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

Согласовано
Директор НИИ КВОВ АКХ
С.А. Шуберт
I апреля 1981 г.

Утверждено
приказом министра жилищно-коммунального хозяйства РСФСР
№ 230 от 23 апреля 1981 г.

УКАЗАНИЯ
ПО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ СПОСОБУ ЭКСПРЕССНОЙ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ОЧИСТКИ СТОЧНЫХ ВОД ОТ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ

Отдел научно-технической информации АКХ
Москва 1981

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.314.2

Приведены методические указания по экспрессному УФ-спектрофотометрическому способу контроля качества очищенных сточных вод.

Указания разработаны кандидатами химических наук Л.А. Христиановой и И.В. Серяковой и предназначены для работников лабораторий очистных сооружений, производящих контроль очистки сточных вод.

Замечания и предложения по настоящим Указаниям просьба направлять по адресу: 123373. Москва, Д-373. Волоколамское шоссе, 87. НИИ коммунального водоснабжения и очистки воды Академии коммунального *хозяйства им.* К.Д.Памфилова.

©Академия коммунального хозяйства им.К.Д.Памфилова (АКХ),1981г

Современные городские сточные воды представляют собой разнообразную смесь веществ бытового сброса плюс огромное количество веществ, поступающих в канализацию со стоками промышленных предприятий. Матрицу очищенных сточных вод, попадающих в водоемы, составляют "осколки" белков, гуминовых кислот, таннинов, синтетических детергентов. Загрязнения промышленного сброса характеризуются, главным образом, фенолами, углеводородами различных классов, амино- и нитросоединениями, хлорсодержащими веществами, многие из этих соединений проявляют высокую стабильность при существующих методах очистки сточных вод, и значительная часть из них регламентирована по токсикологическому признаку.

Учитывая большую трудность определения отдельных ингредиентов очищенных сточных вод, а иногда и отсутствие необходимости установления количественного содержания каждого из них, целесообразна разработка и совершенствование интегральных методов контроля качества вод, а также осуществление контроля по обобщенному показателю.

К интегральным методам контроля относится оценка содержания остаточных органических загрязнений по суммарному углероду. Показатель общего органического углерода ($C_{орг}$), определенный инструментально (газохроматографически или по ИК-поглощению) и непосредственно характеризующий всю сумму органических загрязнений, имеет все преимущества перед косвенными показателями загрязнения воды - БПК и ХПК, главные недостатки которых заключены в неточности и длительности определения.

Однако определение органического углерода сегодня может быть налажено только в хорошо оснащенных базовых лабораториях, имеющих газовые хроматографы и другую аппаратуру, позволяющую окислить углерод различных по своей природе органических веществ до детектируемой двуокиси углерода.

Поэтому при разработке обобщенных показателей качества вод важно учитывать это обстоятельство, т.е., помимо быстроты и надежности определения показателя, его информативности, метод должен быть простым и не требовать сложного аппаратурного оформления. Таким требованиям отвечает спектрофотометрический показатель, основанный на измерении светопоглощения сточной воды в УФ-области спектра.

В настоящее время уже существует довольно обширная литература, в которой обсуждаются возможности УФ-спектрофотометрии для контроля качества природных (речных, морских) вод, а также сточных вод различных производств. Рассмотрены корреляции УФ-показателя с ХПК и другими показателями качества вод.

Настоящие методические указания по использованию УФ-показателя при контроле качества очищенных городских сточных вод составлены на основе тщательной апробации УФ-спектрофотометрического метода на пробах воды различных очистных сооружений Москвы и других городов РСФСР.

СУЩНОСТЬ УФ-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА

В основе предлагаемого метода контроля лежит способность подавляющего большинства органических веществ различных классов поглощать свет в области 250-280 нм. В этой области интенсивно поглощают ненасыщенные соединения и соединения ароматического ряда с различными группировками атомов, в том числе протеины, фенолы, гуминовые, лигнинсульфоновые кислоты и другие сложные соединения. Неорганические ионы, за малым исключением, в этой области не поглощают.

Измеряя величину оптической плотности (УФ-показателя) сточной воды при определенной длине волны и сопоставляя

какое-то время эту величину со значениями нормируемых показателей, характерных для данной конкретной станции очистки, можно установить уровни УФ-показателя, отвечающие хорошо и плохо очищенной сточной воде и, таким образом, по величине УФ-показателя экспрессно контролировать содержание остаточных органических загрязнений в сбрасываемых стоках.

МЕШАЮЩИЕ ВЛИЯНИЯ

I. Существование корреляционных связей между УФ-показателем и другими параметрами, характеризующими содержание органических загрязнений ($C_{орг}$, ХПК, $БПК_5$), возможно только при усредненном, достаточно постоянном качественном составе сточных вод. Для больших станций очистки, куда приходят усредненные стоки, предлагаемый метод очень перспективен - в этом случае можно ожидать, что УФ-показатель будет пропорционально связан с содержанием органических загрязнений.

2. Известные ограничения на определение УФ-показателя накладывает мутность образцов воды и присутствие взвешенных примесей, которые, рассеивая проходящий через воду свет, увеличивают значение оптической плотности (УФ-показателя). Поскольку взвешенные примеси очищенного стока представляют собой частицы неотстоявшегося активного ила, являющегося веществом органическим по своей природе, поглощение в УФ-области взболтанной пробы отражает суммарный углерод: растворенный и присутствующий в виде взвеси активного ила.

Поэтому, чтобы корреляция значений УФ-показателя и содержания остаточных органических загрязнений, присутствующих в очищенном стоке, была хорошей, содержание взвешенных примесей не должно быть больше 30-35 мг/л. В этом случае фильтрование проб воды перед измерением УФ-показателя не требуется, и ошибка, которая вносится присутствием взвеси активного ила, не превышает I5-20%. Таким образом, при концентрации взвешенных примесей до 30-35 мг/л УФ-показатель с погрешностью I5-20% отражает содержание растворенных органических загрязнений.

При больших содержаниях взвешенных примесей, что бывает при "сбое" в работе очистных сооружений, для получения значения УФ-показателя, отвечающего растворенным органическим примесям, анализируемые пробы должны быть отфильтрованы. Следует подчеркнуть, что в этом случае значениям УФ-показателя будут соответствовать значения ХПК тех же фильтрованных проб.

3. На корреляцию значений УФ-показателя и ХПК ($БПК_5$) может также оказать влияние присутствие железа, если его содержание в исследуемых образцах превышает 2 мг/л. В этом случае влияние железа устраняется введением его в раствор сравнения в количествах, которые были установлены в анализируемых образцах. Однако, как правило, содержание железа в очищенном стоке не превышает 1-2 мг/л, а такие концентрации практически не искажают величину УФ-показателя.

АППАРАТУРА

Для реализации УФ-метода может быть использован спектрофотометр любой модели, обеспечивающий измерение в УФ-области спектра, например, СФ-16 или СФ-26. Измерение величины УФ-показателя (A_{254}) проводится при длине волны 254 нм в кварцевой кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используется дистиллированная вода. Длительность определения 5-10 мин.

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор проб для анализа следует проводить на выходе сточной воды из вторичных отстойников и контролировать величину УФ-показателя несколько раз в сутки – по мере необходимости, т.е. с частотой, устанавливаемой в соответствии с устойчивостью технологического процесса таким образом, чтобы зафиксировать любые отклонения в качестве сбрасываемой воды.

Перед измерением пробу следует сильно взболтать в течение 1-2 мин (анализ нефильтрованных проб). Измерение УФ-

показателя проводится в кюветах, тщательно вымытых горячей хромовой смесью и промытых несколько раз дистиллированной водой. Кюветы следует мыть не реже I раза в сутки и хранить в чашке с дистиллированной водой. Для измерения требуется 5-6 мл сточной воды.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предварительно взболтанную пробу очищенной сточной воды вносят в кювету и производят измерение оптической плотности при 254 нм относительно дистиллированной воды согласно инструкции по работе на спектрофотометре.

Поскольку на сегодня отсутствует какой-либо норматив для УФ-показателя, содержание органических загрязнений оценивают по корреляционной зависимости A_{254} - ХПК (или A_{254} - $БПК_5$), полученной для очищенных стоков данной конкретной станции очистки. Для построения этой зависимости производят определение оптической плотности и ХПК ($БПК_5$) одновременно в одних и тех же пробах воды в течение 10-15 дней так, чтобы общее количество проанализированных проб было не менее 30-40. При этом пробы следует отобрать в различное время суток, когда идут стоки различной степени загрязненности: чистые, средней загрязненности и сильно загрязненные.

В связи с тем, что погрешность определения ХПК, особенно при малых значениях (меньше 60 мг/л O_2), относительно велика (выше 20-25%), определение ХПК следует выполнять по прописям, обеспечивающим устранение мешающего влияния неорганических примесей и полноту окисления органических веществ.

Измеренные величины УФ-показателя можно выразить в единицах общего органического углерода, если независимым способом (например, газохроматографически) определить суммарное содержание органических загрязнений в пробах воды и соотнести полученные значения с величинами УФ-показателя. Кроме того, значения $C_{орг}$ можно получить опосредованно через зна-

чения ХПК, поскольку в большинстве случаев отношение ХПК/$C_{орг}$ в очищенных стоках равно 5–5,5.

Как правило, корреляционные зависимости A_{254}–ХПК и A_{254}–$C_{орг}$ идут не из начала координат, отсекая на оси УФ-показателя значения, равные 0,1–0,15 единиц оптической плотности.

АНАЛИЗ ПОЛУЧАЕМЫХ ДАННЫХ

УФ-показатель является новым оптическим параметром, характеризующим, также как и ХПК и $БПК_5$ содержание остаточных органических примесей в очищенных сточных водах. Его использование для оценки качества очистки городских сточных вод рекомендуется впервые. Поэтому, чтобы правильно интерпретировать экспериментальные значения УФ-показателя, получаемые на каждой станции очистки, лаборатория должна иметь данные по ХПК и $БПК_5$ для тех же проб воды. Построенные корреляционные зависимости позволят установить уровни величин УФ-показателя, соответствующие очищенным стокам.

Анализ всех данных, полученных при апробации метода на различных очистных сооружениях, свидетельствует о том, что УФ-показатель, также как и показатель органического углерода, объективно характеризует качество очистки сточных вод. С уменьшением концентрации $C_{орг}$ уменьшается, как правило, величина оптической плотности и, наоборот, большим значениям суммарного углерода (и более высоким ХПК и $БПК_5$) соответствуют, в целом, и более высокие значения оптической плотности.

Очищенные сточные воды характеризуются достаточно определенными значениями УФ-показателя. В интервале концентраций органического углерода, присущем очищенным стокам, а именно от 8–10 до 20–25 мг/л, УФ-показатель изменяется от 0,2 до 0,4–0,45 единиц оптической плотности и при содержании $C_{орг}$ до 15 мг/л, что отвечает хорошей очистке (при значениях $БПК_5$ 6–15 мг/л O_2 и ХПК 40–70 мг/л O_2), величина УФ-показателя обычно колеблется в пределах 0,2–0,3. Однако в зависимости от химического состава обрабатываемых стоков абсолютные величины УФ-показателя от станции к станции мо-

гут меняться, т.е. для тех же интервалов ХПК и $БПК_5$ величины УФ- показателя могут быть более низкими (0,15-0,25) или более высокими.

В настоящее время в соответствии с "Методикой технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации" (М., Стройиздат, 1977) контроль за содержанием органических загрязнений осуществляется по $БПК_5$ и ХПК один раз в декаду. Проводя экспрессное измерение оптической плотности воды постоянно, несколько раз в сутки, можно сделать контроль более действенным. Если получаются стабильно низкие значения оптической плотности, характерные для данной станции, это указывает на то, что сооружения работают нормально, и вода отвечает нормативным величинам. Превышение значения УФ-показателя может указывать либо на увеличение содержания взвешенных примесей при той же концентрации остаточных органических загрязнений, либо на залповое поступление на станцию трудноокисляющихся веществ. Если повторить измерение УФ-показателя на фильтрованных пробах и сразу же отконтролировать значение ХПК, можно с определенностью зафиксировать залповый выброс промышленных стоков.

Таким образом, величина поглощения света в УФ-области спектра является объективным косвенным показателем суммарного содержания органических загрязнений в сбрасываемых сточных водах. Учитывая экспрессность определения УФ-показателя, его можно использовать для постоянного технологического контроля за работой очистных сооружений.

Заполненную карточку
просьба направить
организации-разработчику

КАРТОЧКА ОБРАТНОЙ СВЯЗИ

о внедрении разработок научно-исследовательских организаций Минколхоза РСФСР

Наименование научно-технической разработки	Указания по спектрофотометрическому способу экспрессной оценки качества очистки сточных вод от органических загрязнений
Наименование организации-разработчика, ее почтовый адрес	123373. Москва, Д-373. Волоколамское шоссе, 11б. АКХ им.К.Д.Памфилова
Наименование предприятия (организации), внедрившей работу	_____ _____
Объемы внедрения и количество объектов	_____ _____
Экономический эффект от внедрения в тыс.рублей	_____ _____

числитель - с начала внедрения
знаменатель - за истекший год

Начальник (главный инженер)
предприятия (организации) _____

gost.e-ecolog.ru