



БИОПОЛИМЕР

МЕТОДИКА

проведения лабораторных испытаний
по очистке сточной воды
однокомпонентным флокулянтом

1. Однокомпонентный флокулянт

Однокомпонентный флокулянт – тип флокулянта, применяемого исключительно самостоятельно, без связи с коагулянтом. Однокомпонентный флокулянт может одновременно выполнять функции коагулянта и флокулянта – он нарушает заряд на поверхности взвешенных частиц, приводя к их слипанию, затем образует молекулярные цепочки между взвешенными частицами, формируя крупные агломерации (флокулы), которые легко осадить и удалить из воды.

2. Область применения

Настоящая методика устанавливает порядок проведения лабораторных испытаний по определению эффективности применения однокомпонентных флокулянтов Аквавалент® для процессов физико-химической очистки сточной воды. Методика распространяется на все виды сточных и оборотных вод.

3. Принцип метода

Данная методика отражает лабораторный эксперимент по оценке эффективности применения однокомпонентных флокулянтов для физико-химической очистки сточной воды, путем сравнения показателей «мутность», «содержание взвешенных веществ и нефтепродуктов» в исходной и очищенной пробах сточной воды.

4. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

- pH-метр любого типа, обеспечивающий измерение pH с допускаемой абсолютной погрешностью ±0,05 единиц pH;
- портативные весы III класса точности с ценой деления 0,01 г с наибольшим пределом взвешивания 100 г;
- магнитное перемешивающее устройство с частотой вращения якоря от 0 до 2000 об/мин;
- портативный мутномер HACH 2100Q или его аналог;
- анализатор нефтепродуктов и жиров в воде;
- стакан лабораторный вместимостью 1000 см³, желательно, ГОСТ 25336;
- стакан химический вместимостью 250 см³, желательно, ГОСТ 25336;
- цилиндр мерный объёмом 100 см³, желательно, ГОСТ 1770-74;
- стеклянные лабораторные палочки;
- пипетка стеклянная лабораторная 1-2-2-25 или других типов и исполнений по ГОСТ 29228;
- шприцы дозировочные объемом 5 и 10 см³, ГОСТ ISO 7886-1-2011;
- фильтр обеззоленный (фильтровальная бумага) красная лента;
- образец исходной сточной воды, предоставленный Заказчиком (объемом 1000 см³, отбор производится из части технологического процесса, куда добавляются или планируют добавляться реагенты);
- концентрированная минеральная кислота (соляная, азотная, серная);
- натрий углекислый, ч. и выше по ГОСТ 4201;
- флокулянт Аквавалент®.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных в настоящей методике.

5. Подготовка к проведению испытаний

5.1 Приготовление 0,1%-ного рабочего раствора флокулянта Аквавалент®

В лабораторный стакан вместимостью 250 см³ внести 199,8 см³ водопроводной воды и размешать магнитной мешалкой так, чтобы образовалась V-образная воронка глубиной 4-6 см (600 об/мин).

Предварительно взвешенный 0,2 г сухого порошка флокулянта Аквавалент® аккуратно ввести в центр водяной воронки таким образом, чтобы гранулы находились в воде отдельно друг от друга и не прилипали к стенкам стакана. После дозирования порошка флокулянта скорость вращения мешалки снизить так, чтобы V-образная воронка не превышала 4 см (400 об/мин). Растворение флокулянта проводить не менее 40 минут, до получения однородного раствора. Для приготовления большого объема раствора необходимо пропорционально увеличить массу сухого порошка флокулянта Аквавалент® и объем воды.

5.2 Градуировка мутномера

Подготовить мутномер и провести его градуировку в соответствии с инструкциями изготовителя.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществлять не реже одного раза в месяц.

6. Выполнение измерений

6.1 Входной контроль исходного образца воды

6.1.1 Определение мутности и содержания взвешенных веществ в образце исходной сточной воды

С помощью пипетки отобрать две аликвоты по 25 см³ (параллельные пробы) из образца исходной воды. Отобранные аликвоты перенести в стеклянные кюветы и произвести определение мутности при помощи портативного мутномера. Измерение мутности проводить в соответствии с требованиями руководства (инструкций) по эксплуатации прибора.

За результат измерения мутности FNU_{cp} принять среднее арифметическое значение двух параллельных определений FNU₁ и FNU₂, вычисленное по формуле (1):

FNU₁, FNU₂ – значения параллельных измерений мутности, ЕМ/дм³

$$FNU_{cp} = \frac{FNU_1 + FNU_2}{2}$$

6.1.2 Определение содержания взвешенных веществ в образце исходной сточной воды

Расчёт содержания взвешенных веществ (X) в образце исходной воды произвести по формуле (2):

FNU – среднее арифметическое значение мутности слива, ЕМ/дм³;
0,58 – содержание 1 FNU согласно ГОСТ 3351-74 п. 5.1, мг/дм³

$$X = FNU_{cp} \times 0,58$$

6.1.3 Определение содержания нефтепродуктов в образце исходной воды

Содержание нефтепродуктов в образце исходной воды определить ИК-спектрофотометрическим методом, согласно ПНД Ф14.1.272-2012 «Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентраторов серии КН».

6.2 Эксперимент по очистке образца сточной воды

6.2.1 Корректировка водородного показателя

Определить значение водородного показателя (рН) исходного образца воды при помощи рН-метра.

Если pH входит в диапазон от 7,0 до 10,0, тогда можно приступить к эксперименту. Если pH выходит за указанный диапазон, то необходимо провести корректировку pH.

Для корректировки pH следует в исходный образец воды ввести по каплям раствор щелочного реагента (10%-ный раствор натрия углекислого), либо кислотного реагента (2%-ный раствор минеральной кислоты (соляная, азотная, серная)) до достижения рекомендуемого диапазона значений pH.

6.2.2 Подбор оптимальных дозировок флокулянта

Рекомендуемые диапазоны дозировок рабочего раствора флокулянта Аквавалент®, приготовленного в соответствии с п. 4.1., составляют 1-20 см³/дм³ (1-20 мг/дм³ в пересчёте на сухое вещество, рассчитывается исходя из процентной концентрации рабочего раствора). Оптимальный дозируемый объём флокулянта Аквавалент® для обработки сточной воды подбирается эмпирически в ходе лабораторных испытаний. Начать подбор следует с минимальной рекомендуемой дозировки 1 см³/дм³.

При перемешивании 200 об/мин ввести рабочий раствор флокулянта Аквавалент® в образец сточной воды объёмом 1 см³/дм³, оставить перемешиваться в течение 15-20 секунд. После чего скорость перемешивания снизить до 20-40 об/мин и продолжить перемешивание в течение 2-5 минут до образования крупных хлопьев, которые формируют уплотненный осадок (рисунок 1, слева).

Если после окончания перемешивания происходит образование крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок, дозировки флокулянта считаются оптимальными.



Рисунок 1 – Слева – пример образования крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок и прозрачный слив, по середине – пример, когда хлопья формируются но при этом осадок не уплотненный, слив мутный. Справа – пример отсутствия формирования процесса флокуляции.

Если хлопья остаются мелкими и плохо оседают, необходимо включить перемешивание 200 об/мин и добавить еще 1 см³ рабочего раствора флокулянта, оставить перемешиваться в течение 15-20 секунд, после чего скорость перемешивания снизить до 20-40 об/мин и продолжить перемешивание в течение 2-5 минут. Повторять добавление 1 см³ рабочего раствора флокулянта до образования крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок. После образования уплотненного осадка вода считается очищенной. Если после введения максимальной суммарной дозировки рабочего раствора флокулянта Аквавалент®, равной 20 см³/dm³, образования крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок, не произошло, делаем вывод, что используемая марка флокулянта Аквавалент® не подходит для очистки образца сточной воды. В этом случае необходимо протестировать другой флокулянт из линейки флокулянтов Аквавалент®. Если ни один из представленных образцов флокулянтов Аквавалент® не продемонстрировал свою эффективность для очистки образца исходной сточной воды, необходимо обратиться к техническому специалисту компании ООО «Биополимер».

6.3 Определение мутности очищенной воды

После отстаивания образца очищенной воды в течение 10 минут с помощью пипетки отобрать две аликвоты по 25 см³ осветлённой жидкой фазы (параллельные пробы). Отобранные аликвоты перенести в стеклянные кюветы и произвести определение мутности согласно п. 5.1.1.

За результат измерения мутности FNU_{cp} принять среднее арифметическое значение двух параллельных определений FNU₁ и FNU₂, вычисленное по формуле (1).

6.4 Определение содержания взвешенных веществ в очищенной воде

Расчёт содержания взвешенных веществ (X) в очищенной воде произвести по формуле (2).

6.5 Определение содержания нефтепродуктов в очищенной воде

Содержание нефтепродуктов в очищенной воде определить ИК-спектрофотометрическим методом, согласно ПНД Ф14.1.272-2012 «Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентраторов серии КН».

7. Обработка результатов

- 7.1 Оценка эффективности применения флокулянта Аквавалент® по степени снижения мутности в очищенной воде, относительно мутности образца исходной сточной воды

Рассчитать степень снижения мутности $X_{осв}$ исследуемой сточной воды по формуле (3):

$FNU_{ср. исх.}$ – среднеарифметическое значение мутности исходного образца воды, ЕМ/дм³;

$FNU_{ср.осв.}$ – среднеарифметическое значение мутности очищенной воды, ЕМ/дм³

$$X_{осв} = 100\% - \frac{FNU_{ср.осв.}}{FNU_{ср.исх.}} \times 100\% \quad (3)$$

Для каждого отдельного случая требования по эффективности применения флокулянтов разнятся, в зависимости от дальнейших этапов очистки воды.

- 7.2 Оценка эффективности применения флокулянта Аквавалент® по степени снижения массовой концентрации нефтепродуктов в очищенной воде относительно массовой концентрации нефтепродуктов, содержащейся в образце исходной сточной воды

Рассчитать степень снижения массовой концентрации нефтепродуктов $X_{неф}$, после применения флокулянта Аквавалент® в исследуемой воде по формуле (4):

$X_{ср. исх.}$ – содержание нефтепродуктов в образце исходной воды, мг/дм³;

$X_{ср.осв.}$ – содержание нефтепродуктов в очищенной воде, мг/дм³

$$X_{неф} = 100\% - \frac{X_{ср.осв.}}{X_{ср. исх.}} \times 100\% \quad (4)$$

Для каждого отдельного случая требования по эффективности применения флокулянтов разнятся, в зависимости от дальнейших этапов очистки сточной воды.

8. Результат положительного итога испытаний

Согласно представленной методике, при корректном проведении тестов положительным результатом испытаний считается разделение воды на две фазы:

- уплотненный осадок, сформированный крупными хлопьями (в некоторых случаях осадок может всплыть);
- прозрачный слив с показателями мутности и нефтепродуктов, соответствующие требованиям, указанным в техзадании для каждого конкретного случая.

Таблица 1. Шаблон таблицы для фиксации данных

Реагент	Дозировка	Мутность, FNU	Взвешенные вещества, мг/дм ³

