



БИОПОЛИМЕР

МЕТОДИКА

проведения лабораторных испытаний
по очистке воды

1. Область применения

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

2. Принцип метода

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

3. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

- рН-метр любого типа, обеспечивающий измерение рН с допускаемой абсолютной погрешностью $\pm 0,05$ единиц рН;
- 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;
- анализатор нефтепродуктов и жиров в воде;
- стакан лабораторный вместимостью 1000 см³, ГОСТ 25336;
- стакан химический вместимостью 250 см³, ГОСТ 25336;
- цилиндр мерный объемом 100 см³, 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 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, х.ч. по ГОСТ 4201;
- флокулянт Аквалалент®;
- коагулянт Аквалалент® СА-А2-01.

4. Подготовка к проведению испытаний

4.1 Приготовление 0,1%-ного рабочего раствора флокулянта Аквалалент®

В лабораторный стакан вместимостью 250 см³ внести 199,8 см³ водопроводной воды и размешать магнитной мешалкой так, чтобы образовалась V-образная воронка. Предварительно взвешенные 0,2 г сухого порошка флокулянта Аквалалент® 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 до 600 об/мин. Растворение флокулянта проводить не менее 40 минут, до получения однородного раствора. Для приготовления большего объема раствора необходимо пропорционально увеличить массу сухого порошка флокулянта Аквалалент® и объем воды.

4.2 Приготовление 2%-ного рабочего раствора коагулянта Аквалалент® СА-А2-01

В мерный стакан на 250 см³ внести предварительно взвешенную на весах навеску 2,0 г сухого порошка коагулянта Аквалалент® СА-А2-01 и 98,0 см³ водопроводной воды, размешать на магнитной мешалке в течение 5 минут до полного растворения. Для приготовления большего объема раствора необходимо пропорционально увеличить массу сухого порошка коагулянта и объем воды.

4.3 Градуировка мутномера

Подготовить мутномер и провести его градуировку в соответствии с инструкциями изготовителя. Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществлять не реже одного раза в месяц.

5. Выполнение измерений

5.1 Входной контроль исходного образца воды

5.1.1 Определение мутности и содержания взвешенных веществ в образце исходной 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 (инструкцией) по эксплуатации прибора.

За результат измерения мутности FNU_{cp} принять среднее арифметическое значение двух параллельных определений FNU_1 и FNU_2 , вычисленное по формуле (1):

FNU_1, FNU_2 – значения параллельных измерений мутности, ЕМ/дм³

$$FNU_{cp} = \frac{FNU_1 + FNU_2}{2} \quad (1)$$

5.1.2 Определение содержания взвешенных веществ в образце исходной 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

$$X = FNU_{cp} \times 0,58 \quad (2)$$

5.1.3 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».

5.2 Очистка воды

5.2.1 Корректировка водородного показателя

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

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

Для корректировки рН 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 рН.

5.2.2 Подбор оптимальной дозировки коагулянта Аквалент® CA-A2-01

Рекомендуемый диапазон дозировок рабочего раствора коагулянта Аквалент® CA-A2-01, приготовленного в соответствии с п. 4.2., составляет 1-20 см³/дм³ (20-400 мг/дм³ в пересчёте на сухое вещество, рассчитывается исходя из процентной концентрации рабочего раствора). Оптимальный дозируемый объём рабочего раствора коагулянта для обработки воды подбирается эмпирически в ходе лабораторных испытаний. Начинать подбор следует с минимальной рекомендуемой дозировки 1 см³.

При перемешивании 200 об/мин ввести дозировку 1 см³ рабочего раствора коагулянта в 1 дм³ исходного образца воды, перемешать в течение 60-120 секунд, после чего остановить перемешивание и визуально оценить образование мелких, плохо оседающих хлопьев (рисунок 1). В случае если образование таких не произошло, включить перемешивание 200 об/мин и добавить еще 1 см³ рабочего раствора коагулянта. Повторять дозирование 1 см³ рабочего раствора коагулянта до образования мелких, плохо оседающих хлопьев.

Если после окончания перемешивания происходит образование крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок, дозировки коагулянта считаются оптимальными. В случае если образование таких не произошло после суммарного добавления 20 см³ рабочего раствора коагулянта в исходный образец воды, необходимо обратиться к техническому специалисту компании ООО «Биополимер».



Рисунок 1 – Пример образования мелких, плохо оседающих хлопьев в процессе добавления коагулянта Аквалент® СА-А2-01

5.2.3 Подбор оптимальных дозировок флокулянта

Рекомендуемые диапазоны дозировок рабочего раствора флокулянта Аквалент®, приготовленного в соответствии с п. 4.1., составляют $1-10 \text{ см}^3/\text{дм}^3$ ($1-10 \text{ мг}/\text{дм}^3$ в пересчёте на сухое вещество, рассчитывается исходя из процентной концентрации рабочего раствора). Оптимальный дозируемый объём флокулянта Аквалент® для обработки воды подбирается эмпирически в ходе лабораторных испытаний. Начать подбор следует с минимальной рекомендуемой дозировки 1 см^3 .

При перемешивании 200 об/мин ввести рабочий раствор флокулянта Аквалент® в образец воды, в которую ранее был введен коагулянт Аквалент® СА-А2-01, 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 уплотнённый осадок (рисунок 2).

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



Рисунок 2 – Пример образования крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотнённый осадок

Если хлопья остаются мелкими и плохо оседают (как представлено на рисунке 1), необходимо включить перемешивание 200 об/мин и добавить ещё 1 см^3 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 см^3 рабочего раствора флокулянта до образования крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотнённый осадок. После образования уплотнённого осадка вода считается очищенной.

Если после введения максимальной суммарной дозировки рабочего раствора флокулянта Аквалент®[®], равной 10 см³/дм³, образование крупных хлопьев (флокул), которые формируют уплотненный осадок, не произошло, значит, используемая марка флокулянта Аквалент® не подходит для очистки образца воды. В этом случае необходимо протестировать другой флокулянт из линейки флокулянтов Аквалент®. Если ни один из представленных образцов флокулянтов Аквалент® не продемонстрировал свою эффективность для очистки образца исходной воды, необходимо обратиться к техническому специалисту компании ООО «Биополимер».

5.3 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 FNU_1 и FNU_2 , вычисленное по формуле (1).

5.4 Определение содержания взвешенных веществ в очищенной воде

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

5.5 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».

6. Обработка результатов

6.1 Оценка эффективности применения флокулянта Аквалент® по степени снижения мутности в очищенной воде, относительно мутности образца исходной воды

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

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

$FNU_{cp.осв}$ – среднееарифметическое значение мутности очищенной воды, ЕМ/дм³

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

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

6.2 Оценка эффективности применения флокулянта Аквалент® по степени снижения массовой концентрации нефтепродуктов в очищенной воде относительно массовой концентрации нефтепродуктов, содержащейся в образце исходной воды

Расчитать степень снижения массовой концентрации нефтепродуктов $X_{неф}$, после применения коагулянта Аквалент® СА-А2-01 и флокулянта Аквалент® в исследуемой воде по формуле (4):

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

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

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

Результат положительного итога испытаний

Согласно представленной методике, при корректном проведении тестов положительным результатом испытаний считается разделение испытуемой воды на две фазы с образованием крупных хлопьев, формирующих уплотнений осадок (рисунок 2), а также снижение показателей по нефтепродуктам, мутности и взвешенным веществам до требований, указанных в техническом задании для каждого конкретного случая.

