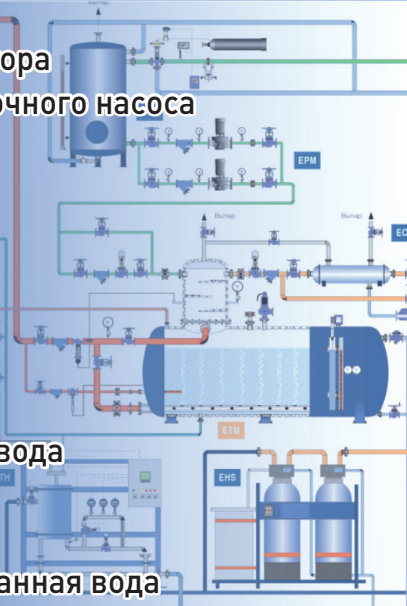




Крисмас[®]

- Вода после деаэратора
- Вода после подпиточного насоса
- Исходная вода
- Конденсаты
- Котловая вода
- Осветлённая вода
- Очищенная вода
- Питательная вода
- Подпиточная вода
- Производственная вода
- Сетевая вода
- Умягчённая вода
- Химически обработанная вода



Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ)

Руководство по применению
РП 203-82182574-2023

Санкт-Петербург

Научно-производственное объединение
ЗАО «Крисмас+»

**Водно-химическая
экспресс-лаборатория
(ВХЭЛ)**

**Руководство по применению
РП 203-82182574-2023**

*Под ред. канд. хим. наук
А. Г. Муравьёва*

**Санкт-Петербург
2023**

УДК 543.3/.68+628.161.1(035)
ББК 31.370.42+24.434
В62

Авторы:

Александр Григорьевич Муравьев, Ирина Васильевна Субботина,
Нина Алексеевна Осадчая, Елена Борисовна Кравцова,
Наталья Евгеньевна Сергеева

Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ) : руководство по применению РП 203-82182574-2023 / А. Г. Муравьев, И. В. Субботина, Н. А. Осадчая, Е. Б. Кравцова, Н. Е. Сергеева ; под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьева. — Санкт-Петербург : Кримас+, 2023. — 224 с.
ISBN 978-5-89495-285-7.

Настоящее руководство является эксплуатационным документом и регламентирует действия оператора при выполнении текущего операционного аналитического химического контроля показателей качества воды и пара при водно-химическом контроле с применением водно-химической экспресс-лаборатории (ВХЭЛ) производства ЗАО «Кримас+» во всех её модификациях.

Руководство содержит сведения, позволяющие обеспечить удобство работы с изделием и надёжность получаемых результатов. Настоящее издание может использоваться как руководство по аналитическому химическому контролю производственных вод при обеспечении водно-химических режимов на предприятиях, эксплуатирующих тепловые сети, промышленные и отопительные котельные, при эксплуатации судовых установок и т. п. Разработано и произведено ЗАО «Кримас+».

УДК 543.3/.68+628.161.1(035)
ББК 31.370.42+24.434

ОГЛАВЛЕНИЕ

Общие сведения об изделии	7
1 Назначение и области применения.....	9
2 Характеристики применяемого оборудования.....	10
2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия.....	10
2.2 Технические характеристики.....	17
3 Состав изделия и комплектность	20
4 Устройство изделия, принцип действия и укладка.....	23
5 Основные правила работы с лабораторией при аналитическом химическом контроле.....	29
5.1 Общие правила применения портативного оборудования	29
5.2 Правила обращения с посудой и другими средствами комплектации изделий	30
5.3 Подготовительные работы к выполняемым определениям	31
5.4 О сроках службы оборудования и сроках годности реагентов	32
5.5 О качестве растворов и чистоте посуды	34
6 Особенности методов анализа и выполняемых операций.....	35
6.1 Типовые операции, выполняемые при анализе	35
6.2 Использование очищенной воды для химического анализа	40
6.3 Анализ колориметрическими методами	43
6.3.1 Визуально-колориметрические методы	44
6.3.2 Фотометрические методы	46
6.4 Анализ титриметрическими методами.....	49
7 Требования к квалификации оператора	54
8 Меры безопасности.....	55
8.1 Общие сведения и правила безопасности при работах по аналитическому химическому контролю	55
8.2 Правила работы с едкими химическими веществами и растворами	58

8.3 Правила работы с растворителями и опасными химическими веществами	60
8.3.1 Правила работы с растворителями	60
8.3.2 Правила работы с опасными химическими реагентами и растворами	60
8.4 Основные факторы опасности при выполнении работ	64
8.5 Правила утилизации	65
9 Отбор и хранение проб.....	67
9.1 Подготовка посуды для отбора проб воды	67
9.2 Применение устройств для отбора проб воды и пара	68
9.3 Отбор и хранение проб	70
10 Методика выполнения анализа.....	73
10.1 Аммиак	74
10.1.1 Определение аммиака в производственных водах	74
10.1.1.1 Прямое титриметрическое определение аммиака в конденсате насыщенного пара	78
10.1.1.2 Титриметрическое определение аммиака в питательной воде с упариванием пробы	79
10.1.1.3 Визуально-колориметрическое определение аммиака	81
10.2 Водородный показатель (рН)	83
10.2.1 Стандартное визуально-колориметрическое (индикационное) определение рН	84
10.2.2 Приближённое визуально-колориметрическое определение интервала значений рН	86
10.2.3 Потенциометрическое определение рН с применением стандартного рН-метра	88
10.3 Железо общее	89
10.3.1 Визуально-колориметрическое определение железа общего в производственных водах сульфосалициловым методом	89
10.4 Жёсткость общая	95
10.4.1 Титриметрическое определение общей жёсткости производственных вод	96
10.4.1.1 Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях более 0,1 °Ж	99
10.4.1.2 Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях 0,02–0,1 °Ж	101

10.5	Жёсткость кальциевая	103
10.5.1	Титриметрическое определение кальциевой жёсткости с трилоном Б и хромовым тёмно-синим в сильнощелочной среде	103
10.6	Жёсткость карбонатная (расчётно-графический метод)	106
10.7	Жёсткость условная сульфатно-кальциевая (расчётно-графический метод)	109
10.8	Кислород	112
10.8.1	Визуально-колориметрическое определение кислорода с индигокармином	112
10.8.2	Электрометрическое определение кислорода с применением кислородомера	126
10.9	Кремниевая кислота	127
10.9.1	Колориметрическое определение кремнекислоты с молибдатом аммония в производственных водах (в пересчёте на SiO_2)	127
10.10	Нефтепродукты	134
10.10.1	Экстракционное бумажно-хроматографическое определение нефтепродуктов	134
10.11	Нитраты	142
10.11.1	Визуально-колориметрическое определение нитратов с восстановителем и реактивом Грисса	142
10.12	Нитриты	145
10.12.1	Колориметрическое определение нитритов с реактивом Грисса	145
10.13	Окисляемость перманганатная (перманганатный индекс)	149
10.13.1	Титриметрическое определение перманганатной окисляемости методом Кубеля	149
10.14	Прозрачность и мутность	158
10.14.1	Визуальное определение прозрачности по шрифту с определением мутности по номограмме	158
10.15	Сульфаты и кислотность	162
10.15.1	Определение приближённого значения концентрации сульфатов (расчётный метод)	162
10.15.2	Титриметрическое определение кислотности воды после Н-катионирования	163

10.16 Сульфиты	166
10.16.1 Определение сульфитов методом обратного йодометрического титрования	167
10.17 Углекислота свободная (двуокись углерода свободная)	172
10.17.1 Определение свободной углекислоты методом титрования аликвот со свидетелем	173
10.18 Удельная электрическая проводимость и солесодержание	180
10.18.1 Кондуктометрическое определение удельной электрической проводимости и солесодержания	181
10.19 Фосфаты	186
10.19.1 Титриметрическое определение фосфатов в производственных водах с однозамещённым фосфатом калия ...	187
10.20 Хлориды	193
10.20.1 Аргентометрическое определение хлоридов с хроматом калия в производственных водах	193
10.20.2 Определение хлорида с применением иономера И-510 ...	197
10.21 Щёлочность общая	199
10.21.1 Титриметрическое определение общей щёлочности исходной, известкованной, катионированной и питательной воды ...	201
10.21.2 Титриметрическое определение общей щёлочности производственных вод	203
10.21.3 Определение общей щёлочности воды типа конденсата ..	204
10.22 Щёлочность карбонатная (расчётно-графический метод)	205
11 Правила хранения, транспортирования, утилизации	206
Список источников	208
Приложение 1 (рекомендуемое). Дополнительные средства оснащения при аналитическом химическом контроле с применением портативных изделий ЗАО «Крисмас+»	211
Приложение 2 (справочное). Набор для отбора и переноски проб при водно-химическом анализе (набор ОПП)	214
Приложение 3 (справочное). Набор для приготовления очищенной воды для химического анализа (набор ВХА)	215
Приложение 4 (справочное). Набор посуды многофункциональный (набор МФ) и его модификации	218

Общие сведения об изделии

Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ) в её различных модификациях представляет специальные изделия, разработанные и производимые для нужд водопотребляющих промышленных предприятий, применяющих технологии водоподготовки и (или) эксплуатирующих паросиловые и котельные хозяйства и нуждающихся в проведении водного аналитического химического (водно-химического) контроля производственных вод. Продукция производится ЗАО «Крисмас+» под зарегистрированной товарной маркой «КРИСМАС» (свидетельства № 404860, № 570418).

За период со времени разработки и начала серийного производства (2002 г.) лаборатории семейства ВХЭЛ претерпели многочисленные улучшения и усовершенствования, апробацию на многих теплоэнергетических и промышленных предприятиях по всей России. Проведение аналитического химического контроля при оптимальном сочетании современных аттестованных методик количественного анализа и традиционных отраслевых нормативных документов по водно-химическому контролю, включая использование расчётно-графических методов, позволяет выполнять аналитические работы на приемлемом для технического персонала уровне сложности с соблюдением норм и правил контроля.

Преимущества используемых в экспресс-лаборатории ВХЭЛ методов достигаются портативностью, использованием унифицированных существующих отраслевых методов на основе действующих нормативных документов, простотой применения и доступностью изложения методик выполнения определений.

Для анализа с применением ВХЭЛ могут отбираться различные среды (потоки) из точек отбора производственной схемы — воды после деаэраторов, воды после подпиточного насоса, исходной воды, конденсата пара, котловой воды, осветлённой воды, питательной воды, подпиточной воды, сетевой воды перед котлом, сетевой воды после сетевого насоса, химически обработанной воды, химически очищенной воды и т. п.

Лаборатория ВХЭЛ поставляется в нескольких модификациях, предусматривающих дополнительное оснащение лаборатории приборами и модулями, позволяющими потребителю реализовать наиболее подходящий вариант аналитического контроля воды.

Общие сведения об изделии

Портативное оборудование из состава изделия может использоваться также в учебном процессе групп производственного обучения и в профессиональной подготовке (повышении квалификации) персонала.

Лаборатория ВХЭЛ производится по ТУ 26.51.53-203-82182574-18. Продукция не подлежит обязательной сертификации.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Портативная водно-химическая экспресс-лаборатория ВХЭЛ (далее — изделие, лаборатория, ВХЭЛ) предназначена для выполнения химических анализов при проведении текущего операционного аналитического химического контроля, а также углублённого периодического контроля работы теплоэнергетического оборудования и тепловых сетей. Применяется на предприятиях топливно-энергетического комплекса, жилищно-коммунального хозяйства, при эксплуатации судового энергетического оборудования и т. п.

Данные, получаемые при химическом контроле с применением ВХЭЛ, позволяют выполнить оценку соответствия фактических параметров воды и пара при работе теплоэнергетического оборудования (паровых газотрубных котлов, паровых и энерготехнологических котлов, котлов-утилизаторов и т. п.) их нормативным значениям, установленным для ведения надлежащего водно-химического режима оборудования.

1.2 ВХЭЛ позволяет выполнять также водно-химический контроль работы оборудования при водоподготовке (химводоочистке, подготовке, коррекционной обработке воды), а также контроль качества воды хозяйственно-питьевого водоснабжения по отдельным показателям.

1.3 Лаборатория обеспечивает проведение аналитического химического контроля непосредственно в производственных условиях, при отсутствии химической лаборатории или в дополнение к ней.

1.4 ВХЭЛ позволяет анализировать воду по нескольким показателям одновременно.

1.5 ВХЭЛ рассчитана на выполнение анализа без применения электропотребляющего оборудования¹ и обеспечивает удобство проведения аналитических операций непосредственно в производственных (судовых) либо в лабораторных условиях, при использовании предусмотренных в комплекте посуды, реагентов, растворов, приспособлений и вспомогательных средств, а также документации.

1.6 ВХЭЛ может использоваться в учебном процессе групп производственного обучения и в профессиональной подготовке.

¹ За исключением случаев дополнительного освещения рабочего места, подогрева проб при анализе фосфатов и упаривания проб при определении железа, а также использования предусмотренных при анализе приборов контроля воды.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

2.1.1 Определяемые показатели при аналитическом химическом контроле, а также методы анализа с их основными характеристиками приведены в табл. 1. Здесь же представлены действующие нормативно-технические документы на метод контроля, а также оборудование, применение которого предусмотрено при контроле соответствующих показателей.

В графе табл. 1 «Контролируемый показатель» приведены наименования и обозначения показателей качества воды и пара (пароконденсата), определяемых приведёнными в настоящем руководстве методиками и средствами.

В графе «Диапазон концентраций» приведены значения концентраций, соответствующих диапазонам измерений либо (при визуально-колориметрическом определении) цветным образцам применяемой контрольной шкалы. Такой шкалой образцов является готовая плёночная шкала, входящая в состав изделий и (или) шкала в виде окрашенных имитационных растворов, приготавливаемая перед анализом из имеющихся в изделии реагентов. Данные по значениям определяемых концентраций приведены справочно.

Значения концентраций определяемых показателей приведены с учётом отраслевого подхода. При этом:

— в природной воде или в технологиях водоподготовки использована массовая или молярная концентрация эквивалентов, отнесённая на литр пробы (например, *мг/л* или *ммоль/л экв.*);

— в котловой воде, пароконденсатах, конденсатах и т. п., характерных для теплоэнергетики, концентрация выражается в как отношение массы растворённого вещества к массе растворителя (например, *мг/кг*). Для конденсатов и воды с малым солесодержанием *1 мг/л* считается численно равным *1 мг/кг*.

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

В графе «Используемый метод» указано используемое в аналитической литературе название основного признака, характеризующего данный метод (титриметрический, фотометрический и т. п.), а также употребляемое название метода (например, по используемому реагенту). При описании методов использованы сокращения (приведены перед табл. 1). При анализе колориметрическими методами, как правило, предусмотрено визуальное колориметрирование окрашенной пробы, а для ряда показателей также фотометрическое определение.

Указанные в данной графе приборные методы (в том числе при фотометрическом определении) реализуются с применением приборов, входящих в состав поставляемых изделий (указаны в графе «Наименование изделия (модуля)»).

В графе «Объём пробы» указан объём пробы, необходимой для выполнения одного определения.

В графе «НТД на метод» приведены обозначения актуальных нормативно-технических документов (НТД) и других документов, по которым (либо с учётом которых) осуществляется определение. Полные ссылочные данные по указанным НТД приведены в списке нормативных документов.

В графе «Наименование изделия (модуля)» приведено наименование портативных поставляемых ЗАО «Крисмас+» изделий и (или) их модулей (в том числе приборов), применение которых предусмотрено для контроля указанным методом.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Таблица 1

Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

Сокращения в таблице: В — визуальный; ВК — визуально-колориметрический; ВП — вода при водоподготовке; КВ — котловая (производственная) вода; П — вода природная; ПЛ — портативная лаборатория; ПМ — потенциометрический; ТК — тест-комплект; ТМ — титриметрический; ФМ — фотометрический (фотометр).

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Аммиак (NH ₃)	0,2–3,0 мг/л и более	ТМ, с соляной кислотой в прис. смешанного индикатора	100	РД 24.032.01-91	ВХЭЛ-3, ТК «Аммиак КВ»
	0,2–2,5 мг/л и более	ТМ, по разности поглощения кислоты до и после 4х-кратного упаривания	100		
Водородный показатель (рН)	0–0,5–1,0–1,5–2,0–2,5–3,0 мг/л (по шкале имитаци. растворов) 0–1,0–2,0–3,0 мг/л (по плёночной шкале)	ВК, с реактивом Несслера	10	РД 34.37.523.12-90	
	4,5–5,0–5,5–6,0–6,5–7,0–7,5–8,0–8,5–9,0–10,0–11,0 ед. рН	ВК, по универсальному индикатору	5,0	РД 24.031.120-91 РД 24.032.01-91	ВХЭЛ, ТК «рН КВ»,
	Менее 4; 4–6; 6–7; 7–8; 8; 3; более 9 ед. рН	ВК, по трём индикаторам (дополнит. определение диапазонов рН)	15	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ
Железо общее (сумма Fe ²⁺ и Fe ³⁺)	0–14 ед. рН	ПМ, с рН-метром	30–50	РД 24.032.01-91	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П(ПМ), рН-метр рН-410
	0–0,1–0,2–0,5–1,0–2,0–4,0 мг/л (по шкале имитаци. растворов) 0–0,2–0,5–2,0–4,0 мг/л (по плёночной шкале)	ВК, сульфосалициловый	10 (50)	ОСТ 34-70-953.4-88, МУ 08-47/180, РД 24.031.120-91,	ВХЭЛ, ТК «Железо КВ»

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

Продолжение табл.1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Жёсткость общая (сумма Ca^{2+} и Mg^{2+})	0,02–0,1 °Ж (титрант 0,005 ммоль/л экв.); и более 0,1 °Ж (титрант 0,05 ммоль/л экв.)	ТМ, с трилоном Б (титрантом) и хромовым тёмно-синим	100	РД 24.031.120-91 РД 24.032.01-91 РД 34.37.523.8-88	ВХЭЛ, ТК «Общая жёсткость КВ»
Жёсткость кальциевая (Ca^{2+})	От 0,1 ммоль/кг экв. и более	ТМ, с трилоном Б и индикатором хромовым тёмно-синим в сильнокислой среде (рН 12-13)	100	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3, ТК «Жёсткость кальциевая КВ»
Жёсткость карбонатная (карбонаты кальция и магния)	0,05–4,0 ммоль/кг экв.	Расчётно-графический, по общей жёсткости и общей щёлочности (по формуле и номограмме)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ
Жёсткость условная сульфатно-кальциевая	2–10 ммоль/кг экв.	Расчётный, с учётом содержания и концентрации сульфатов при данной температуре (по номограмме)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Кислород растворённый (O_2)	10–100 мг/кг (по шкале растворов-имитаторов) 20–100 мг/кг (по плёночной шкале) 0–10,0 мг/л	ВК, с индигокармином	150– 250	РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, ОСТ 34-70-953.23-92	ВХЭЛ, ТК «Кислород КВ»
		Электрометрич., с применением кислородомера	–	МУ 08-47/237	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П, Кислородомер МАРК-302Т с датчиком ДК-302Т
Кислота кремниевая, в пересчёте на SiO_2	По жёлтому комплексу: 0–6–20–60 мг/кг (ВК) По синему комплексу: 0–0,4–1,0–2,0–4,0 мг/кг (ВК)	Колориметрич., с молибдатом аммония и восстановителем	10 10	МУ 08-47/227, ОСТ 34-70-953.6-88	ВХЭЛ-3, ТК «Кремниевая кислота КВ»

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Кислотность (Н-катионированной пробы)	0,5–60 ммоль/кг экв.	ТМ, с гидроксидом натрия 0,1 моль/л экв. и смешанным индикатором	100	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Нефтепродукты	0,5–28 мг/л	Экстракционный бумажно-хроматографический	250–500	Руководство по анализу. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки. СПб., 2021.	ВХЭЛ-3ПМ, ТК «Масла и нефтепродукты в воде»
Нитраты (NO ₃ ⁻)	0–5–15–45–90 мг/л	ВК, с восстановителем и реактивом Грисса	3,0	РД 52.24.380-2017	ВХЭЛ, ТК «Нитраты»
Нитриты (NO ₂ ⁻)	0–0,02–0,1–0,5–2,0 мг/л (ВК) 0,04–0,6 мг/л (ФМ, 525 нм)	Колориметрич., с реактивом Грисса	5,0	МВИ-07-149, ОСТ 34-70-953.17-90	ВХЭЛ-3, ТК «Нитриты»
Окисляемость перманганатная (органич. соединения, легкоокисл.)	0,5–10 мг/л (без разбавления пробы) 10–100 мг/л (с разбавлением пробы)	ТМ, метод Кубеля	50	ПНД Ф 14.1:2:4.154-99	ВХЭЛ-3, ТК «Окисляемость перманганатная»
Прозрачность и мутность	1–60 см (прозрачность) 0,6–30,2 мг/л (каолин) 1–52 (ЕМФ)	Визуальный, по шрифту, с определением мутности по номограмме	300–350	ОСТ 34-70-953.27-99, ПНД Ф 12.16.1-10, РД 24.031.120-91	ВХЭЛ, ТК «Прозрачность и мутность»
Сульфаты (SO ₄ ²⁻)	0,2–50 ммоль/кг экв.	Расчётно-графический, (по кислотности пробы и концентрации хлоридов)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Сульфиты (SO ₃ ²⁻)	1–50 мг/л	ТМ, обратное йодометрическое	100	ПНД Ф 14.1:2:4.163-2000	ВХЭЛ-3ПМ, ТК «Сульфиты»

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

Окончание табл.1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Сухой остаток (приближённое значение)	100–1000 мг/кг	Расчётный, с учётом щёлочности общей, окисляемости перманганатной	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Углекислота свободная (H ₂ CO ₃)	2–100 мг/л	ТМ, титрование со свидетелем	100	РД 52.24.515-2019, РД 153-34.2-21.544-2002 МУ 08-47/223	ВХЭЛ-3ПМ, ТК «Двуокись углерода свободная»
Удельная электрическая проводимость и солесодержание (по NaCl)	2–200000 мкСм/см 0,04–3,5 мг/л (по NaCl)	Кондуктометрический, с применением кондуктометра, градуированного по NaCl	40	РД 24.032.01-91, ОСТ 5Р.4049-82	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П(ПМ), Кондуктометр «Эксперт-002-2-6Н» с датчиком УЭН-Н-С
Фосфаты (по PO ₄ ³⁻)	2–100 мг/кг	ТМ, с однозамещённым фосфатом калия	1–5	РД 24.032.01-91	ВХЭЛ, ТК «Фосфаты КВ»
Хлориды (Cl ⁻)	10–350 мг/л и более	ТМ, аргентометрический, с нейтрализацией пробы	25–250	МУ 08-47/238, РД 24.031.120-91	ВХЭЛ, ТК «Хлориды КВ»
	От 3×10 ⁻³ до 5×10 ⁻⁴ моль/л	Ионометрический, с иономером И-510	50–100	РД 52.24.361-2008	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П, Иономер И-510 с электродом ЭЛИТ-261-10
Щёлочность общая	0,1–5,0 ммоль/л экв. Менее 0,2 ммоль/л экв. (конденсат)	ТМ, с соляной кислотой, в прис. кисл.-основных индикаторов	25–100	РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, РД 34.37.523.7-88	ВХЭЛ, ТК «Щёлочность КВ»
Щёлочность карбонатная	0,1–5,0 ммоль/кг экв.	Расчётно-графический	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Значения некоторых из приведённых в табл. 1 показателей, сведения о которых необходимы для обеспечения заданного водно-химического режима оборудования, определяются расчётными или расчётно-графическими методами на основе значений других, связанных показателей. Алгоритмы получения расчётных значений показателей изложены при аналитическом определении соответствующих связанных показателей. Перечень расчётных и связанных показателей, обозначения и размещение методик определения в настоящем руководстве приведены в табл. 2.

Таблица 2

Показатели, оцениваемые расчётными (расчётно-графическими) методами

Оцениваемый показатель и № пункта в настоящем руководстве		Связанный показатель и № пункта в настоящем руководстве	
Наименование показателя	№ п. методики	Наименование показателя, определяемого аналитически	№ п. методики
Жёсткость карбонатная	10.6	Общая жёсткость Щёлочность общая	10.4.1 10.21
Жёсткость условная сульфатно-кальциевая	10.7	Сульфаты Температура воды Солесодержание	10.15 Термом. 10.7, 10.15
Мутность	10.14	Прозрачность	10.14
Солесодержание, в виде сухого остатка, приближённое значение	10.7	Щёлочность общая Кислотность Н-катионированной пробы Окисляемость перманганатная	10.21 10.15 10.13
Сульфаты, приближённое значение	10.15.1	Кислотность Н-катионированной пробы Хлориды	10.15 10.20
Щёлочность карбонатная	10.22	Щёлочность по фенолфталеину Щёлочность общая	10.21 10.21

2.1.2 При аналитическом химическом контроле и сопутствующем контроле воды хозяйственно-питьевого водоснабжения могут также выполняться определения других показателей с применением комплектного оборудования, сведения о котором приведены в приложении 1.

2.2 Технические характеристики

2.2.1 Лаборатория ВХЭЛ обеспечивает выполнение аналитического химического контроля показателей воды и пара согласно перечню с характеристиками согласно табл. 1 и прилагаемому сопроводительному паспорту.

2.2.1 Габаритные размеры и масса составляющих ВХЭЛ модулей приведены в табл. 3.

Таблица 3

Габаритные размеры и масса модулей ВХЭЛ

Наименование модуля	Габаритные размеры, мм (ширина×высота×глубина)	Масса, не более, кг
1 Укладка малая настольная секционная	420 × 650 × 340	21
2 Укладка большая настольная секционная	780 × 650 × 360	35
3 Тест-комплект «Двуокись углерода свободная»	430 × 235 × 250	4,0
4 Тест-комплект «Масла и нефтепродукты в воде»	530 × 280 × 290	6,0
5 Тест-комплект «Прозрачность и мутность»	650 × 50 × 50	0,5
6 Тест-комплект «Сульфиты»	430 × 235 × 250	3,5
7 Редуктор-бюретка	650 × 50 × 50	0,5
8 Приборы контроля воды*	—	—
9 Набор для приготовления очищенной воды: — контейнер укладочный; — колонка ионообменная (3 шт.)	530 × 280 × 290	7,0
10 Набор для отбора и переноски проб	530 × 280 × 290	3,5
11 Комплект пополнения КП ВХЭЛ (для модификации ВХЭЛ-1)	—	8,5
* Габаритные размеры и масса, а также другие характеристики приборов контроля воды, поставляемых в составе портативного оборудования для аналитического химического контроля, приведены в сопроводительной документации на них. Приборы поставляются в упаковке завода-изготовителя.		

2.2.2 Рабочие параметры применения ВХЭЛ:

1) температура анализируемой пробы воды — от плюс 10 °С до плюс 35 °С;
2) температура и относительная влажность атмосферного воздуха, а также атмосферное давление не регламентируются.

2.2.3 Лаборатория ВХЭЛ не содержит цветных металлов.

2.2.4 Лаборатория ВХЭЛ содержит драгоценные металлы — 1,2 г в пересчёте на серебро в форме нитрата серебра.

2.2.5 Лаборатории ВХЭЛ при эксплуатации не требуется электроснабжение напряжением 220 В (за исключением применяемых приборов).

2.2.6 Ресурс лаборатории

2.2.6.1 Укомплектованные в ВХЭЛ расходные материалы (реагенты, растворы и др.) позволяют выполнить не менее 100 определений по каждому из показателей, за исключением определения сульфитов и нефтепродуктов (по 50 определений), а также прозрачности (без ограничений) и показателей, определяемых приборными методами (обусловлено регламентом эксплуатации и технического обслуживания применяемого прибора).

2.2.6.2 Ресурс ВХЭЛ восполняется комплектом пополнения расходных материалов (далее — КП ВХЭЛ).

2.2.7 Срок службы изделия и сроки годности реагентов и растворов

Срок службы лаборатории модели ВХЭЛ определяется работоспособностью входящих в её состав готовых реагентов и растворов и составляет не менее года от даты выпуска при соблюдении правил транспортирования и применения, а также условий хранения реагентов, растворов и изделия в целом.

Сроки годности применяемых при анализе аналитических реагентов и растворов, а также сроки службы других средств комплектации приведены в сопроводительном паспорте.

Растворы, срок годности которых составляет менее 1 года, могут быть приготовлены потребителем из реагентов, размещённых в секциях и модулях изделия по методикам, описанным в настоящем руководстве и сопроводительном паспорте. По истечении срока годности расходных материалов лаборатории ВХЭЛ может эксплуатироваться с использованием комплекта пополнения. В жарких условиях эксплуатации срок службы изделия может сокращаться.

Сведения о сроках службы, техническом обслуживании и проверке, а также данные по условиям эксплуатации приборов, входящих в состав изделия (при их наличии), указаны в сопроводительной документации.

2.2.8 Изделие в транспортной упаковке выдерживает транспортирование всеми видами транспорта на любые расстояния при температуре от минус 1 °С до плюс 50 °С. При транспортировании и хранении в транспортной упаков-

ке изделие выдерживает понижение температуры до минус 5 °С в течение не более 5 ч.

2.2.9 Технические данные на КП ВХЭЛ

2.2.9.1 КП ВХЭЛ предназначен для замены израсходованных материалов и реагентов из состава ВХЭЛ, а также по истечении их срока годности.

2.2.9.2 КП ВХЭЛ уложен в отдельный ящик и поставляется по отдельному заказу (в основной комплект поставки не входит).

2.2.9.3 Масса КП ВХЭЛ составляет не более 5 кг.

2.2.9.4 Флаконы с реагентами и растворами из состава КП ВХЭЛ имеют размеры, позволяющие разместить их в штатные ячейки укладки самой экспресс-лаборатории соответствующих наименований взамен израсходованных.

2.2.9.5 КП ВХЭЛ поставляется в расчёте на 100 определений по каждому показателю, за исключением определения сульфатов и нефтепродуктов (на 50 определений).

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

3.1 Изделие поставляется в укладках и контейнерах с техническими данными согласно табл. 3. Состав поставляемых модификаций изделия и количество мест в поставке приведены в табл. 4.

Примечание. Данные приведены ориентировочно. Состав и комплектность конкретного изделия указаны в сопроводительном паспорте.

Таблица 4

Состав поставляемых модификаций лаборатории ВХЭЛ

Сокращения в таблице: В – визуальный; ВК – визуально-колориметрический; ИМ – ионометрический; КМ – кондуктометрический; ПМ – потенциометрический; ТМ – титриметрический; Р – расчётный (расчётно-графический); ЭБХ – экстракционный бумажно-хроматографический; ЭХ – электрохимический.

Модификация изделия (№ заказа / артикул)	Состав изделия	Определяемые показатели (метод определения*)	Кол-во мест
ВХЭЛ-1 модернизированная (№ 3.203), 12 показателей	1. Укладка ВХЭЛ малая настольная, секционная. 2. ТК «Прозрачность и мутность». 3. Редуктор-бюретка	рН (ВК), железо общее (ВК), жёсткость общая (ТМ), жёсткость карбонатная (Р), кислород (ВК), мутность (Р), нитраты (ВК), прозрачность (В), фосфаты (ТМ), хлориды (ТМ), щёлочность карбонатная (Р), щёлочность общая (ТМ)	3
ВХЭЛ-2 модернизированная (№ 3.203.1) с приборами, 14 показателей	1. ВХЭЛ-1. 2. Кондуктометр «Эксперт-002-2-6н» (датчик УЭП-Н-С), в укладке. 3. Кислородомер «Марк-302Т» (датчик ДК-302Т), в укладке. 4. рН-метр «рН-410», в укладке. 5. Иономер И-510 (электрод ЭЛИТ-261-10), в укладке	Показатели см. ВХЭЛ-1, а также: рН (ПМ), кислород (ЭХ), солесодержание (КМ по NaCl), удельная электрическая проводимость (КМ), хлориды (ИМ)	7

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

Окончание табл. 4

Модификация изделия (№ заказа / артикул)	Состав изделия	Определяемые показатели (метод определения*)	Кол-во мест
ВХЭЛ-3 модернизированная (№ 3.203.2), 21 показатель	Укладка ВХЭЛ большая настольная, секционная	Показатели см. ВХЭЛ-1, а также: аммиак (ТМ, ВК), жёсткость кальциевая (ТМ), жёсткость условная сульфатно-кальциевая (Р), кислотность (ТМ), кремниевая кислота по SiO ₂ (ВК), нитриты (ВК), окисляемость перманганатная (ТМ), сульфаты (ТМ/Р), сухой остаток (Р)	1
ВХЭЛ-3П (№ 3.203.3) с приборами, 23 показателя	1. ВХЭЛ-3. 2. Кондуктометр «Эксперт-002-2-6н» (датчик УЭП-Н-С), в упаковке. 3. Кислородомер «Марк-302Т» (датчик ДК-302Т), в упаковке. 4. рН-метр «рН-410», в упаковке. 5. Ионномер И-510 (электрод ЭЛИТ-261-10), в упаковке	Показатели см. ВХЭЛ-3, а также: рН (ПМ), кислород (ЭХ), солесодержание (КМ по NaCl), удельная электрическая проводимость (КМ), хлориды (ИМ)	5
ВХЭЛ-3ПМ (№ 3.203.4) с приборами и дополнительными модулями, 26 показателей	1. ВХЭЛ-3П. 2. ТК «Двуокись углерода свободная». 3. ТК «Масла и нефтепродукты в воде». 4. ТК «Сульфиты»	Показатели см. ВХЭЛ-3П, а также: двуокись углерода свободная (ТМ), нефтепродукты (ЭБХ), сульфиты (ТМ)	8
* В количество показателей для модификаций включены определяемые расчётным и расчётно-графическим способами (Р). Количество мест в поставляемых модификациях и комплектность оборудования может изменяться по условиям поставки.			

Дополнительное оснащение. Указанное в табл. 4 изделие в выбранной модификации может поставляться совместно со средствами дополнительного оснащения согласно согласованному при заказе перечню (приложение 1).

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

3.2 Перечень и размещение содержащихся в ВХЭЛ растворов, реагентов, посуды и принадлежностей, используемых при проведении анализов, приведены в сопроводительном паспорте ПС 3.203-82182574-23 на ВХЭЛ.

3.3 В комплектность и укладку ВХЭЛ могут быть внесены незначительные изменения, не влияющие на технические и функциональные характеристики.

3.4 Комплектность изделия может быть изменена по условиям поставки.

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА



В изделии ВХЭЛ используются разработанные ЗАО «Крисмас+» методики анализа на основе действующей нормативно-технической документации на выполнение аналитического химического контроля при эксплуатации тепло-энергетического оборудования и (по некоторым показателям) для технологий водоподготовки и контроля исходной воды. Принцип действия изделия основан на использовании химико-аналитических и физико-химических методов определения анализируемых показателей воды и пароконденсата из перечня показателей, приведённых в табл. 1. Некоторые показатели определяются расчётными (расчётно-графическими) методами на основе связанных показателей, определяемых аналитически (подробнее см. табл. 2).

Лаборатории ВХЭЛ производятся с 2023 г. в модернизированном улучшенном исполнении, включающем два вида настольных укладок — малую и большую, которые являются основными модулями изделий в соответствующих модификациях (см. табл. 4). В укладках размещены секции с необходимыми для анализа средствами оснащения и документацией.

Укладка настольная малая секционная (рис. 1, поз. 2) выполнена в виде вертикального ящика, раскрывающегося с одной стороны. Данная укладка применяется в изделиях модификаций ВХЭЛ-1 и ВХЭЛ-2. Укладка изготовлена из водостойчивого пластика с металлокаркасом, обеспечивающим достаточную прочность при транспортировании и эксплуатации. Укладка снабжена откидной полкой-столиком, образующей рабочее место оператора и позволяющей размещать реагенты и принадлежности при выполнении определений.

Укладка настольная малая включает 6 ячеек для выдвигающихся секций, в каждой из которых размещены средства для выполнения определений на соответствующие показатели — флаконы и пакеты с реагентами и растворами, посуда, вспомогательные материалы, средства защиты и др. Секции (приведены на рис. 2) извлекаются оператором из ячеек и могут располагаться на откидном столике. Отдельные средства комплектации (лабораторная посуда, цилиндры и т. п.) размещены в пространстве на внутренней стороне дверцы (рис. 1, поз. 1 и 2). В верхней части укладочного ящика имеется крепление для фиксации открытой дверцы к корпусу ящика. Малая укладка укомплектована двумя стойками-штативами: одна используется при титровании для размещения пипетки, соединённой со шприцем гибкой полимерной трубкой, другая — для размещения стеклянного цилиндра при определении прозрачности. Стойка-штатив в рабочем положении устанавливается вертикально в петлю, укреплённую на откидной полке-столике.



Рисунок 1. Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ):
1 — укладки настольные секционные в закрытом виде, малая и большая;
2 — лаборатория в модификации ВХЭЛ-1 с тест-комплексом «Прозрачность
и мутность» (2а) и редуктором-бюреткой (2б);
3 — лаборатория в модификации ВХЭЛ-3

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА



Рисунок 2. Выдвижные секции из состава лабораторий ВХЭЛ:
а — «Аммиак КВ»; б — «Железо общее КВ»; в — «Кальциевая жёсткость КВ»;
г — «Кислород КВ»; д — «Кремниевая кислота КВ»; е — «Нитраты. Нитриты. Общая щёлочность КВ»; ж — «Общая жёсткость КВ»; з — «Окисляемость перманганатная»;
и — «Слянки БПК»; к — «Сульфаты КВ»; л — «Хлориды КВ, pH КВ»;
м — «Фосфаты КВ»

Большая настольная укладка секционная выполнена как удвоенная малая укладка с унифицированными конструкционными элементами и применяется в изделиях модификаций ВХЭЛ-3, ВХЭЛ-3П и ВХЭЛ-3ПМ (см. табл. 3). Данная укладка также имеет ячейки для секций (рис. 2), которые по составу и размеру унифицированы с секциями из изделий с малой настольной укладкой и содержат всё необходимое для анализа показателей, предусмотренных в соответствующих модификациях. Настольная укладка имеет две дверцы, два откидных столика и две стойки-штатива. Большая настольная укладка снабжена защёлками для фиксации дверцы и ручками для переноски.

Лаборатории ВХЭЛ в малой и большой укладках могут эксплуатироваться в варианте как настольного размещения, так и с размещением на стене (переборке). Вариант настольного размещения укладок является рекомендуемым, при этом изделие должно опираться на жёсткое основание, а укладку следует жёстко и надёжно фиксировать к стене либо переборке с использованием имеющегося в составе изделия комплекта крепежа. Вариант размещения с подвеской на стене (переборке) может быть реализован для малой и большой настольных укладок, при этом потребителю следует обеспечить достаточную механическую прочность основания и подвески изделия, при необходимости произвести усиление стены (переборки). Изделие в большой настольной укладке может быть размещено на стене только при наличии полки, образующей прочное основание. Рекомендуемая схема крепления при размещении приведена в паспорте на изделие. Схема крепления может изменяться в зависимости от предусмотренной в комплекте фурнитуры и условий потребителя.

4.3 В состав изделия в отдельных модификациях могут входить тест-комплекты, а также приборы контроля воды (приложение 1).

4.4 Тест-комплекты портативны, относительно несложны и удобны при выполнении аналитического химического контроля. С их применением химический контроль, как правило, выполняется оператором согласно типовым или модифицированным методикам на основе стандартизованных методов. Тест-комплектами в качестве автономных модулей могут укомплектовываться различные укладки для химического анализа, в частности, лаборатории модели ВХЭЛ в соответствующих модификациях (по согласованию с заказчиком).

Тест-комплекты представлены изделиями нескольких типов, различающихся в зависимости от сложности и объёма наполнения аналитическими средствами, также конструкцией укладки, которая может быть контейнерного типа, коробками из ламинированного гофрокартона и упаковкой в тубус.

Тест-комплекты «Фосфаты КВ», «Кислород КВ», «Кремниевая кислота КВ», «Общая жёсткость КВ» (рис. 3 а–г) и аналогичные выполнены в укладках контейнерного типа и содержат необходимые для анализа соответствующих



а



б



в



г



д

Рисунок 3. Тест-комплекты:
а — «Фосфаты КВ», б — «Кислород КВ», в — «Кремниевая кислота КВ»,
г — «Общая жёсткость КВ», д — «Прозрачность и мутность»

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА

показателей флаконы с реагентами и растворами, посуду, вспомогательные материалы, средства индивидуальной защиты и др., размещённые в контейнерах из прочного полимерного материала, снабжённых замком и ручкой для переноски. Каждый тест-комплект данного типа укомплектован установкой для титрования, включающей стойку-штатив, градуированную пипетку и дозирующее устройство (шприц-дозатор), соединённый с пипеткой гибкой полимерной трубкой. В рабочем положении пипетка с дозирующим устройством присоединяется к стойке-штативу, которая устанавливается вертикально в петлю на боковой стенке корпуса открытого контейнера. В контейнеры вкладываются паспорта с методикой анализа, паспортом и другой документацией (если предусмотрена).

Тест-комплект «Прозрачность и мутность» (рис. 3 д) размещён в цилиндрическом футляре-тубусе из прочного водостойкого картона. Включает подборку средств для определения прозрачности — стеклянный цилиндр с принадлежностями и вспомогательными материалами. В футляре также находится паспорт с инструкцией по выполнению анализа.

Наименования поставляемых тест-комплектов для контроля воды, применяемые при аналитическом химическом контроле, приведены в приложении 1.

Сведения о применяемых приборах контроля воды приведены в сопроводительной документации на приборы.

5 ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ С ЛАБОРАТОРИЕЙ ПРИ АНАЛИТИЧЕСКОМ ХИМИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ

5.1 Общие правила применения портативных лабораторий

При ознакомлении с оборудованием для химического анализа производства ЗАО «Крисмас+», полученном потребителем впервые (портативные лаборатории, тест-комплекты), персонал должен познакомиться с настоящим руководством, с требованиями к выполнению анализа, факторами опасности при работах и отборе проб, соблюдаемыми мерами безопасности и т. п.

Перед тем, как приступить к анализу воды, следует заблаговременно познакомиться с информацией о хранении проб, выполнении анализа, утилизации отработанных растворов и проб. Необходимо также практически освоить предусмотренные в разделе 6 аналитические операции. Для этого рекомендуется в лабораторных условиях проводить пробное выполнение основных операций, характерных для подготовки к анализу и выполнения определений. Целесообразным является пробный анализ водных растворов с известной концентрацией целевого компонента, специально приготовленных с использованием реактивов-стандартов. Пробные анализы проводят под руководством компетентного специалиста (преподавателя).

В ходе работ по аналитическому химическому контролю следует периодически проводить описанные в настоящем руководстве контрольные действия по оценке правильности выполняемых работ в части соблюдения требуемой периодичности анализа, правил отбора проб, методики анализа, применения годных реагентов и аналитических растворов, ведения документации по выполненному анализу.

Следует также иметь в виду правила обращения с посудой (см. п. 5.2), правила подготовительных работ (п. 5.3), а также вопросы обеспечения качества растворов и чистоты посуды (п. 5.5), несоблюдение которых может повлиять на правильность получаемых результатов контроля.

Портативные лаборатории и тест-комплекты следует хранить в сухом, прохладном месте. Следует иметь в виду, что при хранении реагентов и растворов или изделия в целом в условиях повышенных температур (в жаркий период) работоспособность расходуемых материалов может неконтролируемо снижаться, что может повлиять на правильность анализа (подробнее см. п. 5.4 настоящего руководства).

Основное рекомендуемое положение изделия при хранении в перерывах между работами в период эксплуатации — вертикальное, в соответствии с манипуляционными знаками на упаковке.

Производитель не несёт ответственности за использование в технологиях анализа химикатов, не входящих в состав лабораторий ВХЭЛ, или других изделий ЗАО «Крисмас+», использования химических реагентов и растворов не по назначению, либо в случаях нарушения методики анализа, предписанной настоящим руководством или иной сопроводительной документацией.

5.2 Правила обращения с посудой и другими средствами комплектации изделий

Используемые при выполнении анализа растворы, реагенты, посуда и другие элементы состава изделия должны быть предварительно осмотрены. При осмотре проверяют:

- целостность и герметичность упаковки реагентов и растворов;
- соответствие выбранного для использования реагента (раствора) или посуды требованиям методики анализа, наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде, контрольных шкал;
- мерную посуду, пробирки, контрольные шкалы и др. — на отсутствие повреждений.

При транспортировке оборудование для анализа, склянки с реагентами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надёжную доставку изделий для анализа к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

Подготовку отобранных проб к химическому анализу следует проводить строго в соответствии с методикой, приведённой в настоящем руководстве и (или) в паспортах, прилагаемых к оборудованию, с учётом требований по консервации и хранению проб.

Во избежание получения неправильных результатов анализа, особое внимание следует уделять чистоте мерной посуды, пробирок, склянок и других средств, используемых при анализе.

Перед проведением анализа (или в процессе, если того требует программа работ) используемую посуду необходимо тщательно промыть горячим мыльным раствором (при необходимости — хромовой смесью), многократно промыть водопроводной водой, после чего прополоскать дистиллированной водой и высушить. Аналогичную обработку посуды следует провести после завершения анализа.

После проведения анализа вымытую и высушенную посуду, а также герметично закрытые флаконы с растворами необходимо уложить на свои места в укладочные секции или контейнеры.

При транспортировании оборудования стеклянную посуду и склянки с реагентами (растворами) следует располагать на предусмотренных для них местах, чтобы обеспечить надёжную укладку оборудования, исключить бой посуды, попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.



Затруднения при закрывании укладочных контейнеров свидетельствуют о небрежности при укладке оборудования.

5.3 Подготовительные работы к выполняемым определениям

Перед выполнением анализа, как правило, проводятся подготовительные операции:

- отбор проб и подготовка их к анализу;
- приготовление растворов из готовых реагентов;
- приготовление имитационных растворов при визуально-колориметрическом определении в тех определениях, в которых окрашенные пробы сравнивают с контрольными образцами, выполненными в виде имитационных растворов;
- построение градуировочной характеристики (градуировочного графика) при фотометрическом определении.

Подготовительные работы к выполнению анализа могут включать операции, проводимые, обычно в лабораторных условиях и требующие знаний и навыков работы в химической лаборатории (правил техники безопасности при работе с растворами кислот, использования различной мерной посуды, аналитического взвешивания, знаний при пересчётах концентраций и т. п.).

Примером такой работы является построение градуировочной характеристики, выполняемое заблаговременно при фотометрическом определении. При определении некоторых показателей визуально-колориметрическим методом окрашенные пробы сравнивают с контрольными образцами, выполненными в виде имитационных растворов, приготовление которых аналогично построению градуировочной характеристики.

В аналитической практике нередки случаи, когда оператор сам проверяет правильность собственных измерений. Это считается надлежащей практикой, позволяющей выявить грубые ошибки оператора, а также систематические

и даже случайные погрешности, не выполняя статистически трудоёмких работ, и относится ко всем аналитическим методам (титриметрическим, визуально-колориметрическим, турбидиметрическим, электрометрическим и др.), применяемым в практике химического контроля и предусмотренным настоящим руководством. Для этого выполняют приготовление нескольких растворов определяемого соединения (показателя), имеющих расчётные значения концентраций, соответствующих диапазону контролируемых концентраций. Далее анализируют приготовленные растворы как контрольные пробы, после чего сопоставляют полученные при анализе результаты с расчётными значениями и делают вывод о правильности анализа. Данные контрольные действия являются вариантом внутрिलाбораторного контроля и предусмотрены системой обеспечения единства и правильности измерений, которая обычно действует на предприятиях.

Используемым при анализе методам характерна относительная простота и экспрессность, что выражается в наличии полностью готовых к применению реагентов и растворов, удобных и компактных средств их дозирования, использовании малых объёмов проб и некоторых упрощённых процедур анализа, а также подробном описании операций анализа и подготовки к нему в сопроводительной документации. Вышеуказанное позволяет свести к минимуму риски наработки данных, содержащих грубые случайные либо систематические ошибки, а также неполный учёт факторов, важных для правильных измерений.

5.4 О сроках службы оборудования и сроках годности реагентов

Работоспособность изделий для химического анализа — портативных лабораторий ВХЭЛ и тест-комплектов — характеризуется, в числе прочего, сроками годности и службы компонентов, имеющихся в составе поставляемого изделия, которые можно сгруппировать следующим образом.

1. Расходуемые реагенты и растворы, а также некоторые материалы определяют работоспособность изделия в первую очередь. Они характеризуются сроками годности, которые зависят от состава реагента (раствора), условий применения и хранения.

Сроки годности применяемых при анализе аналитических реагентов и растворов, а также сроки службы других средств комплектации приведены в прилагаемом к изделию паспорте. Растворы, срок годности которых менее 1 года, могут быть приготовлены потребителем из реагентов, имеющихся в составе изделий, по методикам, описанным в настоящем руководстве или другой со-

проводительной документации. Сроки годности реагентов и растворов также приведены в описаниях их приготовления (раздел 10 настоящего руководства). Если в тексте нет сведений о сроке годности раствора, его считают по сроку годности изделия, в котором он используется, причём срок годности устанавливается исходя из сохранения качества раствора (либо всего изделия) при условии его хранения при комнатной температуре, т. е. не более 20–25 °С. Следует иметь в виду, что хранение раствора при повышенной температуре (свыше 25 °С) приводит к сокращению срока годности; хранение при пониженной температуре (например, во льду, в непищевом холодильнике, т. е. при пониженной до 2–8 °С температуре), наоборот, позволяет увеличить его сохранность, т. е. продолжительность возможного использования раствора.

При истечении срока годности раствора предусматривается его замена на свежий раствор, который приготавливается потребителем из имеющихся в составе изделия компонентов по несложной методике (описана в документации), либо применение свежего раствора из состава соответствующего комплекта пополнения.

2. Нерасходуемые компоненты из состава изделия (корпуса-укладки, посуды, принадлежности и т. п.) характеризуются сроками службы, которые также приведены в прилагаемом паспорте. Отдельные элементы данной подгруппы могут входить в комплекты пополнения (например, пластмассовые пипетки и т. п.), но могут быть заменены на аналогичные из подручных средств.

3. Приборы контроля воды, фотометры и т. п. формируют особую группу, которые характеризуются данными от производителя. Сведения о сроках службы, техническом обслуживании, поверки, а также данные по условиям эксплуатации приборов, входящих в состав изделия (при их наличии), указаны в сопроводительной документации.

4. Документация на портативную лабораторию (изделие). В эту группу, также определяющую работоспособность анализа по отдельным показателям, входят руководства, паспорта, сертификаты и др. на изделие и составляющие его модули. Данная документация может быть утеряна либо со временем устаревать, поэтому при восполнении утерянной или запросе соответствующей замены от производителя следует учитывать год издания, заводские номера и марки изделий и т. п., что позволит обеспечить потребителя актуальным материалом для продолжения работы с изделиями.

5.5 О качестве растворов и чистоте посуды

Выполнение анализа иногда предполагает использование расходуемых материалов (растворителей, солей и т. п.), а также посуды в количествах, которые нецелесообразно включать в состав поставляемых портативных изделий (например, когда требуется большое количество раствора титранта). В этих случаях потребитель приготавливает новые растворы самостоятельно из имеющихся в изделии компонентов по методикам, приведённым в описании соответствующего показателя в разделе 10 настоящего руководства.

При приготовлении растворов и разбавлении пробы следует использовать только проверенную дистиллированную воду, конденсат либо специально очищенную воду для химического анализа (если в тексте не указано иное). Пригодность используемой воды при подготовке к анализу конкретного показателя можно проверить выполнением анализа холостой пробы. Сведения о приготовлении и характеристиках очищенной воды для химического анализа приведены в п. 6.2 и приложении 3 настоящего руководства.

В некоторых операциях также используется типовая мерная и другая посуда: мерные цилиндры, стаканы, колбы на 0,5 л и т. п. Многие из указанного предусмотрено в составе поставляемых портативных лабораторий и, как правило, имеется в профессиональных и учебных лабораториях. При недостаточной обеспеченности посудой для приготовления растворов рекомендуется иметь в распоряжении набор посуды для химического анализа многофункциональный (приложение 4).

После проведения анализа вымытую и высушенную посуду, как указано в п. 5.2, а также герметично закрытые флаконы с растворами необходимо уложить в укладочные контейнеры на предусмотренные для них ячейки.

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

6.1 Типовые операции, выполняемые при анализе

Применяемые при химическом анализе методы включают ряд операций, которые являются типичными для многих химико-аналитических методик и содержат широко встречающиеся в практике приёмы. Ниже приводятся операции, выполнение которых составляет значительную часть подготовительных и аналитических работ при определении того или иного показателя при аналитическом химическом контроле. От корректного выполнения этих (как и других) операций во многом зависит правильность получаемого результата анализа.

Фильтрация проб, растворов или суспензий является важной операцией, часто выполняемой при химическом анализе. Эта операция выполняется в следующих типичных ситуациях:

— при отборе проб воды, когда проба выглядит мутной, имеющей взвешенные частицы;

— при отборе проб воды для определения показателя, который требуется анализировать именно в растворённой форме (при отсутствии фильтрации результатом анализа окажется определяемый компонент, имевшийся в пробе в растворённом, а также в адсорбированном и взвешенном состоянии);

— при приготовлении некоторых растворов и обработке проб, в ходе которых необходимо отделить отфильтрованный раствор (фильтрат) от осадка, причём дальнейшие операции могут выполняться с использованием как фильтрата, так и осадка, и др.

Считается, что при фильтрации для эффективного отделения растворённых форм контролируемого компонента раствора от взвешенных следует использовать фильтр с размером пор около 0,45 мкм. При аналитическом химическом контроле предусмотрено фильтрация проб, проводимое при необходимости отделения раствора от его твёрдой фазы, имеющей абразивные свойства и способной к отложениям на оборудовании и его порче. В основном это относится к определяемым металлам (алюминий, железо, марганец и др.). Это достигается с использованием специального бумажного фильтра «синяя лента», близкого по размеру пор к мембранному фильтру. Учитывая, что фильтрация через бумажные фильтры «синяя лента» легко выполнимо в производственных и лабораторных условиях и при этом обеспечивает достаточно эффективное фильтрацию, бумажные фильтры входят в состав многих портативных лабораторий и тест-комплектов производства ЗАО «Крисмас+».

Для ускорения фильтрования используется фильтр в складчатом виде. В такой форме работает вся поверхность листа, и фильтрование идёт быстрее. Изготовить складчатый фильтр несложно (рис. 4): обычный бумажный фильтр складывают пополам, затем складывают мелкой гармошкой, после чего аккуратно расправляют и вставляют в воронку установки для фильтрования.

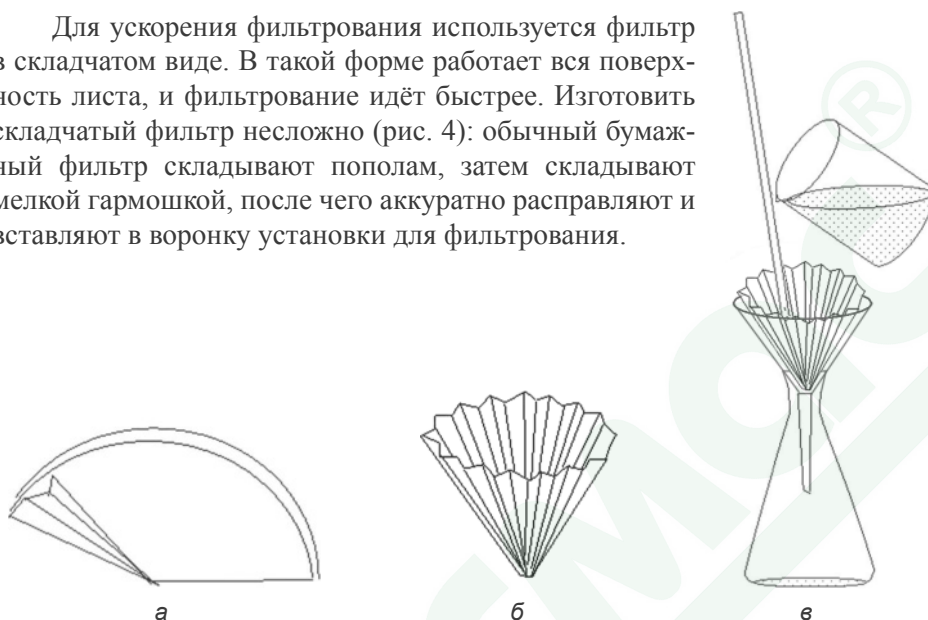


Рисунок 4. Приготовление складчатого фильтра и фильтрование:
а — изготовление складчатого фильтра, б — готовый складчатый фильтр,
в — установка для фильтрования

Ниже приводим несколько основных правил при фильтровании через бумажные фильтры.

- Не заглаживайте сильно центр фильтра, бумага там может легко порваться!
- Фильтр следует выбирать такого размера, чтобы он слегка (на 3–5 мм) выступал из воронки. При излишних размерах фильтра его нужно обрезать ножницами.
- Приливая первые порции жидкости, слегка придерживайте фильтр палочкой. Далее жидкость со взвесью или осадком приливайте аккуратно по стеклянной палочке, не допуская взбалачивания уже сложившегося осадка.
- Первую порцию фильтрата (20–30 мл или более, если фильтр больших размеров) отбросьте, предварительно ополоснув ею приёмную колбу (эта порция собирает в себе загрязнения).
- Не упирайтесь палочкой в фильтр — влажная бумага легко рвётся! Также не пытайтесь ускорить фильтрование, перемешивая осадок на фильтре.
- Фильтрование идёт тем быстрее, чем больше жидкости на фильтре, но нельзя наливать до верхнего края бумаги (легко перелить)!

- Если фильтр всё же прорвался, надо приготовить новый и отфильтровать всё заново, в чистую колбу. Прорванный фильтр с осадком при этом можно положить в новый фильтр, облегчив тем самым фильтрование и сохранив уже собранный осадок на фильтре.

В некоторых определениях потребителю нужно *приготовить свежий раствор*. Приготовление раствора начинается с переноса имеющегося в изде-лии реагента из одной ёмкости в другую. При этом перенести реагент (раствор) *полностью* — значит перенести его без видимых остатков в исходной ёмко-сти. Такой способ обычно используется при добавлении реагента из капсулы. Перенести реагент куда-либо *количественно* — значит перенести полностью видимую часть реагента и, обмыв подходящим растворителем внутреннюю поверхность исходной ёмкости (капсулы, склянки), добавить смывку к основ-ной его порции. Такой способ обычно используется при приготовлении раство-ров из стандарт-титра (фисканала).

Переливание аналитических растворов и других жидкостей выполнять через имеющиеся в составе портативного оборудования химические воронки. При этом флакон, из которого переливают жидкость, необходимо держать эти-кеткой к руке во избежание её порчи.



Отбор пробы воды в требуемую посуду обычно производят из пробоотборников, использовавшихся при отборе пробы непо-средственно на оборудовании. При этом представительная часть пробы помещается подходящим способом в предусмо-тренную для анализа рабочую посуду (склянку, колбу и др.) до меток. Для точности перенос пробы в рабочую посуду может производиться с применением имеющегося в составе оборудования — градуированных пипе-ток и цилиндров малого объёма.



Перед заполнением склянки (пробирки, колбы) пробой следует убедиться в чистоте посуды, после чего её следует несколько раз ополоснуть анализиру-емой водой.



Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативах.



Добавление жидких реагентов (растворов) к пробе или раствору производится градуированными пипетками, предусмотренными для данной операции.



В случаях добавления реагента по каплям соответствующий раствор может быть добавлен с применением полимерной пипетки или непосредственно из флакона-капельницы (в зависимости от имеющегося в составе оборудования).

После добавления реагента раствор необходимо перемешать, если в тексте не предусмотрено иное. Пипетку после добавления раствора необходимо промыть чистой водой.



Добавление сыпучих реагентов к пробе производится пересыпанием из капсул, а также добавлением при помощи мерной ложки или шпателя.



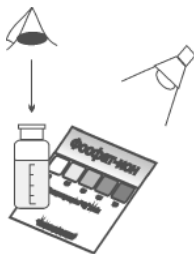
При использовании мерной ложки (шпателя) сыпучий реагент не должен содержать комков. Реагентом следует заполнять весь объём мерной ложки без горки. После добавления раствор перемешивают до полного растворения добавленного реагента.



10 мин

В тех пунктах, где это предусмотрено, пробу оставляют на указанное время для протекания реакции или иного процесса.

Обработанная проба по методике анализа в большинстве методов подвергается колориметрированию (визуально либо фотометрически) или титруется.



О визуальном колориметрировании пробы см. особенности выполнения анализа колориметрическими методами в п. 6.3.1.



О фотометрировании пробы см. в п. 6.3.2 и в тексте определений соответствующих показателей.



Титрование пробы может выполняться в упрощённом варианте (укороченная пипетка со шприцем) либо с применением пипетки (бюретки) в титровальной установке.

При титровании необходимо определить объём раствора титранта как разность между объёмом раствора в пипетке в начале и по окончании титрования. Подробнее об операциях при титриметрическом определении см. в п. 6.4.

Расчётная формула

В ряде определений предусмотрен **расчёт результатов анализа**, который может выполняться по полной либо упрощённой формуле.

6.2 Использование очищенной воды для химического анализа

В технологиях аналитического химического контроля большое значение имеет обеспечение чистоты применяемых реагентов и растворов, вводимых в пробу при её анализе. Это касается приготовления некоторых водных растворов потребителем из имеющихся в изделии компонентов (например, растворов титранта), а также разбавления водой пробы, что также предусмотрено в некоторых методиках.

При выполнении химического анализа воды, как правило, аналитики используют дистиллированную либо бидистиллированную воду. В аналитическом химическом контроле по ряду показателей необходимо использовать воду, специально очищенную от компонента, концентрация которого является измеряемым показателем. Особенно важно данное правило обеспечивать при определении малых концентраций, т. е. таких, остаточное значение которых в используемой воде сопоставимо с измеряемыми концентрациями этого же вещества.

Обязательное применение специально очищенной воды вместо дистиллированной или заменяющего её конденсата предусматривается в отраслевых стандартах и других нормативно-технических документах, регламентирующих методы аналитического химического контроля (ОСТ 34-70-953.2, РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, МУ 08-47/227 и др.). При этом в разных нормативных документах встречаются указания об использовании воды, «очищенной для химического анализа», «очищенной от следов аммиака», обезжелезенной, обессоленной, осветлённой, умягчённой, деионизированной, химически обработанной и др.

В зависимости от характеристик дистиллированной воды либо конденсата, доступных на предприятии, использование очищенной воды для химического анализа может оказаться необходимым для правильного выполнения определения. Использование очищенной воды предусмотрено при выполнении анализа аммиака, железа, кремниевой кислоты и др.

Все растворы, предусмотренные настоящим руководством при подготовке к выполнению определения соответствующего показателя, следует приготавливать с использованием очищенной воды, применение которой не приводит к холостому окрашиванию пробы. В качестве такой очищенной воды могут быть использованы:

- имеющаяся в технологических циклах на предприятии Н-катионированная вода или конденсат;
- специально приготовленная очищенная вода для химического анализа по ОСТ 34.70.953.2 (набор для её приготовления производства ЗАО «Крисмас+» см. в приложении 3);

— очищенная вода для химического анализа, приготовленная с применением портативных лабораторно-промышленных установок различных типов, производящих воду требуемой степени очистки.

Очищенную воду, используемую для подготовки к определению, вне зависимости от способа приготовления, следует проверить на соответствие требованиям ГОСТ Р 52501-2005 её степени очистки, требующейся для выполнения анализа по данному показателю.

Приготовление очищенной воды — сложная процедура, требующая профессионализма и тщательности, а также специальных средств оснащения. Для работы по очистке необходимы паспортизованные материалы и специальная посуда, имеющаяся далеко не в каждой лаборатории.

Сущность метода очистки состоит в применении различных технологий фильтрации дистиллированной воды или конденсата через материалы (сорбенты), поглощающие органические примеси, катионы и анионы, а также задерживающие взвешенные нерастворимые частицы различной степени дисперсности.

Для упрощения и облегчения процедур приготовления очищенной воды при аналитическом химическом контроле рекомендуется использовать специальные установки, поставляемые вместе с оборудованием для контроля воды.

ГОСТ Р 52501-2005 устанавливает две степени чистоты воды в зависимости от способа очистки исходной воды либо воды, уже имеющей достаточный уровень чистоты (табл. 5).

Таблица 5

Степени чистоты воды для химического анализа и критерии, определяющие качество

Степень чистоты воды	Признаки качества	Способы приготовления
Степень 1	Вода, в основном свободная от растворимых или коллоидных ионных и органических примесей и отвечающая жёстким аналитическим требованиям	Дальнейшая очистка воды 2-й степени чистоты (обратный осмос, деионизация, фильтрование через мембранный фильтр с размером ячейки 0,2 мкм, двойная перегонка с применением аппаратуры из кварцевого стекла и др.)
Степень 2	Вода с очень низким содержанием неорганических, органических или коллоидных примесей, используемая для чувствительных аналитических методов и определения компонентов в следовых количествах	Неоднократная перегонка либо деионизация, обратный осмос с последующей перегонкой

Согласно требованиям ГОСТ Р 52501-2005, очищенная вода для химического анализа должна отвечать ряду требований (табл. 6) и контролироваться соответствующими методами.

Таблица 6

Требования к показателям очищенной воды

Наименование показателя	Степень чистоты	
	1	2
1 Удельная электрическая проводимость при температуре 25 °С, мСм/м, не более	0,010	0,10
2 Массовая концентрация веществ, восстанавливающих KMnO_4 (O), мг/л, не более	Не определяется	0,08
3 Оптическая плотность при длине волны 254 нм, в кювете слоя 1 см, ед. оптич. плотности, не более	0,001	0,01
4 Массовая доля остатка после выпаривания при температуре 110 °С, млн^{-1} , не более	Не определяется	1,00
5 Массовая концентрация оксида (IV) (SiO_2), мг/л, не более	0,010	0,02

Вследствие сложности контроля показателей табл. 6 для воды степени чистоты 1 показатели п. 2 и 4 табл. 6 не определяют при условии подтверждения качества контролем других показателей и соблюдением технологии приготовления (очистки) воды. Наиболее надёжным и информативным для оценки пригодности очищенной воды для подготовки к анализу является измерение её удельной электропроводности (п. 1 табл. 6), для чего необходим кондуктометр с соответствующими техническими характеристиками. Из отечественных сертифицированных приборов, позволяющих выполнять измерения малых значений удельной электропроводности, мы рекомендуем к применению в составе портативного оборудования для аналитического химического контроля кондуктометр типа МАРК 603 с датчиком ДП-015.

Следует иметь в виду, что приготовленная по указанным требованиям вода является продуктом, который не подлежит длительному хранению (имеет небольшие сроки годности) ввиду потери своих первоначальных характеристик. Указанные в табл. 6 значения удельной электрической проводимости приведены для свежеприготовленной воды. При хранении очищенной воды в стеклянных сосудах может происходить её загрязнение в силу растворения в воде атмосферной двуокиси углерода, выщелачивания внутренней стеклянной поверхности сосудов и поглощения других возможных примесей (например,

из материала пробки), что, как правило, приводит к изменению первоначальных значений её удельной электрической проводимости очищенной воды.

Для хранения запаса очищенной воды или при использовании для анализа (проверки качества) воду помещают в хорошо закрывающиеся сосуды (бутыли) из боросиликатного стекла, полиэтилена высокого давления или полипропилена таким образом, чтобы бутылка была полностью заполнена водой (ГОСТ Р 52501-2005).

При использовании для хранения очищенной воды бутылкой из боросиликатного стекла, их предварительно кипятят в течение не менее 2 ч в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/л, затем — дважды по 1 ч — в дистиллированной воде. При этом необходимо аналитически подтвердить, что вода при хранении в подготовленных сосудах сохраняет своё качество, в том числе по показателям п. 2 и 3 табл. 6.



Необходимо принять все меры предосторожности, чтобы исключить риск загрязнения содержимого бутылок с очищенной водой.

Пригодность очищенной воды к применению в анализе, либо необходимость дополнительной очистки воды рекомендуется подтверждать аналитически в «холостом» опыте, т. е. путём выполнения определения пробы, не содержащей определяемого компонента.

6.3 Анализ колориметрическими методами

Колориметрический метод анализа основан на измерении поглощения света веществом. Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводят в окрашенное соединение, после чего измеряют интенсивность окраски полученного раствора либо сравнивают интенсивность окраски исследуемого раствора с окраской стандартного раствора или плёночной контрольной шкалы. Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. Если окраска пробы оценивается визуально, такой метод называется визуально-колориметрическим. При измерении интенсивности окраски проб с помощью прибора — фотоколориметра либо фотометра — метод называется фотометрическим.

Применение при анализе технологий ЗАО «Крисмас+» предусматривает, что полученные окрашенные пробы можно колориметрировать с помощью фотоколориметров (фотометров) в производственных или лабораторных условиях, и это позволяет выполнять количественный анализ, относимый к химическим измерениям с нормированными показателями точности.

6.3.1 Визуально-колориметрические методы

Методы визуальной колориметрии, в отличие от титриметрических методов, специалисты относят к сигнальным или полуколичественным.

При выполнении анализа визуально-колориметрическим методом (рН, аммиак, железо, кремниевая кислота, нитраты, нитриты и др.) определение проводится в специальных колориметрических пробирках или склянках.

Колориметрические пробирки и склянки изготавливаются из бесцветного стекла и могут иметь диаметр 11–15 мм и более (для склянок); они также могут иметь несколько меток — «5 мл», «10 мл» и «20 мл» (для склянок), показывающих объём в миллилитрах (и, следовательно, высоту), до которых следует наполнить пробирку (склянку) пробой исследуемой воды, чтобы обеспечить необходимые условия визуального колориметрирования. Имеющиеся в одном изделии колориметрические пробирки (и, соответственно, склянки для колориметрирования) должны иметь одинаковую форму и диаметр, так как от этих параметров зависит высота слоя окрашенного раствора и, следовательно, интенсивность окраски, что важно для правильного колориметрирования.

Наиболее точные результаты при анализе визуально-колориметрическим методом достигаются, если сравнивать окраску пробы с образцами окраски шкалы растворов-имитаторов². Их приготавливают при необходимости заранее из реактивов-стандартов. Однако следует иметь в виду, что возникающие в процессе реакций окраски обычно малоустойчивы. По этой причине для проведения визуального колориметрирования соответствующие изделия — портативные лаборатории и тест-комплекты укомплектованы также готовыми контрольными плёночными шкалами, на которых воспроизведены по цвету и интенсивности образцы окраски модельных растворов-имитаторов, имеющих известные значения определяемого показателя.

Оценку интенсивности окраски пробы при визуальном колориметрировании производят при достаточной освещённости рассеянным белым светом (искусственным, естественным, комбинированным). Максимальная интенсивность окраски раствора-пробы достигается в тех случаях, когда взгляд выполняющего визуальную оценку направлен сверху (через открытую пробирку либо склянку) вниз, так как при этом слой окрашенного раствора имеет максимальную толщину. При необходимости освещённость пробы и фона усиливают с помощью источника белого направленного света (фонаря, лампы). Визуальное колориметрирование пробы проводят, располагая колориметрическую склянку или пробирку на белом поле контрольной шкалы, наблюдают окраску раствора сверху (рис. 5).

² В лабораториях моделей ВХЭЛ и НКВ-12.1 шкалы на основе растворов-имитаторов используются также при внутреннем (операционном) контроле точности измерений.

За результат анализа при визуальном колориметрировании оператор принимает то значение концентрации образца шкалы растворов-имитаторов или образца окраски контрольной плёночной шкалы, которое он субъективно считает наиболее близким к окраске пробы.

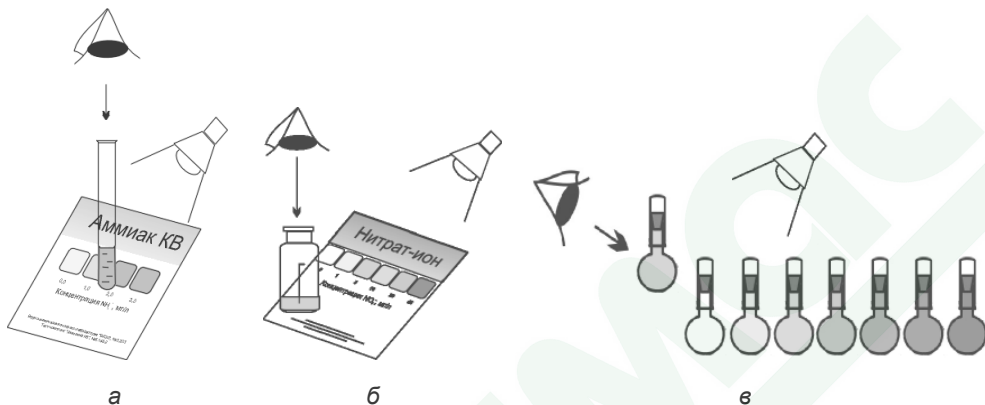


Рисунок 5. Проведение визуально-колориметрического определения по контрольной плёночной шкале с применением колориметрической пробирки (а) и колориметрической склянки (б), а также по шкале с использованием растворов-имитаторов (в)

Если окраска раствора-пробы в колориметрической пробирке (склянке) окажется интенсивнее крайнего образца на шкале с максимальной концентрацией, проводят разбавление пробы, после чего определение повторяют. После колориметрирования вводят поправочный коэффициент, учитывающий степень разбавления пробы.

В случае если анализируемый компонент не подвергается гидролизу при разбавлении пробы, можно выполнить её разбавление и затем колориметрировать уже разбавленную пробу, имеющую известную степень разбавления, после чего в формулу расчёта результата анализа необходимо ввести поправку на разбавление пробы.

Для учёта разбавления пробы значение концентрации, полученной после колориметрирования разбавленной пробы, следует умножить на поправочный коэффициент, равный кратности степени разбавления пробы.

Пример. Перед анализом произвели разбавление пробы в 5 раз, для чего 100 мл пробы смешали с 400 мл дистиллированной воды (кратность разбавления равна 5). Результат анализа по конкретному показателю разбавленной пробы воды (т. е. концентрация анализируемого компонента) равен 0,20 мг/л. Рассчитываем концентрацию данного компонента в исходной (неразбавленной) пробе воды C_A :

$$C_A = 5 \times 0,20 = 0,10 \text{ мг/л.}$$

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окраски обычно малоустойчивы, поэтому при выполнении процедур анализа следует придерживаться указанной для данного определения продолжительности операций.

6.3.2 Фотометрические методы

При фотометрическом анализе определяют оптическую плотность исследуемой пробы в стеклянных (или полимерных) кюветках с длиной оптического пути 1–5 см из комплекта фотометра (можно использовать и кюветы с большей длиной оптического пути — до 10 см, однако в этом случае может потребоваться проведение анализа с соответственно увеличенным объёмом пробы). При фотометрическом анализе выполняют измерение значения оптической плотности градуировочных растворов, с дальнейшим расчётом значения концентрации определяемого параметра.

Технологии анализа ЗАО «Крисмас+» позволяют проводить определения с использованием выпускаемых в России и за рубежом промышленных фотометров и спектрофотометров. Выпускаемые отечественной промышленностью современные портативные фотометры (рис. 6 а, в) являются универсальными, так как имеют автономное питание, пригодны для работы в полевых и лабораторных условиях, имеют оригинальное программное обеспечение и позволяют выводить данные на персональный компьютер. Удобным вариантом для теплоэнергетических предприятий и служб водоподготовки (химводоочистки) можно считать поставляемый ЗАО «Крисмас+» набор-укладку для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К» (рис. 6 б). В наборе, кроме фотометра, работающего в режиме концентратомера, имеются принадлежности — склянки для хранения и транспортировки проб, кюветы и сборник методик измерения. При анализах проб в производственных условиях портативные колориметры удобно использовать в комплекте с ноутбуком.

Применение фотометрического метода, наряду с визуально-колориметрическим, предусмотрено при анализе ряда показателей (табл. 1).

Необходимым этапом фотометрического анализа является построение градуировочной характеристики, которая должна быть выполнена заблаговременно в соответствии с используемой методикой анализа. В приборах, поставляемых в составе портативных лабораторий от ЗАО «Крисмас+», концентрация анализируемого вещества выводится автоматически на дисплей фотоколориметра непосредственно при фотометрировании, так как прибор поставляется уже запрограммированным на автоматический расчёт значений концентрации при анализе, и в него уже введены параметры градуировочных характеристик. В этом случае прибор работает в режиме концентратомера.



а



б



в



г

Рисунок 6. Фотометры:

- а — универсальный фотометр марки «Экотест-2020»;
- б — набор-укладка для полевого фотокolorиметрирования «Экотест-2020-К»;
- в — универсальный фотометр марки «Эксперт-003»;
- г — лабораторный фотометр марки КФК-3

К приборам, способным работать в режиме концентратомера, относятся фотометры «Экотест-2020», «Эксперт-003». Соответствующие технические данные и особенности применения приборов приводятся в документации на них.

Однако не все фотометры могут работать в режиме концентратомера. Для таких приборов определение концентрации компонента проводится в режиме подключения прибора к персональному компьютеру или при считывании каждого полученного значения оптической плотности. В данном случае значение концентрации определяется по графической градуировочной характеристике, построенной потребителем заблаговременно по алгоритму, приведённому в методике измерений. Аналогично следует действовать потребителю при использовании работоспособных фотометров устаревших моделей.

При фотометрировании пробы в ходе анализа предусматривается выполнение всех операций с использованием комплектующих и реагентов, имеющих в составе соответствующего изделия (указаны в разделе 10 при описании процедур анализа некоторых показателей).

Полный перечень оборудования, используемого при фотометрическом определении, приведён в соответствующей методике выполнения определения. В общем случае кроме средств комплектации из состава тест-комплекта или портативной лаборатории при фотометрическом определении используется фотометр с набором кювет 10 мм, вода дистиллированная и стандартный образец состава для соответствующего компонента, а также следующее оборудование для построения градуировочной характеристики (если прибор градуируется потребителем): пипетки градуированные (1–10 мл), колбы мерные (50, 100, 1000 мл) и другое оборудование, имеющееся обычно в аналитических лабораториях.

Примечание. Рекомендуется использование многофункционального набора посуды для химического анализа (приложение 4).

Фотометрирование позволяет существенно повысить точность анализа, однако требует большей тщательности и квалификации в работе. Как уже указывалось, необходимым этапом реализации фотометрической методики анализа является предварительное построение градуировочной характеристики, что описано в применяемой методике. Оценка параметров градуировочной характеристики фотометрической методики анализа позволяет при необходимости, выявить диапазон линейности характеристики, визуализировать диапазон ошибок и др., что может иметь значение для подтверждения правильности измерений.

Возможность визуализации градуировочной характеристики, обеспечиваемая при измерениях концентраций веществ в воде с применением фотометра «Экотест-2020» и других современных приборов, приводит к значительной экономии времени оператора на ручных графических построениях.

6.4 Анализ титриметрическими методами

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объёма раствора одного из двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причём концентрация одного из них должна быть точно известна. Метод заключается в том, что к определяемому веществу в пробе прибавляют раствор реагента известной концентрации (титранта) до тех пор, пока его количество не станет эквивалентным количеству прореагировавшего с ним определяемого вещества. При анализе раствор титранта помещают в бюретку (пипетку) и осторожно малыми порциями приливают его к исследуемому раствору. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество (моль) титранта равно и химически эквивалентно количеству (моль) определяемого компонента. Точку эквивалентности обычно определяют, вводя в раствор соответствующий индикатор и наблюдая за резким изменением окраски.

Особенностью титриметрических методов анализа является зависимость объёма раствора титранта от уровня контролируемой концентрации. Это обусловлено тем, что расходуемые при титриметрическом определении реагенты могут включать растворы с неизменным расходом на одно определение, но они обязательно включают раствор титранта, расход которого при анализе непостоянен и зависит от фактической концентрации титруемого компонента. Расход титранта можно считать связанным расчётной формулой (имеются в описании методик определения, см. раздел 10) со значением показателя, заданным для контроля. Это приводит к необходимости устанавливать ресурс изделий при титриметрическом определении в виде интервала значений количества анализов.

При выполнении анализа титриметрическим методом (щёлочность, хлорид-ионы, общая жёсткость) определение проводят в конических колбах различной вместимости. В процессе титрования раствор перемешивают круговыми движениями либо встряхиванием.

Объёмы растворов титрантов дозируют с помощью бюреток, градуированных пипеток или более простых дозирующих устройств — шприцев, полимерных пипеток и др. (рис. 7). Наиболее удобны для титрования бюретки.

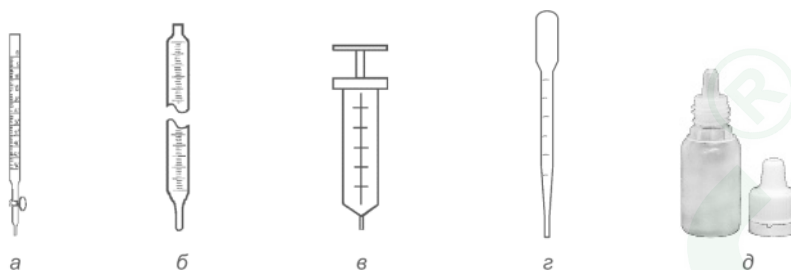


Рисунок 7. Средства дозирования растворов:

- а — бюретка с краном; б — градуированная пипетка; в — шприц-дозатор;
г — пипетка полимерная; д — флакон-капельница с крышкой

Для удобства заполнения градуированных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют со шприцем-дозатором, используя соединительную силиконовую трубку (рис. 8).



Запрещается заполнение пипеток растворами путём всасывания растворов ртом.

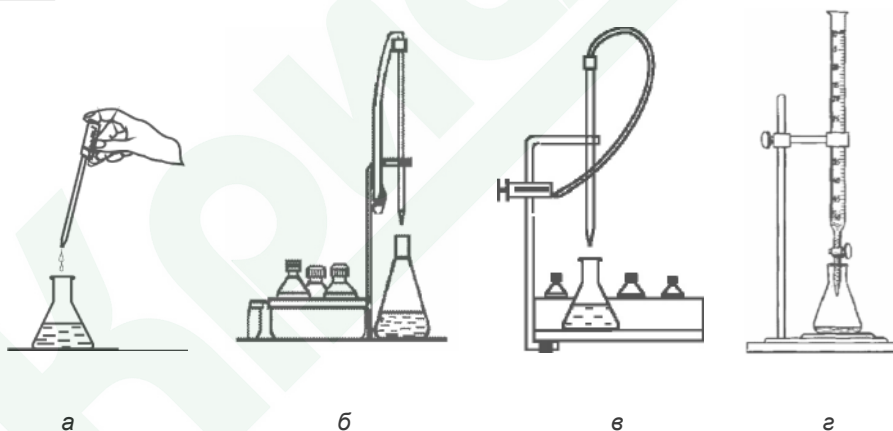


Рисунок 8. Установки для титрования в штативах:

- а — укороченная пипетка со шприцем, удерживаемая рукой;
б — градуированная пипетка со шприцем в стойке-штативе, устанавливаемой на стенке укладочного контейнера тест-комплекта;
в — то же из состава ВХЭЛ (на откидном столике);
г — бюретка в лабораторном штативе

Удобной в применении является установка для титрования, входящая в состав портативных лабораторий ВХЭЛ и др. (рис. 8 в), имеющих корпуса с откидывающимся к оператору столиком. Такая установка для титрования (приведена на рис. 9) представляет собой лёгкую сборную конструкцию, позволяющую удобно выполнять титрование с использованием градуированной пипетки, соединённой через полимерную трубку (6) со шприцем, при этом все указанные составные части размещаются и фиксируются на своих местах на съёмной стойке-штативе. Стойка-штатив (2) плотно устанавливается в петлю (1) на рабочем столике оператора. Стойка-штатив снабжена креплениями для стандартных калиброванных шприцев разного объёма от 2 до 10 мл (5), а также для различных градуированных пипеток разного диаметра объёмом до 10 мл (9). Надёжное фиксирование пипетки в отверстии штатива на нужной высоте достигается использованием ограничительного кольца из полимерной трубки, расположенного на пипетке на нужной высоте (8). В качестве ограничительного кольца можно использовать готовые кольца, предусмотренные в составе комплекта, или отрезанные от соединительной трубки (6).

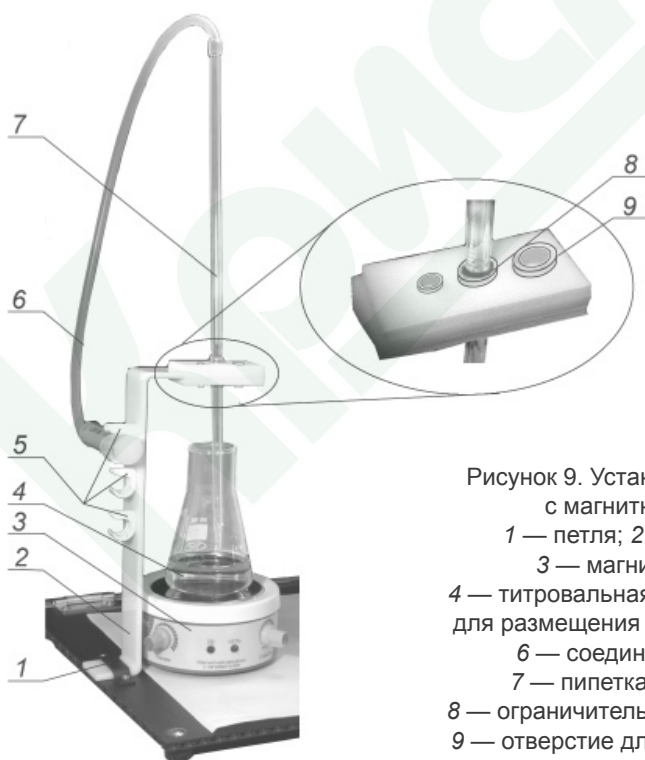


Рисунок 9. Установка для титрования с магнитной мешалкой:

- 1 — петля; 2 — стойка-штатив;
- 3 — магнитная мешалка;
- 4 — титровальная колба; 5 — крепления для размещения дозирующих шприцев;
- 6 — соединительная трубка;
- 7 — пипетка градуированная;
- 8 — ограничительное кольцо на пипетке;
- 9 — отверстие для размещения пипеток

Раствор при титровании удобно перемешивать с использованием магнитной мешалки (рис. 9 3). Установка для титрования позволяет в производственных и лабораторных условиях удобно и точно дозировать растворы, жидкие реагенты, а также пробы.

Следует иметь в виду, что измерение объёма водного раствора в бюретках, градуированных пипетках, мерных пробирках, мерных колбах проводится **по нижнему краю мениска** жидкости, который в случае водных растворов всегда вогнут (рис. 10). При этом глаз наблюдателя **должен быть на уровне метки**. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо также знать, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре 20 °С, поэтому для получения точных результатов измерения объёмов с применением пипеток, бюреток, мерных колб и т. п. температура растворов должна быть близка к комнатной.



Рисунок 10. Наблюдение уровня жидкости (мениска) при титровании.

Общий порядок выполнения операций при титровании

1.

Соберите установку для титрования в её полном (рис. 9) или сокращённом (рис. 8 в) виде.

Примечание. В тех случаях, когда стойка-штатив не используется, шприц соединяется с градуированной пипеткой через отрезок соединительной трубки, и данная система удерживается оператором в руках (рис. 9 а).



При работе со стеклянными пипетками соблюдайте осторожность: опасайтесь чрезмерных усилий при надевании соединительной полимерной трубки или её отрезка — фиксирующего кольца на конец пипетки во избежание её поломки и возможного ранения рук осколками стекла.

2.

Заполните раствором титранта градуированную пипетку. Для этого конец пипетки опустите в склянку (флакон) с раствором титранта и, выдвигая поршень шприца, заполните полость пипетки.

3.

Выполните титрование пробы. Для этого в коническую колбу или склянку поместите пробу и необходимые реагенты, как указано в описании выполнения определения. Далее колбу (склянку) с пробой и реагентами

поместите под градуированную пипетку таким образом, чтобы носик пипетки был направлен в центр колбы и опущен ниже верхнего края колбы на 1–2 см. Постепенно вдвигайте поршень шприца для переноса раствора титранта из пипетки в титруемую пробу, покачивая колбу для перемешивания содержимого. Наблюдайте изменение окраски пробы. В момент наиболее быстрого изменения окраски пробы раствор из пипетки добавляйте медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании пробы от руки или магнитной мешалкой. При изменении окраски пробы следует добавление раствора прекратить и выждать 0,5–1 мин. Если окраска пробы восстановится, добавьте ещё немного раствора до изменения окраски. Моментом окончания титрования и соответствующим объёмом раствора титранта следует считать такое его значение (V_K), после добавления которого прибавление нескольких капель титранта уже не вызывает изменения окраски раствора.



4.

Определите объём раствора титранта, израсходованный на титрование, как разность между количеством раствора в пипетке в начале и по окончании титрования:

$$V = V_H - V_K.$$

Для уверенного визуального определения момента окончания титрования в случаях, когда в точке эквивалентности изменение окраски недостаточно контрастно, окраску титруемой пробы полезно сравнивать с окраской контрольной пробы, которая приготавливается аналогично титруемой пробе (такую пробу также часто называют свидетелем). В качестве такой пробы в зависимости от конкретной методики обычно выбираются точки начала (до перехода окраски) или окончания титрования (после очевидного завершения перехода окраски). В некоторых тест-комплектах и портативных лабораториях ЗАО «Крисмас+» титрование предусмотрено проводить, сравнивая окраску пробы с окраской бумажного цветового образца начала и окончания титрования. Переход окраски в прозрачных растворах лучше проводить на белом фоне (на фоне листа белой бумаги).

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА



При эксплуатации лаборатории ВХЭЛ оператору надлежит руководствоваться настоящим пособием. Рекомендуется также предварительно ознакомиться с правилами водно-химического анализа, описанного в издании:

Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования («Крисмас+», 2023).

Анализ с применением тест-комплектов и портативных лабораторий ЗАО «Крисмас+» может выполнять лаборант (оператор) со средним специальным образованием, ознакомленный с правилами техники безопасности, освоивший приведенные методики, имеющий навыки выполнения химико-аналитических операций (отбора проб, титрования, использования шкал для визуального колориметрирования и др.), прошедший проверку знаний и правил безопасной работы и допущенный к работе согласно действующим на предприятии (объекте) инструкциям.

Несколько более сложен анализ на содержание нитратов, фосфатов, растворенного кислорода, требующий более глубоких знаний и практических навыков в освоении методик.

В ходе проведения анализа и при подготовке к ним некоторые работы требуют от персонала тщательности и надлежащей квалификации. К таким работам, требующим от персонала навыков работы в химической лаборатории (использования различной мерной посуды, аналитического взвешивания, знаний при пересчетах концентраций и др.), относятся операции, выполняемые при внутреннем контроле точности определений, а также работы при построении градуировочной характеристики, которые выполняются заблаговременно в соответствии с используемой методикой анализа и являются необходимым этапом фотометрического определения. Требуется соответствующих знаний и навыков также применение приборов контроля воды.

К работе с оборудованием могут привлекаться учащиеся групп профессионального обучения при условии ознакомления их с методиками анализа, выполняемыми операциями, правилами безопасной работы и обязательного контроля со стороны специалиста, проводящего обучение.

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

8.1 Общие сведения и правила безопасности при работах по аналитическому химическому контролю



Перед тем, как приступить к работе с портативной лабораторией или тест-комплексом, необходимо подробно ознакомиться с настоящим руководством и документацией к применяемому изделию.

Выполняемые работы, включая отбор и консервацию проб, подготовку к анализу, выполнение определения, утилизацию, должны проводиться опытным оператором, прошедшим обучение приёмам и правилам безопасного выполнения работ, получившим допуск к работам согласно установленным на предприятии инструкциям.

Имеющиеся в составе портативного оборудования, производимого ЗАО «Крисмас+», химические реагенты, растворы и материалы находятся в количествах, не создающих угрозу безопасности и жизни людей, а также окружающей среде при условиях соблюдения установленных правил транспортирования, хранения, безопасной работы и утилизации.

Тест-комплекты и портативные лаборатории ЗАО «Крисмас+» не содержат взрывоопасных, ядовитых или наркотических веществ, а входящие в состав изделий реагенты и растворы герметично упакованы во флаконы и не представляют опасности при соблюдении необходимых мер безопасности.



При выполнении аналитического химического контроля с применением портативных лабораторий ВХЭЛ и тест-комплектов, а также при выполнении сопутствующих работ необходимо соблюдать правила безопасности при проведении:

- *подготовительных операций к анализу, а также операций по выполнению определений, особенно имеющих соответствующие знаки безопасности (приведены в настоящем разделе);*
- *утилизации отработанных растворов, проб, а также реагентов с истёкшим сроком годности (приведены в п. 8.5).*

При работе с любыми химическими веществами и растворами настоятельно рекомендуется применять средства индивидуальной защиты — защитные очки и защитные перчатки, имеющиеся в составе портативных лабораторий и тест-комплектов, или аналогичные средства защиты.

Отбор и подготовка проб и проведение испытаний проводятся в соответствии с разделами 9 и 10 настоящего руководства.

При выполнении некоторых операций используются реагенты и (или) растворы, представляющие повышенную опасность (указаны ниже в данном разделе). Операции по приготовлению, применению и утилизации таких растворов следует выполнять с обязательным использованием защитных очков и перчаток, а также нарукавников и фартука (рекомендуется).

Знаки безопасности:



Осторожность при выполнении данной операции (указывается, что именно надо принять во внимание)



Использование защитных очков



Использование защитных перчаток

Перед проведением любых работ с применением портативного контрольного оборудования, производимого ЗАО «Крисмас+», следует подробно ознакомиться с настоящим руководством и сопроводительной документацией, в том числе с документацией к дополнительным модулям и приборам. Оператор должен практически освоить выполнение необходимых операций с контролем соблюдения правильных и безопасных приёмов работы и получением допуска к работам.

Химические реагенты и растворы, используемые при анализах, приведены в тексте каждого определения, а их размещение в изделии — в прилагаемых паспортах и другой сопроводительной документации. Операции при приготовлении растворов и при выполнении определений, создающие факторы опасности, требующие при работе дополнительной осторожности и тщательности, приведены в п. 8.4 и особо отмечены в тексте описаний (раздел 10).

Необходимые при выполнении анализа реагенты, растворы и растворители следует содержать в предусмотренных для них герметично закрываемых стеклянных или полимерных флаконах с этикетками. Растворы следует приготавливать с учётом фактической потребности в них и сроков их годности при соблюдении правил, приведённых в настоящем руководстве.

При работе следует руководствоваться основными правилами безопасности с химическими веществами, предусмотренными для работы в химических лабораториях, с учётом требований пожарной безопасности:

- 1) все операции, связанные с использованием химических реагентов и растворов, их приготовлением и утилизацией, проводить с применением средств индивидуальной защиты (халат/костюм, защитные очки, перчатки, при работах с кислотами и сухими щелочами применять резиновый фартук и нарукавники);
- 2) избегать попадания химических реагентов и растворов на слизистые оболочки, кожу, одежду, предметы, приборы;
- 3) запрещается принимать пищу (питьё) на месте проведения работ;
- 4) во время проведения работ запрещено курение и использование открытого огня;
- 5) при работе со стеклянной посудой соблюдать осторожность во избежание порезов;
- 6) обращать внимание на герметичность упаковки реагентов и растворов, а также на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток;
- 7) все работы с химическими реагентами проводить в вытяжном шкафу, а при его отсутствии — в хорошо проветриваемом помещении;
- 8) избегать вдыхания химических составов, особенно образующих пыль и пары;
- 9) химические реактивы брать только шпателем, пинцетом или специальной ложечкой (не руками!);
- 10) при отборе растворов пипетками пользоваться шприцем-дозатором с соединительной трубкой из состава оборудования (не втягивать растворы в пипетку ртом!);
- 11) проводить утилизацию отработанных проб, а также остатков реагентов и растворов по правилам, описанным в п. 8.5.

Для выполнения операционного аналитического контроля ***ЗАПРЕЩАЕТСЯ использовать реагенты и растворы с истекшим сроком годности.***

Некоторые части в составе портативного оборудования содержат реагенты и растворы, которые, после выполнения анализа проб или по истечении сроков годности, могут представлять опасность для здоровья, причинять вред имуществу и окружающей среде. По этой причине реагенты и растворы после отработки или по истечении срока годности, а также отработанные пробы подлежат обязательной утилизации.



Отработанные реагенты и растворы необходимо сливать в отдельные склянки для последующей утилизации или передачи в организации, занимающиеся утилизацией химических веществ.

Работы по отбору проб следует проводить в соответствии с инструкцией, разработанной на объекте.



Следует иметь в виду, что в рабочем пространстве оператора могут располагаться электропотребляющее оборудование, а также оборудование, работающее под большим избыточным давлением (до 35 кг/м² и более), с потоками воды и пара при температурах свыше 100 °С, что требует необходимости соблюдения соответствующих правил работы.

Работы по отбору проб сред и потоков, подготовке к проведению анализа и выполнению анализа (приведены в разделах 9 и 10) следует проводить, используя средства индивидуальной защиты — защитные очки или маску, а также защитные перчатки и резиновый фартук. При наличии на объекте специальной инструкции по технике безопасности следует руководствоваться ею наряду с соблюдением правил, изложенных в настоящем руководстве и в сопроводительной документации на оборудование для химического анализа.

При применении портативных лабораторий и тест-комплектов, а также при хранении оборудования следует иметь в виду, что имеющиеся в их составе химические вещества и растворы требуют особого обращения, в том числе:

- 1) хранения в специальном месте, недоступном для неспециалистов (учащихся);
- 2) использования только персоналом, выполняющим работы;
- 3) учёта при расходовании.

8.2 Правила работы с едкими химическими веществами и растворами

Сведения о применяемых химических реагентах и растворах при анализе указаны в тексте определений конкретных показателей, а также в пп. 8.3 и 8.4.

В некоторых определениях, проводимых при аналитическом химическом контроле, предусмотрено использование растворов кислот и едких щелочей. К ним относятся растворы, содержащие серную, соляную, азотную, уксусную кислоту; растворы гидроксида натрия и аммиака; щелочные буферные растворы, раствор молибдата аммония серноокислотный и др.

Повышенное внимание требуется при выполнении операций с применением растворов кислот и щелочей. Они обладают сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т. п. При попадании таких растворов на кожу поражён-

ное место следует быстро промокнуть раствор любым тампоном (ветошь, салфетка, тряпка и т. п.), место попадания обильно промыть струёй воды и вымыть с мылом, и при необходимости обратиться к специалисту в медицинское учреждение.

Особенно опасны растворы кислоты и щелочей при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струёй воды, 2% водным раствором соды (при попадании кислот) или 3% водным раствором борной кислоты (при попадании растворов щелочей) и незамедлительно обратиться к врачу.

Несмотря на то, что в поставляемых ЗАО «Крисмас+» изделиях содержатся готовые к применению водные растворы или растворы на основе разбавленных растворов кислот и щелочей (буферные растворы), в настоящем руководстве предусмотрено приготовление потребителем некоторых растворов самостоятельно, по мере потребности в них, имея сведения об их составе и методику приготовления в разделе 10 настоящего руководства в соответствующих пунктах подготовки к анализу.



Разбавление концентрированных кислот и растворение сухих едких щелочей, а также работа с их концентрированными растворами должна выполняться в вытяжном шкафу, в хорошо проветриваемом помещении, на поддонах в средствах индивидуальной защиты (очках, перчатках, респираторе, резиновых фартуке и нарукавниках).

Некоторые растворы, для приготовления которых необходимо разбавлять концентрированные кислоты или растворять сухую едкую щёлочь, следует готовить при обязательном соблюдении предписанных правил безопасности. При разбавлении водой концентрированных кислот и сухих едких щелочей выделяется большое количество тепла. Разбавление необходимо выполнять осторожно и постепенно, **приливая кислоту или добавляя сухую едкую щёлочь к воде малыми порциями при непрерывном перемешивании**. При разбавлении необходимо контролировать температуру раствора. Выделяющееся тепло необходимо отводить путём охлаждения раствора, например, на холодной водяной бане (иначе раствор может вскипать и разбрызгиваться). Разбавление следует проводить в подходящей термостойкой и химически стойкой посуде (например, фарфоровом стакане, колбе из термостойкого стекла).

При консервации проб растворами кислот, проводимой при анализе некоторых показателей в технологиях водоподготовки, необходимо учитывать факторы химической опасности и соблюдать правила безопасной работы.

8.3 Правила работы с растворителями и опасными химическими веществами

8.3.1 Правила работы с растворителями

При консервации некоторых проб, а также при выполнении отдельного анализа используются органические растворители.

Ниже приведены свойства растворителей, используемых при выполнении анализа проб воды.

Четырёххлористый углерод CCl_4 применяется при экстрагировании проб нефтепродуктов. Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании капельножидкого растворителя на кожные покровы. Негорюч. Класс опасности 2 (высоко опасен). ПДК в воздухе рабочей зоны 20 мг/м³.

Работать с указанными растворителями и растворами на их основе следует в вытяжном шкафу. Учитывая небольшие количества используемых растворителей при анализе, можно допустить выполнение анализа с их применением в хорошо проветриваемых помещениях. При этом следует исключить возможность вдыхания паров растворителей и попадания их в капельножидком виде на одежду, кожные покровы и слизистые оболочки.

При нарушении правил безопасной работы, в случае ощущения в воздухе паров растворителя (пары обладают характерным запахом), работы следует немедленно прекратить и проветрить помещение. При попадании капельножидкого растворителя и растворов на его основе на кожные покровы и слизистые оболочки необходимо сразу же собрать их салфеткой, а соответствующий участок промыть тёплой водой с мылом.

8.3.2 Правила работы с опасными химическими реагентами и растворами

Сведения о химических реагентах и растворах, обращение с которыми требует повышенного внимания и особо тщательного соблюдения мер безопасности, а также меры первой помощи приведены ниже в данном разделе и в паспорте на конкретное изделие.

При работе с растворами следует применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, перчатки, халат), а также соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания реактива внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки.

Работы, связанные с использованием указанных соединений и их растворами (взвешивание, приготовление растворов и т. д.), следует проводить в вы-

тяжном шкафу над поддоном. После работы следует тщательно вымыть руки теплой водой с мылом.

Ртуть азотнокислая (II) 1-водная используется при определении растворённого кислорода в производственных водах. В состав изделия входит в виде водного раствора 10% и в виде соли для приготовления потребителем израсходованного раствора. Представляет собой бесцветные прозрачные кристаллы, расплывающиеся на воздухе, имеет формулу $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \times \text{H}_2\text{O}$. Ртуть азотнокислая (II) 1-водная является высокоопасным соединением, по степени воздействия на организм человека относится к веществам 1-го класса опасности³. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³. Работы с раствором азотнокислой ртути и сухим реагентом следует проводить при обязательном применении индивидуальных средств защиты, соблюдении правил личной гигиены. Не допускать попадания реактива внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки. Работы, связанные с использованием соединений ртути (взвешивание, приготовление растворов и т. д.), следует проводить в вытяжном шкафу над поддоном. После работы с солями ртути следует тщательно вымыть руки теплой водой с мылом.

Реактив Несслера. Представляет собой щелочной раствор комплексной соли калия, ртути и йодистоводородной кислоты — тетраиодомеркурата (II) калия, имеющего формулу $\text{K}_2[\text{HgI}_4] \times 2\text{H}_2\text{O}$. Широко применяется в качестве реагента для определения иона аммония. ПДК в воздухе для тетраиодомеркурата (II) калия не установлена, однако, являясь содержащей ртуть щелочной смесью, реактив Несслера требует обращения с соблюдением всех указанных в настоящем руководстве правил безопасности. При попадании реактива Несслера или содержащих его проб и растворов на кожу или слизистые оболочки возникает сильное раздражение, которое может привести к ртутному отравлению.

Реактив Грисса имеется в составе ряда изделий в виде сухой смеси и широко применяется в качестве реагента при определении нитрат-ионов и нитрит-ионов. Представляет собой смесь альфа-нафтиламина (его в сухом реактиве 1%), сульфаниловой кислоты и винной кислоты. Реактив Грисса относится к 4-му классу опасности (малоопасен). Оказывает раздражающее воздействие как на кожные покровы, так и на слизистые. Важно, что имеющийся в составе реактива Грисса альфа-нафтиламин обычно содержит технологическую примесь — небольшую долю бета-нафтиламина, обладающего канцерогенными свойствами. Поэтому, несмотря на отсутствие канцерогенных свойств у альфа-нафтиламина, небольшое содержание бета-нафтиламина в реактиве Грисса

³ Здесь и далее приведены классы опасности химических веществ по воздействию на организм человека по ГОСТ 12.1.007.

и небольшие количества реактива Грисса в пробе при анализе, обращаться с ним следует с соблюдением указанных в настоящем руководстве правил безопасности. При попадании реактива Грисса или его растворов на кожу место поражения необходимо протереть чистой салфеткой и промыть струей чистой воды с мылом.

Гидроксиламин солянокислый имеется в составе изделий в виде 2%-го раствора. Применяется для устранения мешающего влияния марганца в определении общей жёсткости производственных вод, мешающего влияния железа при определении марганца в природной воде и др. Относится к малоопасным веществам, 4-й класс опасности. Гидроксиламин солянокислый может вызывать раздражение глаз, кожных покровов и дыхательных путей. При попадании раствора гидроксиламина солянокислого на кожные покровы промыть большим количеством воды. При попадании в глаза промыть большим количеством воды, затем обратиться к врачу.

Натрий сернистый 9-водный входит в состав изделия в виде соли (гигроскопических сероватых кристаллов). Используется потребителем для приготовления 10%-го раствора для устранения мешающего влияния ионов меди и цинка при определении общей жёсткости. Натрий сернистый при попадании на слизистые оболочки и кожу может вызывать их раздражение, при попадании в глаза может вызывать их поражение. Опасен при проглатывании. Класс опасности — 2.

При попадании реагента на кожу необходимо немедленно смыть его большим количеством воды. При попадании в глаза промыть большим количеством воды (не менее 20 мин), затем обратиться к врачу. При проглатывании прополоскать рот большим количеством воды и срочно обратиться к врачу.

Олово двухлористое 2-водное в состав изделия входит в виде соли, из которой потребитель самостоятельно приготавливает раствор восстановителя для определения фосфатов. Олово двухлористое ($\text{SnCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$) крайне опасно при проглатывании и вдыхании, вызывает ожоги кожи и повреждения глаз, может вызвать кожную аллергическую реакцию.

При работе с двухлористым оловом и его растворами следует соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания реагента в рот, на кожу и слизистые оболочки, в глаза.

При попадании двухлористого олова и его растворов на кожу, немедленно промыть поражённое место большим количеством воды, при попадании в глаза осторожно промыть их водой в течение 10–15 мин и обратиться к врачу, при проглатывании срочно прополоскать рот и выпить большое количество воды, немедленно обратиться к врачу.

Пикриновая кислота в состав изделия входит в виде ярко-жёлтого кристаллического вещества, из которого потребитель самостоятельно приготавливает раствор шкалы имитационных растворов для определения кислорода. Пикриновая кислота (2,4,6-тринитрофенол) может вызывать раздражение глаз, кожных покровов и дыхательных путей. Опасна при проглатывании.

При попадании пикриновой кислоты и её растворов на кожу, немедленно промыть поражённое место большим количеством воды, при попадании в глаза осторожно промыть глаза водой в течение нескольких минут, при проглатывании срочно прополоскать рот и выпить большое количество воды, немедленно обратиться к врачу.

Серная кислота концентрированная (98%, плотность 1,84 г/л) применяется при приготовлении некоторых аналитических растворов. Является высокоопасным веществом 2-го класса опасности. ПДК для паров серной кислоты в воздухе рабочей зоны — 1 мг/м³. Обладает сильным разъедающим действием при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки, одежду, обувь, оборудование и т. п. Серная кислота и её растворы особенно опасны при попадании в глаза. В этом случае поражённое место необходимо обильно промыть несильной струей воды, 2% водным раствором соды и срочно обратиться в медицинское учреждение к специалисту.

Соляная кислота применяется для приготовления некоторых аналитических растворов в виде крепкого водного раствора (1 : 1). Вследствие содержания растворённого хлороводорода (HCl) растворы соляной кислоты обладают раздражающим действием при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки. Особенно опасен при попадании в глаза. В этом случае поражённое место необходимо быстро и обильно промыть струей воды, при необходимости срочно обратиться к специалисту. При попадании на кожу поражённое место обильно промыть струей воды и вымыть с мылом.

Щёлочь едкая (гидроокись натрия, аммиак водный) применяется при приготовлении некоторых аналитических растворов. Представляет опасность при попадании в виде концентрированных растворов в глаза, на кожные покровы, одежду. Обладает сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т. п. Растворы щёлочи особенно опасны при попадании в глаза. В этом случае поражённое место необходимо быстро и обильно промыть несильной струей воды, 3%-м раствором борной кислоты и обратиться к врачу.

8.4 Основные факторы опасности при выполнении работ

В табл. 7 приведены операции при химическом контроле, требующие повышенного внимания ввиду повышенной опасности применяемых (приготавливаемых) реагентов и растворов и необходимости выполнения с обязательным использованием средств индивидуальной защиты.

Таблица 7

Операции при химическом контроле, представляющие повышенную опасность

Определяемый показатель	№ пп. метода определения	Характеристика операции	Стадия анализа
Аммиак	10.1.1.3	Операции с реактивом Несслера	Выполнение определения
Железо общее	10.3.1	Обработка посуды для отбора проб кипячением с конц. соляной кислотой. Операции с серной кислотой 25%	Отбор проб
		Операции с раствором аммиака 10%	Выполнение определения
Кислород	10.8.1	Приготовление раствора индигокармина кислого — растворение индигокармина с конц. серной кислотой на горячей водяной бане. Приготовление раствора азотнокислой ртути из навески	Подготовка к анализу
		Приготовление амальгированного цинка	Подготовка редутора
Кремниевая кислота	10.9.1	Операции с серной кислотой 5 моль/л	Выполнение определения
		Операции с раствором аммиака 25%	Подготовка к анализу
Нитраты	10.11.1	Операции с реактивом Грисса	Выполнение определения
Нитриты	10.12.1	Операции с реактивом Грисса	Выполнение определения
Фосфаты	10.19.1	Операции с молибдатом аммония (содержит серную кислоту)	Выполнение определения

8.5 Правила утилизации

Отработанные в ходе подготовительных и контрольных операций реагенты и растворы, проанализированные пробы, а также отработанные растворы и растворы с истёкшим сроком годности подлежат утилизации.

Все работы по утилизации отработанных проб, а также аналитических реагентов и растворов должны выполняться в условиях вентилируемого или хорошо проветриваемого помещения. Утилизацию следует проводить на поддоне, в защитных очках, перчатках, халате, резиновом фартуке и нарукавниках.

Все *смешивающиеся с водой* отработанные пробы и растворы после анализа, а также растворы и жидкие реагенты необходимо сливать в отдельную хорошо закрывающуюся склянку и проводить их нейтрализацию растворами щелочей или кислот с концентрацией 5–10% (это удобнее делать в лабораторных условиях). Нейтрализацию проводят, добавляя постепенно соответствующие растворы и контролируя кислотность раствора по универсальной индикаторной бумаге до значения pH 6–8. Нейтрализованные растворы следует разбавлять большим количеством воды (1 : 100) и сливать в канализацию как бытовые сточные воды, либо утилизировать согласно действующей на предприятии инструкции.

Неизрасходованные сухие реагенты допускается утилизировать посредством растворения в воде до концентрации раствора 5–10% с дальнейшим многократным (1 : 100) разбавлением раствора водой, нейтрализацией и утилизацией как бытовые сточные воды, как указано выше.

Жидкие смешивающиеся с водой растворы после утилизации, нейтрализации и разбавления следует считать отходами 5-го класса опасности (практически неопасными)⁴.

Следующие компоненты изделия следует утилизировать с привлечением специализированной организации:

- не смешивающиеся с водой растворители и пробы;
- реагенты и растворы, содержащие соли ртути (реактив Несслера и т. п.);
- сухие реагенты — неизрасходованные, загрязнённые и с истёкшим сроком годности, отдельно по каждому наименованию (реактив Грисса, перманганат, анионит, катионит и др.).

Для передачи специализированной организации каждый из компонентов изделия указанных выше наименований следует накапливать в отдельном хорошо закрывающемся флаконе.

⁴ Приказ Минприроды РФ от 04.12.2014 №536. «Об утверждении критериев отнесения отходов к I–V классам опасности по степени негативного воздействия на окружающую среду».

Пластмассовые и стеклянные элементы, отработанные полимерные и прочие принадлежности, пакеты, плёнка и т. п., а также укладка в целом утилизируется как твёрдые бытовые отходы. При этом стеклянные элементы подлежат раздроблению.

При отсутствии необходимых условий для проведения утилизации предприятие должно проводить её с привлечением специализированной организации.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб — важный этап аналитического химического контроля, имеющий свою специфику в отношении точек отбора проб (особенно для теплоэнергетического оборудования), отличающуюся от соответствующих процедур при химическом анализе проб исходной воды, требования к отбору проб которой в целом аналогичны используемым при отборе проб питьевой и природной воды. Соблюдение правил отбора проб воды и пара при организации водно-химического режима (РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, РД10-165, ОСТ 34-70-953.1 и др.) обеспечивает представительность пробы, сохранение состава исследуемой воды до анализа и гарантирует защиту от случайных загрязнений.

Перед проведением работ по отбору проб воды и пара персонал должен быть проинструктирован о правилах безопасной работы в конкретных условиях с проверкой знаний и допуском к работам.



К отбору проб в тепловых сетях должны привлекаться работники, компетентность которых удостоверена в порядке, действующем на предприятии.

9.1 Подготовка посуды для отбора проб воды

Требования к подготовке ёмкостей для отбора проб должны соответствовать требованиям ГОСТ 31861 и стандартам на метод определения конкретного показателя

Ёмкости для отбора проб должны быть тщательно промыты, чтобы свести к минимуму возможное загрязнение пробы. Тип применяемого для промывки вещества выбирают в зависимости от определяемых показателей и материала ёмкости.

Новую стеклянную посуду ополаскивают раствором моющего средства для удаления пыли и следов упаковочного материала с последующей промывкой дистиллированной или деионизованной водой. Посуду заполняют раствором азотной или соляной кислоты 1 моль/л и выдерживают не менее 1 суток, затем тщательно ополаскивают дистиллированной или деионизованной водой.



Соблюдайте осторожность при работе с растворами кислот.

При определении фосфатов и кремния для промывки ёмкостей не допускается использовать растворы моющих средств.

Пластмассовые ёмкости ополаскивают разбавленной соляной кислотой, тщательно промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают.

9.2 Применение устройств для отбора проб воды и пара

При аналитическом химическом контроле анализу подвергаются пробы воды и пара, получаемого из различного оборудования. Анализируемые среды (потoki), точки отбора проб и основные типы оборудования (сети) при водно-химическом контроле теплоэнергетического оборудования приведены в табл. 8.

Метод отбора проб выбирают в зависимости от типа воды, её напора, потока, температуры, глубины пробоотбора, цели исследований и перечня определяемых показателей с таким расчётом, чтобы исключить (свести к минимуму) возможные изменения определяемого показателя в процессе отбора.

Отбор проб воды и пара осуществляется при использовании специального оборудования — пробоотборных устройств разных типов, установленных стационарно на котлоагрегатах и других элементах тепловых сетей (табл. 8). Персоналом должны соблюдаться правила безопасности при отборе проб.



Соблюдение правил работы при отборе проб воды и пара является обязательным.

Устройства для отбора проб должны соответствовать требованиям РД 24.031.121 и других действующих отраслевых документов.

Перед отбором пробы пробоотборную линию следует продуть с максимально возможной интенсивностью. По окончании продувки следует установить расход анализируемой воды до 25 кг/ч (в расчёте на отбор перегретого пара) и её температуру — 25–40 °С. Отбор проб следует производить не ранее чем через 3 ч после продувки линии.

Таблица 8

Анализируемые среды (поток), точки отбора проб и основные типы оборудования (сети) при аналитическом химическом контроле⁵

Анализируемая среда (поток), точка отбора пробы	Тип оборудования (сети)					
	Паровые газотрубные котлы	Паровые и энерго-технологические котлы и котлы-утилизаторы (р.д. до 50 кгс/см ²)	Водогрейные котлы	Прямоточные котлы	Воды производственных тепловых электростанций	
Вода после деаэратора			•			
Вода после подпиточного насоса			•			
Известково-коагулированная вода						•
Исходная вода	•		•			•
Коагулированная вода						•
Конденсат возвратный				•		•
Конденсат пара	•	•				•
Конденсат турбинный				•		•
Котловая вода	•	•				•
Обессоленная вода						•
Осветлённая вода	•		•			
Охлаждающая вода						•
Очищенная вода						•
Питательная вода	•	•		•		
Питательная вода и её составляющие (конденсаты, обессоленная, натрий-катионированная)						•
Подпиточная вода	•					
Сетевая вода	•					•
Сетевая вода перед котлом			•			
Сетевая вода после сетевого насоса			•			
Теплофикационная вода						•
Умягчённая вода						•
Химически обработанная вода			•			
Химически очищенная вода	•	•				
Циркулирующие воды в системах охлаждения						•

⁵ Приведены на примере котельного оборудования.

Характеристика и место установки пробоотборного устройства⁶

Наименование элемента	Характеристика, условное обозначение по стандарту	Место установки
Пробоотборный зонд для отбора сетевой воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод сетевой воды на входе в котёл и после сетевого насоса
Пробоотборный зонд для отбора деаэрированной воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод подпиточной воды на выходе из деаэратора*
То же для подпиточной воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод на напоре подпиточных насосов
Холодильник	Холодильник змеевиковый на две точки отбора, 14.0 ОСТ 108.030.04-80, 15.0 ОСТ 108.030.04-80	В районе водного щита
Водный щит	Щит водный 16.0 ОСТ 108.030.04-80	По проекту
* В установках с вакуумным деаэратором пробоотборное устройство устанавливается в ближайшей к деаэратору точке тракта с избыточным давлением.		

9.3 Отбор и хранение проб

При отборе проб воды на оборудовании производственной/котловой схемы необходимо соблюдать следующие условия:

- скорость среды во входном отверстии пробоотборного зонда должна быть равна скорости среды в трубопроводе, из которого отбирается проба;
- пробоотборная трасса должна быть наиболее короткой для уменьшения запаздывания пробы;
- линия отбора пробы должна быть из коррозионностойкой стали;
- в месте отбора должна быть достаточная турбулизация потока;
- отбор пробы производят из вертикального нисходящего участка трубопровода.

При отборе проб для определения нелетучих растворимых веществ через пробоотборное устройство должна быть пропущена исследуемая вода, если

⁶ Данные табл. 9 приведены на примере оборудования типа стационарных прямоточных водогрейных котлов производительностью 2,3–209 МВт с температурой сетевой воды на выходе из котла не более 200 °С (РД 24.031.120-91).

непосредственно перед этим из него проба не отбиралась, либо произведена продувка устройства. Продувать всю пробоотборную трассу следует в течение 15–20 мин, после чего устанавливают скорость истечения жидкости, обеспечивающую запаздывание пробы не более чем на 10 мин.



Недопустимо во время отбора проб менять установившуюся скорость истечения, прикасаться к запорным вентилям, допускать толчки и удары по пробоотборной трассе.

Особенности при отборе проб для анализа конкретных показателей приведены в описании соответствующей методики определения.

При отборе и переноске (транспортировке) пробы создают условия, исключающие возможность её загрязнения.

Пробы питательной воды и конденсата пара отбираются в инертные полимерные (полиэтиленовые, фторопластовые) сосуды.

При отборе пробы для определения кислорода необходимо обеспечить её защиту от контакта с воздухом.

Перед анализом отбираемая проба должна быть охлаждена до температуры, не превышающей 40 °С.

При хранении отобранные пробы должны быть закрытыми и не должны находиться вблизи нагревательных приборов

Сроки, в течение которых отобранные пробы должны быть проанализированы, определяются требованиями эксплуатации оборудования и возможностями сохранения проб. В общем случае хранение отобранных проб можно осуществлять с учётом необходимости консервации проб (соответствующие правила приведены в ГОСТ 31861 и руководстве⁷, что применимо для анализа многих показателей при водоподготовке. Вместе с тем при эксплуатации котельного оборудования в нормативных документах возможность консервации проб воды в производственных условиях не предусмотрена ввиду возможности изменения определяемого показателя в процессе отбора.



Анализы по определению летучих веществ (аммиака, кислорода) и веществ, находящихся одновременно в растворённом состоянии и в форме суспендированных частиц (железо, кремниевая кислота), следует выполнять сразу же после отбора проб. В других случаях пробы сред (потоков) должны быть проанализированы в течение не более 3 ч, если иное не указано в методике определения.

⁷ См. Руководство по анализу. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки. СПб., 2021. С. 90–100.

За каждой пробой следует закрепить отдельный сосуд и нанести на него метки с целевым обозначением. Объём отбираемой пробы должен быть достаточным для выполнения анализа данного вида, а количество проб — таким, чтобы при необходимости анализ можно было повторить.

Большинство из приведённых в настоящем руководстве технологий анализа ЗАО «Крисмас+» и соответствующие методики реализуемы во внелабораторных производственных условиях и позволяют успешно выполнять анализ непосредственно на месте отбора пробы. Такие технологии анализа в числе других преимуществ, не требуют консервации проб.

При доставке отобранных проб на место выполнения анализа рекомендуется пользоваться специальным набором для отбора и переноски проб производства ЗАО «Крисмас+», включающим ящик с отделениями для сосудов с пробами (приложение 2). Число гнезд (отделений) в наборе может изменяться в зависимости от плана контроля и количества одновременно отбираемых проб.