Министерство жилищно-коммунального хозяйства РСФСР
Ордена Трудового Красного Знамени
Академия коммунального хозяйства им. К.Д.Памфилова

Согласовано
Минздравом РСФСР
(письмо № 07/5-427
от 07.07.87)

Утверждаю
Начальник Управления
по рациональному использованию
водных ресурсов
Минжилкомхоза РСФСР
Ю. П. Беличенко
18 сентября 1989 г.

РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО СОВЕРШЕНСТВОВАНИЮ МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕМБРАН "ВЛАДИПОР" ТИПА МФА-МА

Отдел научно-технической информации АКХ
Москва 1990

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.161.067

Изложены рекомендации по применению фильтрующих мембран "Владипор" типа МФА-МА при определении цветности, мутности, сухого остатка, растворенных и взвешенных веществ, содержания гидробионтов, железобактерий и вирусов в воде.

Рекомендации разработаны НИИ коммунального водоснабжения и очистки воды АКХ им. К.Д.Памфилова (канд.мед.наук Н.А.Русанова, кандидаты хим. наук И.В.Серякова и О.Я.Антонова) и предназначены для лабораторий ПУВКХ и СЭС.

Замечания и предложения по рекомендациям просьба направлять по адресу: 123371. Москва, Волоколамское шоссе, 87. НИИ коммунального водоснабжения и очистки воды АКХ им. К.Д.Памфилова.

© АКХ им. К.Д.Памфилова, 1990

Разработка и организация промышленного производства фильтрующих мембран "Владипор" марок МФА-МА № I-IO и фильтровальных аппаратов для микробиологического анализа воды открыли перспективу широкого использования в стране прогрессивного метода мембранных фильтров.

В последние годы НИИ коммунального водоснабжения и очистки воды разработаны "Рекомендации по применению фильтрующих мембран "Владипор" марки МФА-МА для санитарно-бактериологического анализа воды", которые вошли в Изменение № I к ГОСТ I8963-73 "Вода питьевая. Методы санитарно-бактериологического анализа". Кроме того, НИИ КВОВ совместно с трестом Росводоканалналадка и I Московским медицинским институтом им. И.М.Сеченова разработаны "Рекомендации по совершенствованию метода санитарно-бактериологического контроля качества сточных вод".

Однако санитарно-бактериологическим анализом не исчерпываются возможности использования мембранного метода при исследовании качества воды. Метод пригоден для изучения несанитарно-показательных бактерий, на этапах проведения физико-химического, органолептического, гидробиологического и вирусологического анализов качества воды.

На основании работ, проводившихся в институте в течение I985-I987 гг., разработаны рекомендации по применению мембран "Владипор" типа МФА-МА при определении цветности, мутности, которые вошли в Изменение № I к ГОСТ 3351-74 "Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности"; разработаны также рекомендации по применению указан-

ных мембран при определении сухого остатка, растворенных и взвешенных веществ, содержания гидробионтов, железобактерий и вирусов в воде.

Рекомендации предназначены для лабораторий ПУВКХ, исследующих качество природной, питьевой и сточной воды, а также для лабораторий СЭС.

В апробации рекомендаций участвовали лаборатории Северной и Западной водопроводных станций Москвы, центральная лаборатория ПУВКХ г. Ярославля, лаборатория станции очистки сточных вод г. Ходорова и лаборатория станции физико-химической очистки сточных вод г. Радвилишкиса (ЛитССР).

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I. Мембраны "Владипор" марок МФА-МА № I-IO выпускает Казанское ПО "Тасма" им. В.В.Куйбышева (ТУ 6-05-1903-81).

Для исследования качества вод используют мембраны с диаметром диска 35±2 мм.

2. Фильтровальное устройство, в которое монтируется мембрана, избирается с учетом цели фильтрования. Если исследуют взвесь, выделяемую из пробы воды, наиболее удобно использовать фильтровальный аппарат для микробиологических анализов воды (индекс АФ), выпускаемый заводами Минжилкомхоза РСФСР. Могут быть использованы аналогичные аппараты, имеющиеся в лабораториях водопроводных станций, а также фильтровальные системы, смонтированные из колбы Бунзена, воронки Зейтца (или другой пригодной воронки), водоструйного (или другого создающего разрежение) насоса. Если исследованию подлежит фильтрат, фильтровальное устройство должно иметь емкость для сбора его. Может быть использована упомянутая система с колбой Бунзена. Так же, как воронку Зейтца, с нею можно смонтировать фильтровальную секцию, изъятую из общего коллектора фильтровального аппарата для микробиологических анализов воды (отверстие, где она крепилась в аппарате, следует закрыть резиновой пробкой).

3. Мембраны готовят к работе кипячением следующим образом: на дно сосуда, в котором производят кипячение (химический стакан, эмалированная кастрюля и т.п.), помещают "сторож для молока" или нержавеющую сетку для ограничения бурного кипения. Дистиллированную воду заливают в этот сосуд в небольшом объеме, ограничивающем свободное вращение в ней фильтрующих мембран, но достаточном для того, чтобы фильтрующие мембраны оказались при погружении покрытыми водой. Температуру дистиллированной воды доводят в сосуде до 80-90°С и убавляют нагрев. После этого на поверхность воды по одной помещают фильтрующие мембраны, визуально проверенные на отсутствие трещин, отверстий, пузырей и т.д. Воду с помещенными в нее мембранами медленно доводят до кипения и кипятят на слабом огне в течение 10-15 мин. Затем эту воду сливают и заменяют небольшим количеством (чтобы покрыть фильтрующие мембраны) дистиллированной воды. После этого фильтрующие мембраны готовы к употреблению. Повторного кипячения фильтрующих мембран не требуется.

Если работа не требует стерильности, длительность кипячения может быть сокращена до 3-5 мин. При этом происходит меньшая усадка фильтров, несколько менее выражена их овальность. При использовании мембран в кустарных, самодельных фильтровальных аппаратах, изготовленных по типу Рублевского, это может иметь положительное значение.

4. Отбор проб, транспортирование, хранение, предобработка, подготовка фильтровального аппарата, а также этапы анализа, следующие за фильтрованием, выполняются в соответствии с принятыми для данного анализа методиками.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНОСТИ

Цветность воды определяют фотометрическим путем сравнения проб испытуемой жидкости с растворами, имитирующими цвет природной воды.

Одним из этапов анализа является фильтрование исследуемой воды и контрольной дистиллированной воды через мембранный

фильтр. Используют прокипяченные фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 5, 6, 7 и 8 (любой из названных номеров) с фильтровальными устройствами, в которых возможен сбор фильтрата.

Другие этапы подготовки к анализу и определения цветности проводят в соответствии с ГОСТ 3351-74 "Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности" (п. 4).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МУТНОСТИ

Мутность воды определяют фотометрически - путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями.

Одним из этапов анализа является фильтрование испытуемой воды с целью получения фильтрата, используемого в качестве контрольной жидкости при определении оптической плотности исследуемой пробы воды.

Применяют прокипяченные фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 5, 6, 7 и 8 (любой из названных номеров) с фильтровальными устройствами, в которых возможен сбор фильтрата.

Другие этапы подготовки к анализу и определения мутности осуществляют в соответствии с ГОСТ 3351-74 "Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности" (п. 5).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ

Взвешенные вещества представляют собой не растворимые в воде загрязнения. Их определяют гравиметрически после задержки на фильтре.

Выбор метода задержки взвешенных веществ зависит от их характера. Метод с использованием мембранных фильтров применяют при наличии в сточной или природной воде тонкодисперсной взвеси, которая не задерживается беззольными фильтратами, и в случаях, когда количество взвешенных веществ в воде ниже 10 мг/л. Этот метод гарантирует задержку взвешенных веществ, частицы которых имеют размер 1 мкм и выше.

Противопоказанием к применению метода мембранных фильтров для определения взвешенных веществ является наличие в исследуемой сточной и реже природной воде гигроскопических взвешенных веществ, задержка которых на мембранных фильтрах препятствует требующемуся в процессе анализа доведению мембран до постоянной массы при высушивании.

Применяют прокипяченные мембраны "Владипор" марки МФА-МА № 9, 10. Избыток влаги с мембран после кипячения удаляют, промокая их о фильтровальную бумагу. Мембраны перекладывают в пронумерованные бюксы и сушат до постоянной массы при 105 ± 2°С в течение 30–45 мин. Пронумерованную крышку от бюкса при высушивании помещают рядом с бюксом. По истечении 45 мин бюкс закрывают соответствующей крышкой, переносят на 20–30 мин для охлаждения в эксикатор и взвешивают.

Пробу анализируют не позднее чем через 1 сут без консервации. Тщательно перемешанную исследуемую воду переносят в несколько приемов в мерную емкость.

При содержании взвешенных веществ 5–10 мг/дм^3 объем фильтруемой пробы 0,2–0,4 дм^3; если взвешенные вещества находятся в пределах 10–50 мг/дм^3, объем пробы 0,2–0,5 дм^3 Погрешность такого определения находится в допустимых пределах: не превышает 20% (при p = 0,095). Когда концентрация взвешенных веществ более 50 мг/дм^3, объем пробы 0,05 дм^3. При этом погрешность определения еще меньше: 5–10%.

Перед началом фильтрования высушенный фильтр смачивают в дистиллированной воде и закладывают в фильтровальное устройство. Фильтруют при разрежении отмеренный объем воды. Ускорить процесс при необходимости можно путем фильтрования пробы через несколько последовательно сменяемых мембран, можно пробу из цилиндра заливать без дополнительного перемешивания в фильтровальную воронку небольшими порциями. Последнюю порцию хорошо взбалтывают, после чего фильтруют. Цилиндр и стенки воронки несколько раз ополаскивают небольшими объемами дистиллированной воды; полученную взвесь фильтруют.

По окончании фильтрования мембранный фильтр с осадком высушивают в открытом бюксе в течение 45–60 мин, охлаждают,

закрыв бюкс крышкой, в эксикаторе, взвешивают. После этого проводят повторное высушивание в течение 15-20 мин и повторное взвешивание после охлаждения. Высушивание до постоянной массы считается достигнутым, если разница между массами при взвешивании после первого и после повторного высушивания (как фильтров без осадка, так и фильтров с осадком) не превышает 0,0002 г.

Расчет производят по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{V} 1000 ,$$

где X - содержание взвешенных веществ, мг/дм^3; m_1 - масса бюкса с фильтром и осадком, мг; m_2 - масса бюкса с чистым фильтром, мг; V - объем анализируемой пробы, см^3.

П р и м е р. Профильтрована проба 500 см^3 воды. Масса бюкса с фильтром и взвесью 21065,8 мг, масса бюкса с чистым фильтром 21054,4 мг. Содержание взвешенных веществ

$$\frac{21065,8 \text{ мг} - 21054,4 \text{ мг}}{500 \text{ см}^3} 1000 = 22,8 \text{ мг/дм}^3.$$

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ОСТАТКА, РАСТВОРЕННЫХ ВЕЩЕСТВ

Термин "Сухой остаток" применяется при исследовании природных (ГОСТ 17.1.3.03-77 "Правила выбора и оценка качества источников централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения") и питьевых вод (ГОСТ 18164-72 "Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка). Термин "Растворенные вещества" используется при исследовании сточных вод ("Методика технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации".-М.: Стройиздат, 1977). Этими терминами обозначают один и тот же обобщенный показатель качества вод, определяющий содержание нелетучих растворенных и коллоидных примесей неорганического и органического характера. Это остаток, получающийся при выпаривании досуха профильтрованной исследуемой воды, высушенный при температуре 105°С, исследуемый гравиметрически.

Первым этапом анализа является фильтрование исследуемой пробы воды, которое проводится через бумажный или мембранный фильтр в целях освобождения пробы от взвешенных примесей. Применение мембранного фильтрования незаменимо, если в воде присутствует тонкодисперсная взвесь.

Используют прокипяченные фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 9, 10 с фильтровальными устройствами, в которых возможен сбор фильтрата. Объем исследуемой пробы питьевой воды не менее 300 $см^3$, очищенной городской сточной жидкости– не менее 100 $см^3$. Пробы не консервируют, исследуют сразу или не позже чем через сутки.

Получаемый фильтрат должен быть визуально прозрачен. Его выпаривают, высушивают и исследуют гравиметрически в соответствии с действующими правилами (ГОСТ 18164-72 "Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка", "Методика технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации").

ГИДРОБИОЛОГИЧЕСКОЙ АНАЛИЗ

При анализе воды, осадков из сооружений и загрузки фильтров на содержание клеток водорослей (фитопланктона, фитобентоса, фитоперифитона), мелких форм зооорганизмов (инфузории, коловратки и т.д.) в большинстве случаев требуется предварительное концентрирование организмов.

Используют подготовленные кипячением фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 9, 10.

Объем фильтруемых проб диктуется задачами исследования.

В период цветения воды фильтрование проб следует производить, не заливая весь исследуемый объем в фильтровальную воронку, а пропорционально (по 50-100 мл), сливая в первую очередь верхнюю отстоявшуюся часть пробы. Последние 1-2 порции фильтруют, предварительно хорошо взболтав. Емкость ополаскивают 10 мл воды, которую также фильтруют. Если фильтрование через один фильтр в процессе работы замедляется, сле-

дующую порцию пробы можно фильтровать через новый фильтр. Смыв задержанных гидробионтов производят в необходимый для исследования объем воды со всех фильтров, использованных для фильтрования данной пробы.

В полученном концентрате исследуется с помощью микроскопии качественный и количественный состав гидробионтов.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗОБАКТЕРИЙ

Прямая микроскопия железобактерий, сконцентрированных на фильтрующей мембране, является одним из наиболее простых и оперативных методов оценки качественного состава и концентрации железобактерий в природных и питьевых водах, в отложениях и обрастаниях систем водоснабжения.

Используют прокипяченные фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 5, 6, 7 и 8.

Объем исследуемой пробы зависит от концентрации в ней железобактерий и другой взвеси (I–I000 $см^3$).

Закончив фильтрование, мембраны подсушивают, надписывают. При необходимости проводят окраску задержанных железобактерий. Мембраны целиком или отдельным сегментом монтируют на предметном стекле.

Для просветления мембран применяют вазелиновое масло. После этого проводят микроскопию железобактерий.

ВИРУСОЛОГИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ

В вирусологических исследованиях питьевой, природной, сточной воды, проводимых на культурах клеток, обязательным условием является устранение (ограничение) отрицательного воздействия на клетки бактерий, содержащихся в тех же пробах воды, что и вирусы.

Применяют стерилизованные кипячением фильтрующие мембраны "Владипор" марки МФА-МА № I для удаления из проб бактериальной взвеси.

Объем фильтруемой пробы 5–10 $см^3$. Обработка проб большего объема затруднительна в связи с длительностью процесса фильтрования через эти мембраны.

Обсемененность бактериальной флорой может быть существенно снижена при фильтровании проб воды через стерилизованные кипячением фильтрующие мембраны "Владипор" марок МФА-МА № 2, 3, 4.

Мембраны используют с фильтровальными устройствами в которых возможен сбор фильтрата. При этом фильтровальная воронка, емкость для сбора фильтрата, ее пробка должны быть предварительно простерилизованы.

Применение мембран не исключает необходимости использования антибиотиков при посеве проб в культуру клеток.

gost.e-ecolog.ru