МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

КОМПЛЕКТ МЕТОДИК ПО ГИДРОХИМИЧЕСКОМУ КОНТРОЛЮ АКТИВНОГО ИЛА: ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АКТИВНОГО ИЛА, ИЛОВОГО ИНДЕКСА, ЗОЛЬНОСТИ СЫРОГО ОСАДКА, АКТИВНОГО ИЛА, ПРОЗРАЧНОСТИ НАДИЛОВОЙ ВОДЫ

Федеральный реестр (ФР)
ФР 1.31.2008.04397
ФР 1.31.2008.04398
ФР 1.31.2008.04399
ФР 1.31.2008.04400

Москва «АКВАРОС» 2008

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

1 ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АКТИВНОГО ИЛА **4**
1.1 Условия безопасного выполнения гидрохимического анализа активного ила 4
1.2 Подготовка к выполнению определений. Отбор и хранение проб 7
1.2.1 Подготовка пробоотборников, посуды 7
1.2.2 Мытье пробоотборников, посуды 8
1.2.3 Сушка пробоотборников, посуды 9
1.2.4 Выборочный контроль чистоты посуды, пробоотборников 10
1.2.5 Подготовка бюксов, тиглей и эксикаторов 10
1.2.6 Отбор и хранение проб 11
2 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АКТИВНОГО ИЛА **16**
2.1 Назначение и область применения 16
2.2 Принцип метода 16
2.3 Метрологические характеристики 16
2.4 Средства измерений, посуда, материалы 16
2.5 Условия безопасного выполнения анализа. Подготовка к выполнению измерений, отбор проб 17
2.6 Выполнение измерений 17
2.7 Обработка результатов 18
2.8 Контроль качества результатов измерений, при реализации методики в лаборатории 19
3 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ДОЗЫ ИЛА ПО ОБЪЕМУ И РАСЧЕТ ИЛОВОГО ИНДЕКСА **19**
3.1 Назначение и область применения 19
3.2 Принцип метода 19
3.3 Метрологические характеристики 20
3.4 Средства измерений, посуда 20
3.5 Условия безопасного выполнения анализа. Подготовка к выполнению измерений, отбор проб 20
3.6 Выполнение измерений 20
3.7 Обработка результатов 21
3.8 Контроль качества результатов измерений, при реализации методики в лаборатории 21
4 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЗОЛЬНОСТИ СЫРОГО ОСАДКА, АКТИВНОГО ИЛА **21**
4.1 Назначение и область применения 21
4.2 Принцип метода 21
4.3 Метрологические характеристики 22
4.4 Средства измерений, посуда, материалы 22
4.5 Условия безопасного выполнения анализа. Подготовка к выполнению измерений, отбор проб 22
4.6 Выполнение измерений 22
4.7 Обработка результатов 23
4.8 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 24
5 МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЗРАЧНОСТИ НАДИЛОВОЙ ВОДЫ **24**
5.1 Назначение и область применения 24
5.2 Принцип метода 24
5.3 Метрологические характеристики 24
5.4 Средства измерений, посуда 24
5.5 Условия безопасного выполнения анализа 25
5.6 Выполнение измерений 25
5.7 Обработка результатов 25
5.8 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 25
БИБЛИОГРАФИЯ **26**
ПРИЛОЖЕНИЕ А ДОКУМЕНТИРОВАННАЯ ПРОЦЕДУРА УПРАВЛЕНИЯ ОТБОРОМ ПРОБ **27**
ПРИЛОЖЕНИЕ Б ШРИФТ СНЕЛЛЕНА ДЛЯ ЧТЕНИЯ ЧЕРЕЗ СТОЛБ ВОДЫ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ ПРОЗРАЧНОСТИ **28**
ПРИЛОЖЕНИЕ В СВИДЕТЕЛЬСТВА ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ **29**

1 Гидрохимический анализ активного ила

Гидрохимический анализ активного ила выполняется самостоятельно или в комплексе с гидробиологическим анализом (в соответствии с Методическим руководством по гидробиологическому и бактериологическому контролю процесса биологической очистки на сооружениях с аэротенками ПНД Ф СБ 14.1.77-96). В одной и той же пробе выполняются гидробиологический анализ активного ила и гидрохимические определения: доза ила по объему и весу, иловой индекс, прозрачность надиловой воды. Гидрохимические определения характеризуют основные свойства активного ила: формирования компактных хлопьев, седиментации, диспергирования хлопьев и склонность их всплывать на поверхность после отстаивания, степень минерализации. В целом, эти свойства активного ила определяют его способность эффективно сорбировать на свою поверхность и окислять загрязняющие вещества и, тем самым, извлекать их из сточных вод, а также самому отделятся от очищенной воды при отстаивании.

Измерения проводят с целью определения соответствия физических характеристик активного ила, сырого осадка нормам технологического регламента и использования результатов измерений для управления технологическим процессом очистки сточных вод.

1.1 *Условия безопасного выполнения гидрохимического анализа активного ила*

Гидрохимический анализ по настоящей методике выполняется гидробиологом, химиком или лаборантом, получившими специальную квалификацию, овладевшими техникой гидрохимического анализа и приемами работы с активным илом.

При выполнении гидрохимических анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021, а также соблюдать антисептические меры предосторожности при работе с активным илом, который содержит потенциально патогенные организмы. В активном иле встречаются возбудители таких смертельно опасных инфекционных заболеваний как дизентерия, полиомиелит, гепатиты А и В. Активный ил содержит возбудителей паразитарных и глистных заболеваний.

На основании данных многолетней международной статистики травматизма, сооружения очистки сточных вод относятся к опасному производству.

Главные опасности:

– дефицит кислорода, который может возникнуть в местах отбора проб;

– высокая вероятность получения физических повреждений;

– воздействие токсических газов и испарений;

– инфицирование и высокая вероятность возможности заражения паразитарными заболеваниями при непосредственном контакте со сточными водами и активным илом;

– возгорания;

– взрывы;

– смерти от электрошока при работе с электрооборудованием и электротехникой.

Способствующие (провоцирующие) травматизм причины:

– сложная система очистки сточных вод, с которой не всегда досконально знаком персонал;

– сменная работа персонала;

– текучесть кадров: всегда есть новички, не полностью знакомые с опасностями в работе на очистных сооружениях;

– отсутствие безопасной практики работы и программ безопасности.

При отборе проб из канализационных систем, отстойников, на насосных станциях и на очистных сооружениях необходимо помнить следующее:

а) в канализационных системах существует опасность взрывов образующейся в них газовой смеси, взрывоопасные смеси газов присутствуют в колодцах, камерах, метантенках;

б) существует опасность отравления ядовитыми газами, например сероводородом (H_2S), угарным газом (CO), метаном, парами эфира, бензина, попадающими в канализацию со сточными водами;

в) можно задохнуться от недостатка кислорода;

г) можно заразиться из-за присутствия в сточных водах патогенных организмов (возбудителей инфекционных и паразитарных заболеваний), а также яиц гельминтов;

д) зоны отбора проб могут быть повышено запылены пылеобразующими реагентами (сернокислый алюминий, хлорное железо, негашеная известь, едкий натр);

ж) существует опасность получения травм в результате падения на скользкой поверхности;

и) можно утонуть, в этом отношении особенно опасно падение в аэротенк, так как вода в нем насыщенна кислородом и существуют турбулентные потоки;

к) можно получить ушибы от падающих предметов.

На очистных сооружениях отбор проб осуществляется бригадой из двух человек, прошедших инструктаж по технике безопасности и методологии отбора проб.

Персонал, отбирающий пробы активного ила, осадки, сточные воды, должен быть одет и обут в специальную одежду, для защиты рук от контакта со сточной водой необходимо использовать резиновые перчатки («Об утверждении бесплатной выдачи работникам теплой специальной одежды, специальной обуви по климатическим поясам, единым для всех отраслей экономики» Утверждены постановлением Минтруда России 31.12.97 г. № 70).

Отбор проб осуществляется с огражденных и маркированных площадок. Места отбора проб должны быть достаточно освещены, на площадках отбора проб необходимо регулярно проводить мероприятия по ликвидации скользких участков. У опасных мест в ночное время должны гореть красные сигнальные лампы.

Пробоотборщик должен иметь аптечку оказания первой помощи при отравлениях, попадании химических веществ в глаза и на кожу, запас кипяченой воды для промывания глаз.

Персонал, работающий в условиях, где есть вероятность контакта со сточными водами, должен строжайшим образом соблюдать правила личной гигиены. При отборе проб следует избегать попадания пены (присутствующей в аэротенках и на поверхности отстойников и разносящейся ветром) на одежду, руки, в глаза, так как в пене концентрируются яйца паразитов, гельминтов. Профилактически пробоотборщик и персонал, работающий с активным илом, должен принимать антигельминтные препараты.

После отбора проб следует тщательно мыть руки водой с моющим средством; протирать руки 96%-ным раствором этилового спирта.

Работа с активным илом в лаборатории имеет следующие особенности: соприкосновение с потенциально загрязненными материалами (сточные воды, активный ил); возможность получения ожогов при работе с щелочами и кислотами, возможность порезов заражения крови через раны; возможность ожогов и повреждений при работе с оборудованием (сушильный шкаф, центрифуги и прочее).

Поэтому при работе с активным илом следует соблюдать дополнительные меры предосторожности:

– работать в спецодежде;

– следить за состоянием кожи на лице и руках, раны и ссадины смазывать йодом;

– не допускать разбрызгивания или попадания сточных вод на руки, поверхность стола, оборудование, одежду;

– пользоваться резиновыми перчатками, тщательно убирать и вытирать рабочее место, дезинфицировать руки спиртом после работы;

– мыть руки дезинфицирующим мылом перед каждым приемом воды и пищи;

– принимать пищу только в специально отведенном для этой цели помещении;

– не трогать руками во время работы с активным илом губы, нос, глаза;

– не брать пипетки и микропипетки в рот, при отборе пипеткой сточных вод или активного ила использовать груши;

– своевременно мыть бывшие в употреблении стеклянные предметы горячей водой с мылом.

Меры против рассеивания потенциально заразного материала из лаборатории в окружающую среду: фильтровальная бумага и вата, употребляющиеся в лаборатории при работе со сточными водами, активным илом должны храниться перед утилизацией в специальной герметичной посуде, стерилизоваться в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение часа.

Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019. Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

1.2 *Подготовка к выполнению определений. Отбор и хранение проб*

Предварительная подготовка к отбору проб должна предусматривать обеспечение полной безопасности работ, разработку программы отбора проб, подготовку посуды, пробоотборников, мест хранения отобранных проб, а также подготовку рабочего места для обработки доставленных в лабораторию проб.

1.2.1 *Подготовка пробоотборников, посуды*

Пробоотборники, используемые для отбора проб активного ила, сырого осадка должны обеспечивать неизменность состава отбираемой пробы, то есть не вносить в пробу элементов коррозии, не адсорбировать (адсорбция — относительное увеличение содержания молекул или атомов на поверхности твердого тела по сравнению с их содержанием в окружающей водной среде) и не абсорбировать (абсорбция — поглощение вещества из воды объемом другого вещества, например, хлопьями ила) на стенках загрязняющие вещества. Пробоотборники должны обеспечивать возможность отбора с определенной глубины.

Прежде всего, необходимо исключить использование в лабораториях пробоотборников, изготовленных из неинертных, окисляемых и ржавеющих материалов. Предпочтительно использовать пробоотборники, изготовленные из стекла и нержавеющей стали, можно использовать пробоотборники из эмалированных металлов, но следует следить за их целостностью, нарушение целостности эмалированной поверхности является основанием немедленного прекращения использования таких пробоотборников. При отборе проб вручную вместимость емкости должна быть не менее 500 $см^3$, объем не должен превышать 3 $дм^3$, оптимальный — 1–2 $дм^3$. Если отобранные вручную пробы используются для подготовки составных проб (например, сырого осадка), вместимость применяемых емкостей должна быть четко установлена отметками объема, что позволит отбирать составные пробы с точностью ± 5%.

Для обеспечения возможности отбора с определенной глубины и получения представительной пробы, необходимы закрытые пробоотборники, которые открываются лишь в момент взятия пробы ила, воды. Лучшим пробоотборником для отбора пробы на определенной глубине, является пробоотборник, используемый для отбора проб на анализ БПК. Такой пробоотборник может быть изготовлена кустарно. Это склянка емкостью от одного до двух литров, которая закрепляется на шесте в металлическую оправу с утяжеленным дном; на шесте яркой, несмываемой краской отмечается глубина погружения. Горло склянки крепится зажимом к шесту. Крышка привязана веревкой, что обеспечивает возможность после погружения шеста на необходимую глубину, дернуть за веревку, открыть крышку на определенной глубине и наполнить склянку водой.

Посуда, используемая для отбора, хранения проб и гидрохимического анализа активного ила должна соответствовать требованиям ГОСТ Р 51592-2000.

Посуда, используемая для отбора и хранения проб должна обладать высокой механической прочностью, стойкостью к воздействию химических веществ, высоких температур и замораживанию, иметь удобную форму, небольшой вес.

Посуда должна легко мыться, не деформироваться при горячей сушке. Пробки, используемые для укупоривания проб должны обеспечивать герметичность проб.

Посуда, используемая для отбора и хранения проб, а также пробки для этой посуды не должны:

– допускать потери из-за поглощения и испарения;

– являться причиной загрязнения отбираемой пробы, то есть изменения ее состава;

– абсорбировать или адсорбировать содержащиеся в воде компоненты;

– вступать в реакцию с соединениями, находящимися в пробе.

Для отбора, транспортировки и хранения в лаборатории проб активного ила, сырого осадка, сточных вод используются обычно широкогорлые бутыли или банки (диаметр горла не менее 55 мм) из темного боросиликатного стекла, полиэтилена, политетрафторэтилена, или посуду из нержавеющей стали.

Обычное стекло разрушается водой, при хранении проб в воду переходят катионы цинка, кальция, магния, калия натрия и анионы хлора, серы и пр. Посуда из полиэтилена, даже химически стойкая, хорошо адсорбирует нефтепродукты, жиры, масла, детергенты, пестициды, азотную, соляную и другие кислоты. По этой причине предпочтение отдается стеклянной посуде, однако, поскольку продукты выщелачивания стекла могут загрязнять пробу при хранении, следует использовать старые стеклянные склянки (достаточно выщелоченные) для отбора и хранения проб.

Посуда для отбора и хранения проб должна быть пронумерована несмываемой краской или карандашом по стеклу в процессе предварительной подготовки к отбору проб.

1.2.2 *Мытье пробоотборников, посуды*

Посуду, предназначенную для отбора, хранения проб и анализа, тщательно моют синтетическим моющим средством, промывают водой, обрабатывают хромовой смесью, промывают водопроводной водой, затем 3–4 раза дистиллированной водой. Дистиллированную воду используют для удаления солей или часто присутствующих загрязняющих веществ, содержащихся в водопроводной воде. Поверхность стекла должна быть совершенно чистой. Капля воды, нанесенная на стекло, должна равномерно растекаться по нему, не собираясь в мелкие капельки, что является признаком того, что стекло хорошо обезжирено.

Особое внимание следует уделить процедуре мытья пробоотборников. Для отбора проб используется несколько пробоотборников (количество соответствует точкам отбора проб). После отбора проб пробоотборники предварительно очищают раствором кальцинированной соды, тщательно моют синтетическим моющим средством, промы-

вают водой, обрабатывают хромовой смесью, промывают водопроводной водой, затем 3–4 раза дистиллированной водой.

При использовании хромой смеси следует соблюдать определенные правила. Хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями. Для приготовления хромовой смеси в концентрированную серную кислоту добавляют 5% размельченного в порошок кристаллического двухромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до его растворения. Для приготовления хромовой смеси можно применять также двухромовокислый натрий, который растворяют в воде, а затем в раствор осторожно добавляют серную кислоту.

Смесь готовят из расчета:

Вода.....100 $см^3$

Двухромовокислый натрий.....6 г

Серная кислота.....100 $см^3$

Хромовую смесь лучше применять слегка подогретой (до 40–50 °С), тогда она действует сильнее. Подогреть хромовую смесь можно отлив некоторое количество хромовой смеси в колбу, которую подогревают на горячей водяной бане; можно также отмываемый предмет предварительно сполоснуть горячей водой.

При мытье хромовой смесью сначала посуду споласкивают водой, а потом наливают слегка подогретую хромовую смесь до 1/3–1/4 объема сосуда, осторожно и медленно смачивая его внутренние стенки. После этого хромовую смесь выливают обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем стараются смочить ею оставшиеся не смоченными стенки посуды и наиболее загрязненные ее края. Слив всю жидкость, посуду оставляют постоять несколько минут, затем ее моют сначала водопроводной, потом дистиллированной водой. Сильно загрязненную посуду моют хромовой смесью несколько раз. Хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком дальнейшей непригодности для мытья.

Нужно избегать попадания в хромовую смесь спиртов — этилового или метилового. В результате этого раствор приобретает зеленую окраску и делается непригодным для дальнейшего применения. Если посуда загрязнена солями бария, мыть ее хромовой смесью, содержащей серную кислоту, нельзя, так как получающийся сернокислый барий образует на стенках посуды трудно удаляемый осадок.

Хромовая смесь очень сильно действует на кожу и одежду, поэтому обращаться с ней следует осторожно. Если хромовая смесь попадает на руки или одежду, их следует, прежде всего, обмыть большим количеством воды, затем раствором соды или аммиака.

1.2.3 *Сушка пробоотборников, посуды*

Чистую посуду можно сушить: а) методом холодной сушки (без нагревания); б) методом горячей сушки (при нагревании).

Самый распространенный способ холодной сушки посуды — это сушка на столах для сушки. Стол для сушки — обычный стол, в крышке которого прорезаны круглые отверстия (гнезда) различного диаметра. Вымытую посуду опрокидывают и помещают в гнездо или над гнездом соответствующего диаметра. Таким образом, внутренняя поверхность сосуда не может загрязниться. Чтобы стекающая из посуды вода не попадала на пол, на некотором расстоянии под крышкой стола устанавливают плоскую воронку из жести, посредине которой устраивается сток.

Самым распространенным методы сушки посуды при нагревании является сушка в сушильном шкафу. В сушильный шкаф посуду ставят после того, как она некоторое время постояла перевернутой для удаления воды. Сушку проводят при160 °С в течение часа в сушильном шкафу или подвергают автоклавированию (за исключением мерной) при 121 °С и давлении 1,05 кг/см^2 в течение 15 минут. Стекло, полипропилен и тефлон можно подвергать автоклавированию.

Градуированную посуду сушить при такой температуре нельзя, так как может измениться ее объем. На полку сушильного шкафа следует положить кусок чистой фильтровальной бумаги. Посуду при высушивании в сушильном шкафу не следует ставить вверх дном, так как это замедляет улетучивание паров воды. После сушки в сушильном шкафу посуду сразу применять нельзя, ей надо дать остыть. Химически чистую посуду хранят с закрытыми стеклянными притертыми пробками или завинчивающимися крышками в защищенных от пыли ящиках лабораторного стола или на закрытых полках, стеллажах и т.п.

1.2.4 *Выборочный контроль чистоты посуды, пробоотборников*

Выборочный контроль чистоты пробоотборников и посуды, применяемой для отбора проб и анализа, проводится в лаборатории под руководством ответственного за качество. Процедура такого контроля должна быть прописана (документированная процедура управления отбором проб приведена в приложении А).

Проверяют каждую десятую, двадцатую или пятидесятую емкость или пробоотборник, а также визуально сомнительные емкости. Частота контроля зависит от стабильности получаемых в лаборатории результатов. Отобранную вымытую емкость наполняют дистиллированной водой на 2/3 объема, тщательно вручную встряхивают в течение одной минуты и измеряют содержание загрязняющих веществ в дистиллированной воде по ГОСТ 6709-72 «Дистиллированная вода. Технические условия». Если содержание указанных веществ не превышает норм, указанных в ГОСТ, чистота посуды признается удовлетворительной.

Факт подготовки и передачи чистой посуды для отбора проб регистрируется в специальном журнале.

1.2.5 *Подготовка бюксов, тиглей и эксикаторов*

Тигли необходимо проверить на термостойкость прокаливанием в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 30 минут. Вымытые тигли, бюксы пронумеровать, высушить в сушильном шкафу при температуре 105–115 °С в течение двух часов.

Далее тигли, бюксы перенести в эксикатор для охлаждения в течение 30 мин, после чего взвесить их с точностью 0,0001 г. Затем снова поставить на 30 мин в сушильный шкаф. Охлаждение и взвешивание повторить. Тигли, бюксы считать доведенными до постоянной массы, если разница двух последних взвешиваний не превышает 0,0001 г. Для подготовки эксикатора необходимо заполнить его нижнюю часть свежепрокаленным хлоридом кальция. Операцию повторять не реже одного раза в месяц. Пришлифованную поверхность крышки эксикатора смазать тонким слоем вазелина.

1.2.6 *Отбор и хранение проб*

Общие процедуры отбора проб определены в ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб». Требования к процедуре отбора проб изложены в разделе 5.7 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000.

Основное условие отбора проб: отбор репрезентативной пробы (от англ. representative — представительный, показательный). Репрезентативной считается такая проба, которая в максимальной степени характеризует качество исследуемой среды по определяемому показателю, является типичной и не искаженной вследствие воздействия каких-либо факторов.

Отбор проб активного ила подразделяется на плановый и внеплановый. Плановый отбор проб (например, при производственном контроле очистных сооружений) осуществляется с периодичностью, установленной в графике аналитического контроля, который составляется производственной лабораторией или экологической службой предприятия, утверждается ответственным лицом предприятия, согласуется контролирующими организациями. При плановом контроле гидрохимический анализ активного ила осуществляется со следующей периодичностью: определение массовой концентрации активного ила, дозы ила по объему и илового индекса, а также прозрачности надиловой воды — ежедневно. Зольность активного ила, сырого осадка определяется один раз в декаду. Микроскопирование ила гидробиолог очистных сооружений производит один раз в декаду.

Внеплановый контроль активного ила осуществляется: при проведении оценок исполнения замечаний предыдущего акта проверки, при аварийных сбросах загрязняющих веществ в окружающую среду или систему канализации; при нарушении свойств активного ила. Внеплановый контроль также назначается в период, когда работа сооружений дестабилизируется какими-либо чрезвычайными обстоятельствами (поступление на очистку токсичных сточных вод, нарушение технологического режима, реконструкция очистных сооружений и т.д.), или требуется более регулярное и тщательное наблюдение за всеми основными характеристиками активного ила.

Внеплановый контроль может проводиться по просьбе заказчика или по решению контролирующего органа. В соответствии с требованиями Федерального закона «О защите прав юридических лиц и индивидуальных предпринимателей при проведении государственного контроля (надзора)» № 134-ФЗ, принятого Государственной Думой 14 июля 2001 года, внеплановый контроль контролирующими природоохранными

организациями проводится только для контроля исполнения предписаний, при аварийных ситуациях, при угрозах загрязнения окружающей среды или нанесения ущерба здоровью населения. Внеплановый контроль активного ила назначается при внеплановом контроле очистных сооружений, который проводится на основании приказов органов государственного контроля с указанием целей, задач проверки, ответственного лица проводящего проверку и даты начала и окончания проверки. Приказ предъявляется вместе с удостоверением проверяющего перед началом проведения проверки. Замена проверяющего не допускается.

Пробы активного ила на определение массовой концентрации активного ила, дозы ила по объему и илового индекса, а также прозрачности надиловой воды отбираются ежедневно разовые («точечные» по ГОСТ Р 51592; в англоязычной нормативной и методической литературе — «выхваченная»), путем однократного отбора необходимого количества иловой смеси. Один раз в декаду на вышеперечисленные показатели отбирают составные пробы: через каждый час отбирают всего четыре пробы (так, чтобы общее время отбора составной пробы не превышало четырех часов, при хранении отдельных проб в холодильнике), смешивают, доводят их температуру до 18 °С и определяют гидрохимические показатели активного ила. Зольность активного ила, сырого осадка определяется один раз в декаду. Пробы активного ила, сырого осадка на определение зольности отбираются составные (средние, сборные). Составные пробы («составная» по ИСО 5667-10:1992(Е); ГОСТ Р 51592) составляется из нескольких разовых проб активного ила, осадка. Отбор проб возвратного ила на определение зольности осуществляется в декадный анализ из среднедневной пробы, составленной из разовых, отобранных каждый час за период 6–7 часов. Возвратный ил отбирают из-под «гуся» или в зоне подачи ила из вторичных отстойников в регенераторы или аэротенки. Если труба подачи возвратного ила заглублена, пробы отбирают батометром-бутылкой на глубине подачи ила, в зоне максимального перемешивания. Объем разовой пробы составляет 0,02–0,03 дм^3, общий объем объединенной пробы 2 дм^3. Точность измерения объема пробы должна быть не менее 5% (ИСО 5667-10 «Качество воды. Отбор проб. Руководство по отбору проб сточных вод»).

При отсутствии регенераторов зольность ила определяется в сборном канале аэротенков или в конце последнего коридора аэротенка.

Отбор проб сырого осадка из первичных отстойников на определение зольности осуществляется ежедекадно. Составная проба собирается из разовых проб, которые отбирают при каждой отгрузке осадка в течение суток в день назначенного отбора проб. Таким образом, пробы отбирают 2–3 раза в сутки зачерпыванием пробоотборником из трубопровода через 3–5 минут от начала работы перекачивающего насоса трехкратно с интервалом между отборами не менее 3 мин. Объем каждой отбираемой порции осадка 0,5 дм^3. Все отбираемые порции осадка сливают в ведро и перемешивают. После последнего отбора пробу тщательно перемешивают и отбирают в стеклянную емкость,

объединенную пробу объемом 3 $дм^3$ плотно закрывают крышкой и доставляют в лабораторию.

При определении массовой концентрации активного ила, дозы ила по объему и илового индекса, а также прозрачности надиловой воды отбирают одну пробу отдельно из какого-либо узла сооружений биологической очистки (сборные каналы аэротенков, конец коридора аэротенков, регенераторы и т.д.). Проба иловой смеси в аэротенках-вытеснителях отбирается в сборных каналах аэротенков или на водосливах, т.е. перед поступлением на отстаивание во вторичные отстойники; или в конце аэротенков — 0,5–1,5 м от перелива с противоположной стороны от зоны подачи воздуха (только в случае безопасного прохода), если безопасные условия для отбора не обеспечены, пробы отбирают со стороны, на которой установлена аэрационная система, в местах интенсивного перемешивания. В аэротенках-смесителях пробы отбираются в сборных каналах или непосредственно в аэротенке, в зоне, наиболее удаленной от места поступления сточных вод.

При необходимости более подробного обследования анализируется каждый узел биологической части сооружений. В этих случаях пробы отбираются в каждом коридоре аэротенка 0,5–1,5 м от конца коридора с противоположной стороны от зоны подачи воздуха; в регенераторе в зоне регенерации, т.е. на расстоянии 0,5–1,5 м от конца регенератора; с противоположной стороны от установленной системы аэрации (при наличии условий для отбора).

При выборе места отбора проб следует учитывать следующие обстоятельства:

– в потоке вод должна быть обеспечена гомогенность (однородность), поэтому отбирать следует в местах интенсивного перемешивания;

– необходимо отбирать пробу в середине потока, где частицы переносятся с наибольшей скоростью, поэтому обеспечивается наименьшее осаждение частиц активного ила;

– следует избегать запруженных мест или зон застоя, где частицы ила склонны к осаждению;

– следует избегать мест с плавающими отбросами (на них концентрируются активный ил, взвешенные вещества, коллоидные органические вещества); с плавающими жирами, пятнами нефти;

– при отборе проб из трубы, следует избегать отбора активного ила со дна трубы, отбор проб в трубе осуществляется только в середине потока.

Для получения репрезентативных данных о состоянии флокулообразования активного ила, его седиментационных свойств, получения точных количественных и качественных характеристик состояния биоценоза необходимо, чтобы такие показатели, как концентрация активного ила по объему и весу, иловой индекс, прозрачность надиловой воды, подсчет индикаторных организмов активного ила выполнялись в одной пробе.

Степень заполнения банок пробой активного ила, воды может повлиять на изменение состава пробы при транспортировке и хранении проб. Недостаточное заполнение посуды пробой воды, при сильном встряхивании при транспортировке, может привести к:

– разбиванию агрегатов активного ила, измельчение взвешенных частиц;

– потере летучих фракций по причине взаимодействия с газовой фазой;

– окислению веществ и осаждению по этой причине соединений тяжелых металлов (закисное железо);

– деградации органических веществ, присутствующих в пробе.

Наполнение бутыли водой под пробку создает условия отсутствия воздуха и кислорода под пробкой, уменьшает взбалтывание содержимого сосуда при транспортировке, что может привести к:

– восстановлению некоторых загрязняющих веществ или соединений за счет кислородной недостаточности и усилению токсичности за счет образования метаболитов;

– ухудшению гомогенизации при встряхивании или взбалтывании общего объема пробы.

Учитывая вышеперечисленное, при отборе проб активного ила на гидробиологический анализ банки не заполняются под крышку, а при отборе на гидрохимический анализ банки заполняются полностью, под крышку.

При необходимости в дальнейшем заморозить пробу, бутыль не следует наполнять полностью для предупреждения ее разрыва. Если пробы требуется отстаивать, центрифугировать или фильтровать, то эти процедуры должны предшествовать замораживанию.

Вначале приготовленную посуду для отбора проб ополаскивают отобранной водой. Для анализа пробу отбирают повторно. Для этого используют пробоотборник объемом не менее 500 $см^3$. Первый раз пробоотборник следует погрузить в воду на 3 мин, чтобы его температура сравнялась с температурой воды, затем пробоотборник повторно погружают на глубину 0,5 м и сразу же извлекают пробку, после наполнения бутыли пробоотборник извлекают. Иловую смесь переливают в стеклянную бутыль объемом 6 $дм^3$ (определение в двух повторностях) или в две бутыли по 3 $дм^3$ так, чтобы все содержимое ковша было вылито. Если повторные определения не проводятся, достаточно отобрать 3 $дм^3$. Отбор повторяют до тех пор, пока не наберется 5,8–5,9 $дм^3$ иловой смеси. Банки или флаконы, заполняют до краев и закрывают без пузырьков воздуха пришлифованными стеклянными пробками или полиэтиленовыми крышками. Под полиэтиленовые крышки подкладывают стерильные тефлоновые прокладки или из алюминиевой фольги. Пробы упаковывают в деревянные ящики для переноски проб и прокладывают бумагой или ветошью. Отобранная проба снабжается этикеткой, на которой указывается дата, время и место отбора. При взятии проб измеряют температуру иловой смеси. Для этого используют термометры с ценой деления 0,1 °С. Для определения температуры на месте взятия пробы, 1 $дм^3$ воды наливают в склянку, нижнюю часть

термометра погружают в воду и через 5 мин отсчитывают показания, держа его вместе со склянкой на уровне глаз. Точность определения ±0,5 °С. Бутыль немедленно доставляют в лабораторию.

Пробы на гидрохимический анализ активного ила не консервируют. Пробы активного ила на определение дозы ила по объему и весу, илового индекса, прозрачности надиловой воды не рекомендуется хранить. Время от отбора пробы до ее анализа необходимо сократить до минимума, к анализу следует приступать сразу после отбора пробы, но не позднее 6 часов с момента взятия пробы, после того как температура смеси активного ила сравняется с температурой помещения. При невозможности проведения анализа в указанный срок пробы активного ила охлаждают до +4 °С. Хранить пробы следует не более 24 часов после отбора при температуре 3–4 °С.

Хранить пробы активного ила и сырого осадка на определение зольности следует не более трех суток при температуре +2–+4 °С. Перед началом выполнения измерений температуру иловой смеси или осадка доводят до комнатной температуры.

При необходимости перевозки проб в удаленную от очистных сооружений лабораторию, проба на гидробиологический анализ отбирается отдельно, не заполняется под крышку (см. «Методическое руководство по гидробиологическому и бактериологическому контролю процесса биологической очистки на сооружениях с аэротенками ПНД Ф СБ. 14.1.77-96»). Для лучшей сохранности в жаркую погоду пробы транспортируют в контейнерах-холодильниках при температуре от +4 °С до +10 °С. В холодный период года контейнеры должны быть снабжены термоизолирующими прокладками, обеспечивающими предохранение проб от промерзания. При транспортировке не следует держать пробы на свету.

При отборе пробы составляют акт или протокол отбора проб по утвержденной форме. На бутыль наклеивают водостойкую этикетку или пишут несмываемым водой маркером с указанием номера пробы, места, даты и времени ее отбора.

Пробы, поступающие в лабораторию для исследования, регистрируют в журнале учета с обязательным указанием числа емкостей и номера протокола отбора проб для каждой пробы.

В лаборатории содержимое бутыли с отобранной пробой тщательно перемешивается и разливается в двух повторностях следующим образом для одной повторности:

а) 1 $дм^3$ — в литровый мерный цилиндр, калиброванный от самого дна для определения дозы ила по объему;

б) 1,5 $дм^3$ — в склянку для отстаивания и определения прозрачности надиловой воды;

в) 100 $см^3$ — в цилиндр объемом 100 $см^3$ для определения дозы ила по весу;

г) 100 $см^3$ — в стакан для гидробиологического анализа и хранения.

2 Методика выполнения измерений массовой концентрации активного ила

2.1 *Назначение и область применения*

Методика определения массовой концентрации активного ила предназначена для измерений дозы активного ила по весу в пробах из аэротенков, сборных каналов аэротенков, регенераторов, труб подачи возвратного ила в лабораторных условиях.

2.2 *Принцип метода*

Метод заключается в фильтровании определенного объема иловой смеси с последующим высушиванием и взвешиванием осадка. Характеризует сухое вещество активного ила, выраженное в г/дм^3.

2.3 *Метрологические характеристики*

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Диапазон измерений массовой концентрации активного ила, г/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, % $P = 0,95$, $n = 2$
От 0,10 до 1,0 вкл.	25	7	12	19
Св. 1,0 до 5,0 вкл.	12	4	6	11
Св. 5,0 до 13 вкл.	10	3	5	8

2.4 *Средства измерений, посуда, материалы*

Для проведения определений по данной методике применяют следующие средства измерений, материалы и реактивы:

весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания 200 г (ГОСТ 24104-2001);

меры массы (ГОСТ 7328-2001);

холодильник бытовой, обеспечивающий хранение проб (от +2 °С до +4 °С);

насос вакуумный любого типа, например, водоструйный стеклянный (ГОСТ 25336-82) с приемником объемом 1000 см^3;

сушильный электрический шкаф общелабораторного назначения (ТУ 64-1-909-80);

цилиндры вместимостью 100 см^3 второго класса точности (ГОСТ 1770-74);

воронки лабораторные (ГОСТ 25336-82);

воронки Бюхнера (диаметром 10 см) с колбой Бунзена;

стаканчики для взвешивания (бюксы) диаметром 30, 40 мм (ГОСТ 25336-82);

эксикаторы с крышкой (ГОСТ 25336-82);

бутыли, кристаллизаторы произвольного объема для замачивания и мытья посуды;

склянки и банки стеклянные с винтовым горлом, с прокладкой и крышкой или с притертой пробкой для отбора и хранения проб вместимостью 500, 1000, 2000, 3000 $см^3$ (ТУ 6-19-6-70);

фильтры бумажные обеззоленые «белая лента» диаметром 11 см (ГОСТ 12026-76);

вода дистиллированная (ГОСТ 6709-72).

Примечание — Допускается применение других средств измерений, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

2.5 *Условия безопасного выполнения анализа. Подготовка к выполнению измерений, отбор проб*

Условия безопасного выполнения анализа по пункту 1.1. Подготовка к выполнению измерений, отбор и хранение проб по пункту 1.2.

2.6 *Выполнение измерений*

2.6.1 В сушильный шкаф ставят открытые пронумерованные бюксы с помещенными в них на треугольник обеззоленными бумажными фильтрами (белая лента диаметром 11 см). После того, как температура установится на 105 °С, отмечают время и сушат 1 час, затем повышают температуру до 120 °С и сушат еще 30 минут. В шкафу фильтры вкладывают в бюксы, закрывают, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

2.6.2 Отобранную иловую смесь выдерживают в лабораторном помещении, пока ее температура не сравняется с комнатной. После этого иловую смесь тщательно перемешивают, наливают в цилиндр вместимостью 100$см^3$ и фильтруют этот объем через (предварительно высушенный и взвешенный) бумажный фильтр с помощью водоструйного насоса через воронку Бюхнера. Иловую смесь равномерно распределяют по поверхности фильтра. После того, как иловая смесь вся пройдет через фильтр, цилиндр тщательно споласкивают небольшим количеством дистиллированной воды, которую также отфильтровывают.

2.6.3 Повторяют процедуру по 2.6.2.

2.6.4 Каждый фильтр с иловой смесью, сохраняющий форму воронки, накладывают на соответствующий бюкс и помещают в холодный сушильный шкаф, крышку бюкса помещают рядом с бюксом. Весь анализируемый материал размещают в шкафу, дверцу его закрывают, шкаф включают и при 120 °С пробы выдерживают до постоянного веса, пока разница между результатами двух последних взвешиваний будет не более 0,0001 г. Первое взвешивание бюксов производят через 30 мин высушивания.

Перед взвешиванием шкаф выключают, каждый фильтр осторожно, чтобы не потерять осадок, складывают и помещают в соответствующий бюкс. После этого с помощью специальных щипцов бюксы закрывают крышками и переносят из шкафа в эксикатор.

После того, как бюксы в эксикаторе охладятся до комнатной температуры, начинают взвешивание ила. Перед взвешиванием тщательно проверяют соответствие номеров крышек и бюксов. Бюксы с фильтрами, закрытые крышками, взвешивают, вычитая начальную массу бюкса с фильтром.

2.7 *Обработка результатов*

2.7.1 Дозу ила по весу d, г/дм^3, рассчитывают по формуле (2.1)

$$d = \frac{(a-b)\cdot 1000}{V}, \qquad (2.1)$$

где a и b —вес бюкса с осадком и без осадка соответственно, г; 1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3; V — объем отфильтрованной пробы, см^3.

2.7.2 Контроль приемлемости проводят по (2.7.3–2.7.4), при этом принимают X равным d, г/дм^3, и применяют показатели точности по таблице 2.1.

2.7.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие (2.2)

$$\frac{2\cdot\left|X_{i1}-X_{i2}\right|\cdot 100}{(X_{i1}+X_{i2})} \le r_i, \qquad (2.2)$$

где X_{i1}, X_{i2} – результаты параллельных определений массовой концентрации i-го компонента, г/дм^3; r – значение предела повторяемости i-го показателя, %.

2.7.4 Если условие (2.2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (2.3)

$$\frac{4\cdot\left|X_{i\max}-X_{i\min}\right|\cdot 100}{(X_{i1}+X_{i2}+X_{i3}+X_{i4})} \le CR_{i0,95}, \qquad (2.3)$$

где $X_{i\max}, X_{i\min}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации i-го компонента, г/дм^3; $CR_{i0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n результатов определений.

$$CR_{i0,95} = f(n)\cdot\sigma_{ir}, \qquad (2.4)$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона.

Для $n = 4$

$$CR_{i0,95} = 3{,}6\cdot\sigma_{ir}, \qquad (2.5)$$

где σ_{ir} — показатель повторяемости i-го компонента, %.

Если условие (2.3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

2.7.5 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X_i} \pm 0{,}01 \cdot \delta_i \cdot \overline{X_i}, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $\overline{X_i}$ — среднее арифметическое значение результатов n определений i-го компонента, признанных приемлемыми по 1.7.3, 1.7.4, г/дм^3; $\pm\delta_i$ — границы относительной погрешности измерений i-го компонента, %.

В случае если содержание массовой концентрации компонента ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация активного ила менее 0,1 г/дм^3 (более 13 г/дм^3)».

2.8 *Контроль качества результатов измерений, при реализации методики в лаборатории*

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р. ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 6.2.3 ГОСТ Р. ИСО 5725-6-2002. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену калиброванной посуды, проверяют работу оператора.

Библиография

Жмур Н.С. Методическое руководство по гидробиологическому и бактериологическому контролю процесса биологической очистки на сооружениях с аэротенками ПНД Ф СБ 14.1.77-96. — М.: АКВАРОС, 1996. — 65 с.

Международный стандарт ИСО 5667-10:1992 Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору сточных вод.

ГОСТ Р 51592-2000 «Вода Общие требования к отбору проб»

ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» Части 1–6.

Методика технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации. — М.: Стройиздат, 1977.

Приложение А

Документированная процедура управления отбором проб

№ п/п	Процедура	Ответственный исполнитель	Документальное подтверждение
1	Подготовка к пробоотбору	Пробоотборщик или лаборант или химик	Инструкция отбора проб Инструкция по ТБ
1.1	Подбор посуды, инструмента, выбор методов отбора	Пробоотборщик или лаборант или химик	Методики выполнения измерений или выписки из МВИ
1.2	Контроль посуды (сомнительные емкости или каждая 20-30-я проба передаются на контроль посуды)	Пробоотборщик или лаборант или химик	Запись выборочного контроля посуды
1.3	Контроль инструментария (пробоотборник, термометр, фильтровальная установка, батометры и пр.)	Пробоотборщик или лаборант или химик	Запись в журнале или в акте, протоколе используемого инструментария
2	Отбор проб	Пробоотборщик и лаборант, или химик и лаборант	
2.1	Регистрация процедуры и факта отбора проб	Пробоотборщик или лаборант или химик	Журнал регистрации проб, или протокол, акт отбора проб
3	Транспортировка	Пробоотборщик или лаборант или химик	Срок транспортировки указывается в протоколе, акте
4	Передача на анализ	Пробоотборщик или лаборант или химик	Регистрация проб, принятых на анализ, в рабочем журнале

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Шрифт Снеллена для чтения через столб воды при измерении прозрачности

Шрифт Снеллена № 1 для чтения через столб воды при измерении прозрачности повторен несколько раз для удобства пользования

1,0

научная санитарная оценка питьевой воды и источников водоснабжения

представляет одну из самых сложных проблем санитарной экспертизы

5 4 1 7 8 3 0 9

1,0

научная санитарная оценка питьевой воды и источников водоснабжения

представляет одну из самых сложных проблем санитарной экспертизы

5 4 1 7 8 3 0 9

1,0

научная санитарная оценка питьевой воды и источников водоснабжения

представляет одну из самых сложных проблем санитарной экспертизы

5 4 1 7 8 3 0 9

Приложение В

Свидетельства об аттестации МВИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВНИИМС ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: gost.e-ecolog.ru Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 102-07

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АКТИВНОГО ИЛА

Методика выполнения измерений массовой концентрации активного ила, разработанная ООО "АКВАРОС", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96, ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности.

Дата выдачи 11 декабря 2007 года

Заместитель директора В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой концентрации активного ила, г/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
От 0,10 до 1,0 вкл.	25	7	12	19
Св. 1,0 до 5,0 вкл.	12	4	6	11
Св. 5,0 до 13 вкл.	10	3	5	8

Начальник отдела Ш.Р. Фаткудинова

Научный сотрудник С.В. Вихрова

gost.e-ecolog.ru