów przemysłowych zależy od sposobu zrzutu ścieków lub sposobu ich transportu. Rozróżnia się:

- zrzuty ścieków odprowadzanych w sposób nieciągły, które wymagają uprzedniej kontroli przed planowanym zrzutem;
- zrzuty ścieków odprowadzanych w sposób ciągły, monitorowane na podstawie sekwencyjnego lub ciągłego pobierania próbek ścieków.



## Reprezentatywność punktu pobierania

Punkt pobierania próbek powinien być reprezentatywny dla strumienia ścieków, które w tym miejscu powinny być jednorodne i dobrze wymieszane.

Określenie „reprezentatywność” obejmuje dwa pojęcia w zależności od miejsca pobierania:

- reprezentatywność w strumieniu (kanał, studzienka kanalizacyjna);
- reprezentatywność w przechowywaniu (zbiornik, rezerwuar).



---

Punkty pobierania próbek mogą być określone przez regulatora, a jeśli nie są, to zalecane jest wstępne badanie wybranych punktów pobierania, żeby potwierdzić ich właściwy wybór pod kątem reprezentatywności próbki.

Przepływ ścieków powinien być widoczny z miejsca pobierania, z wyjątkiem pobierania, gdy sprzęt do pobierania jest zamontowany na stałe.



---

Jeśli warunki nie gwarantują reprezentatywności próbki (np. brak przepływu), próbek nie należy pobierać, a klient i laboratorium powinny zostać o tym poinformowane. Jeżeli mimo wszystko pobieranie próbek zostanie zrealizowane (np. na wyraźne życzenie Klienta), to informacje o warunkach wpływających na reprezentatywność próbki powinny zostać odnotowane w raporcie pobierania próbek.



## Zalecenia dotyczące częstotliwości i czasu pobierania próbek:

---

- ❖ zapewnić regularne odstępy czasu;
- ❖ pobierać próbki złożone;
- ❖ korzystać z technik statystycznych przy doborze liczby próbek;
- ❖ uwzględniać zmienność dzienną i dobową;
- ❖ stosować wzory na ustalanie liczby próbek i dni;
- ❖ uwzględniać zmienność spowodowaną epizodami wody burzowej.



## Homogenizacja, konserwacja, transport i przechowywanie próbek

---

Jeżeli wymagana objętość próbki jest tak duża, że potrzebne jest kilka próbek i/lub różne butelki muszą być wypełnione jedną próbką, należy zapewnić jednorodność próbki.

Niezbędna jest homogenizacja zebranej objętości. Homogenizację można przeprowadzić na miejscu lub w laboratorium.



---

Zaleca się przeprowadzenie etapu homogenizacji przy użyciu zwalidowanego urządzenia lub przyjętej metody przez wystarczający czas do uzyskania jednorodnej mieszaniny.

Należy sprawdzić skuteczność metody homogenizacji (położenie śmigła, prędkość mieszania, czas homogenizacji). Maksymalna różnica między dwoma pomiarami tego samego parametru powinna wynosić <20%.



---

W przypadku próbek o objętości  $\leq 5$  litrów można stosować mieszanie ręczne lub mieszanie za pomocą bagietki.

W przypadku próbek o objętości  $> 5$  litrów należy stosować homogenizatory z mieszadłem.

W przypadku próbek o objętości  $> 5$  litrów, przelewanie próbki do mniejszych butelek laboratoryjnych należy przeprowadzać przy ciągłym mieszaniu.



## Utrwalanie i pakowanie próbek

---

Wielokrotne odwołanie do ISO 5667-3.

Pakowanie w szczelnie zamknięte pojemniki, najlepiej z polietylenu lub szkła.

W przypadku analiz radiologicznych wskazany jest dobór takiego kształtu pojemnika, który pozwoli wykonać badanie bezpośrednio w tym pojemniku.



## Transport próbek

---

Ważne jest, aby przestrzegać ogólnych uwag dotyczących transportu próbek do laboratorium wskazanych w normie ISO 5667-10:2020 oraz przestrzegać wymagań ISO 5667-3 i ISO 5667-16.



## **Czas przechowywania próbek**

---

Maksymalny czas przechowywania próbek między pobraniem a analizą musi być zgodny z wymaganiami norm ISO 5667-3 oraz ISO 5667-16.

Wydłużenie czasu wskazanego w ISO 5667-3 oraz ISO 5667-16 powinno być uzasadnione i uzgodnione między pobierającym próbkę, laboratorium oraz klientem.



## Temperatura

---

Aby zapewnić trwałość próbki między pobieraniem próbek a odbiorem w laboratorium, próbki należy przechowywać w urządzeniu chłodzącym zdolnym do utrzymania temperatury  **$(5 \pm 3)^{\circ}\text{C}$** .

W celu właściwej oceny warunków podczas transportu można zastosować urządzenie zdolne do rejestrowania temperatury powietrza otaczającego próbkę.

W laboratorium próbki należy przechowywać zgodnie z wytycznymi normy ISO 5667-3.



# Bezpieczeństwo i identyfikowalność próbek podczas przechowywania i transportu

---

Próbkobiorca jest odpowiedzialny za bezpieczeństwo próbek i dokumentów dotyczących próbek znajdujących się pod jego opieką.

Próbkobiorca powinien sprawdzić czy próbki, etykiety, dokumenty próbek itp. nie są uszkodzone i są umieszczone w wyznaczonym miejscu.

Jeżeli którekolwiek pojemniki zostaną zgubione, zniszczone lub uszkodzone podczas transportu, rejestrujący powinien to odnotować w formularzu rejestru <sup>46</sup> próbek.



---

Jeśli w dostawę zaangażowany jest kurier, to jest on odpowiedzialny na próbki. Jeżeli pojemniki zostaną zgubione, zniszczone lub uszkodzone podczas transportu, to kurier powinien dokonać stosownego zapisu. Kurier powinien dostarczyć próbki zgodnie z instrukcjami laboratorium, szczególnie jeśli dostawa ma miejsce w chwili, gdy w laboratorium nie ma personelu.



## **Próbki pobierane na potrzeby obszaru prawnie regulowanego**

---

Należy zwrócić uwagę na istnienie ustawodawstwa krajowego, z którym powinny być dokładnie zaznajomione wszystkie osoby zaangażowane na dowolnym etapie pobierania, przechowywania lub dostarczania próbek lub w związanej z nimi dokumentacji.



## **Zapewnienie jakości poprzez unikanie zanieczyszczenia**

---

Odwołanie do normy ISO 5667-14.

Personelowi zajmującemu się pobieraniem próbek powinien posiadać szczegółowe pisemne instrukcje dotyczące zasad postępowania, których należy przestrzegać w celu uniknięcia zanieczyszczenia próbek.

Personel pobierający próbki powinien dokumentować wszelkie odchylenia, aby ułatwić interpretację wyników.

Norma określa szczegółowe wytyczne dotyczące czyszczenia wyposażenia do pobierania próbek.



---

Wyposażenie, które ma kontakt z próbką powinno podlegać kontroli jakości, aby zapobiec wystąpieniu zanieczyszczenia i/lub utracie analitów.

Kontrolę jakości należy przeprowadzać po zakupie sprzętu lub podczas jego modyfikacji/adaptacji.

Sprzęt do pobierania próbek powinien zostać sprawdzony zgodnie z wytycznymi załącznika H.

Ze wszystkich sprawdzeń należy zachowywać zapisy.



Szczegóły dotyczące identyfikacji próbki należy zapisać na etykiecie przymocowanej do pojemnika na próbkę. Jeżeli próbki są identyfikowane za pomocą wcześniej wydrukowanej etykiety ze szczegółami miejsca i unikalnym kodem do odczytu maszynowego, powielonym na etykiecie próbki jak i w dokumencie rejestracyjnym próbki, dopuszczalne jest podanie mniejszej ilości szczegółów. Wymagane są tylko te dane, które można zmienić, takie jak data, godzina i identyfikator pracownika (np. podpis).



# Raport

---

Szczegółowa forma raportu z pobierania próbek zależy od celów pobierania próbek.

Należy odnotować wszystkie warunki, które mogą wpływać na wyniki badań.



## **Elementy do ujęcia w raporcie**

---

- data i godzina pobierania próbek (dodatkowo należy podać datę i godzinę zakończenia pobierania próbek w przypadku pobierania próbek złożonych);
- dane próbkobiorcy;
- dokładna identyfikacja punktu pobierania i miejsca pobierania próbek (adres, opis lub zdjęcia, współrzędne geograficzne itp.);



## **Elementy do ujęcia w raporcie**

---

- dokładny opis punktu pobierania próbek w obiekcie (np. „wylot ze stacji oczyszczania kanał 1”, „pobieranie próbek w osadniku nr 1” itp.);
- liczba pobranych lub niepobranych podpróbek (w przypadku pobierania próbki złożonej);
- rodzaj próbki (złożona, jednorazowa);
- wyniki pomiarów fizyko-chemicznych wykonanych na miejscu (np. temperatura, pH itp.);



- 
- kontrola jakości;
  - informacje na temat wszelkich zastosowanych technik utrwalania próbek;
  - informacje na temat zastosowanej techniki filtracji próbek;
  - informacje o warunkach przechowywania próbki;
  - wszelkie odchylenia od standardów;
  - wszelkie obserwacje i uwagi istotne dla interpretacji wyników badań.



## **Informacje, które powinny być zapisane w przypadku zastosowania autosamplera:**

- ✓ identyfikacja zastosowanego sprzętu;
- ✓ program zastosowany do pobierania próbek;
- ✓ powtarzalność pobranych objętości;
- ✓ zapis z czyszczenia sprzętu przed użyciem (tak/nie);
- ✓ średnica rury ssącej w mm;
- ✓ długość rury ssącej w m;
- ✓ prędkość ssania;



- 
- ✓ przedmuchiwanie rur przed użyciem (tak/nie);
  - ✓ zastosowanie sitka (tak/nie);
  - ✓ całkowita pobrana ilość;
  - ✓ wszelkie spostrzeżenia i uwagi dotyczące autosamplera, które mogą mieć wpływ na interpretację wyników badań.



## **Bezpieczeństwo personelu**

---

Żadna operacja techniczna, żadna infrastruktura, żadne koszty, żadne opóźnienie nie mogą być ważniejsze niż bezpieczeństwo ludzi.

Wytyczne dotyczące środków ochrony indywidualnej.

W przypadkach, w których występują szczególne zagrożenia, pobieranie próbek powinno być przeprowadzone przez dwie osoby w celu zapewnienia bezpieczeństwa i zaalarmowania w przypadku wystąpienia problemu.



## Kontakt:

---

### **Sekretariat Klubu POLLAB**

ul. Mory 8

01-330 Warszawa

kom. 607 525 282, 607 114 307

e-mail: [sekretariat@pollab.pl](mailto:sekretariat@pollab.pl)

[www.pollab.pl](http://www.pollab.pl)