

О вопросах соответствия и надлежащей практике водного контроля с применением готовых технологий от ГК «Крисмас»

*Александр Григорьевич Муравьев,
директор производственно-лабораторного комплекса
Группы компаний «Крисмас», канд. хим. наук*

Исследование проб воды: терминологический подход

➤ *Химический анализ (по Ю.А. Золотову):*

«Совокупность действий, нацеленных на получение информации о химическом составе материальных тел, а также об их строении...»;

➤ *Водно-химический анализ/контроль (ОСТы «Воды производственные тепловых электростанций...», МУ 08-47/... «Воды теплоэнергетические...»):*

Контроль за соблюдением норм эксплуатации оборудования в части обеспечения водно-химических режимов согласно установленным планам контроля (водоподготовка, теплоэнергетическое оборудование и др.).

➤ *Аналитический химический контроль (ГОСТ Р 52361-2018 и др.) :*

Систематическое исследование природных и промышленных материалов (проб) с применением оптимальных технологий анализа химическими и физико-химическими методами при реализации установленных планов контроля в ходе лабораторно-производственной деятельности.

Группы вод в химическом контроле, представленные в НТД

- Нормативные группы/виды вод

Питьевая, природная, вода водоёмов по назначению (хозяйственно-питьевого, культурно-бытового, рыбохозяйственного), производственные, почвенные (грунтовые), водоснабжение (холодное, горячее), водоотведение (сточные воды) и др.

- Технологические группы вод (преимущественно для производственных вод)

Воды в технологиях водоподготовки; воды исходные, котельные, котловые, питательные, очищенные, осветлённые, сетевые, скорректированные, технологические, умягчённые, химически обработанные; пароконденсаты и др.

О применяемых методах и методиках водно-химического контроля в продукции ГК «Крисмас»

Представлены методами: визуальный, визуально-колориметрический, кондуктометрический, потенциометрический, титриметрический, фотометрический, электрометрический, а также приборными и расчётно-графическими методами.

- **Методики количественного химического анализа.** Предусмотрены государственными и отраслевыми стандартами, (ПНД Ф... , и РД 52..., аттестованными методиками измерений ЗАО «Крисмас+»), ОСТАми «Воды производственные тепловых электростанций...», МУ 08-47/... «Воды теплоэнергетические...»
- **Методики полуколичественного химического анализа.** Согласно НТД, предусматривающих методики полуколичественного анализа (например, визуальные, визуально-колориметрические, капельно-титриметрические).
- **Расчётно-графические методики.** Предусматривают определение заданных показателей с применением расчётных формул и номограмм с использованием полученных результатов химического анализа. Для упрощения аналитического химического контроля и снижения соответствующих затрат.
- **Методики с применением приборов контроля.** Применяемые приборы контроля воды предусмотрены отраслевой НТД (рН-метры, кондуктометры, кислородомеры, мутномеры, иономеры и др.).

Термины, применимые для количественного химического анализа (ГОСТ Р ИСО 5725-2002, части 1-6)

- **Нормативные показатели**: точность, правильность, погрешность (систематическая, случайная и др.), прецизионность, повторяемость, среднее квадратическое отклонение (СКО), воспроизводимость и др.
- **Метод измерений** – приём или совокупность приёмов сравнения измеряемой физической величины с её единицей в соответствии с реализованным принципом измерений.
- **Методика измерений** – установленная совокупность операций и правил при измерении, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с гарантированной точностью в соответствии с принятым методом.

Соответствие готовых решений нормативным данным

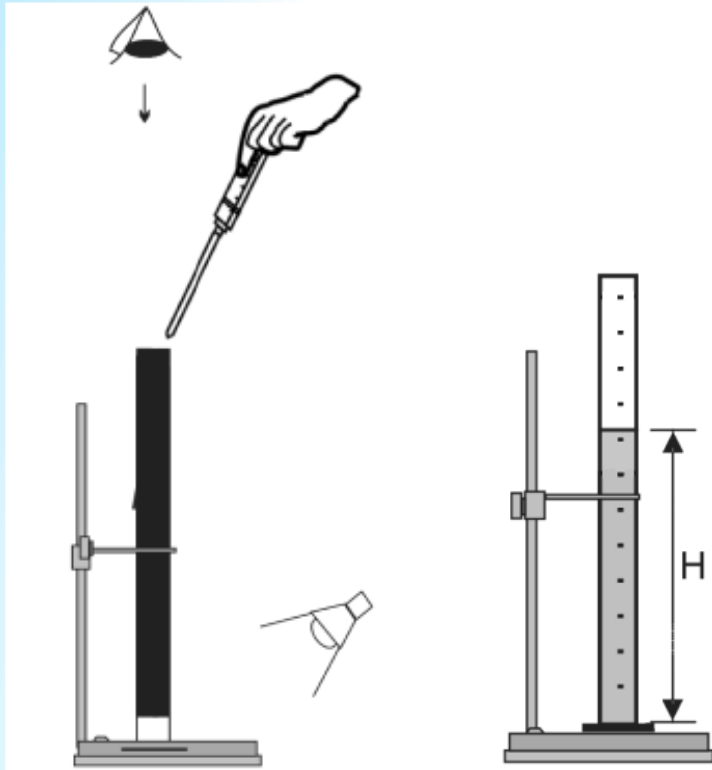
Уровень соответствия	Показатель
1. Метод и методика соответствуют:	
<ul style="list-style-type: none"><i>Экспериментальные</i>	Алюминий (ПВ), Гидрокарбонаты (ПВ), Аммиак (КВ), Железо общее (ПВ, ВП), Прозрачность (ПВ) и ещё 23 показателя
<ul style="list-style-type: none"><i>Расчётно-графические</i>	Жёсткость карбонатная (КВ), Сульфаты (КВ), Жёсткость усл. сульфатно-кальциевая (КВ), Щёлочность карбонатная (КВ)
2. Метод соответствует, методика аналогична	Кислород растворённый (ПВ, ВП), Общая жёсткость (ВП, КВ) Окисляемость перманганатная (ПВ, ВП) и ещё 5 показателей
3. Метод аналогичен, методика оригинальна	Сульфиты (ПВ, ВП, КВ), Мутность (ПВ), Нитраты (ПВ, КПВ)
4. Метод и методика оригинальны	Кислотность (КВ), Нефтепродукты (ПВ, КПВ), Никель (ПВ) и ещё 3

Сокращения: ПВ – вода питьевая и природная; ВП – вода в технологиях водоподготовки; КВ – воды котельных (производственные).

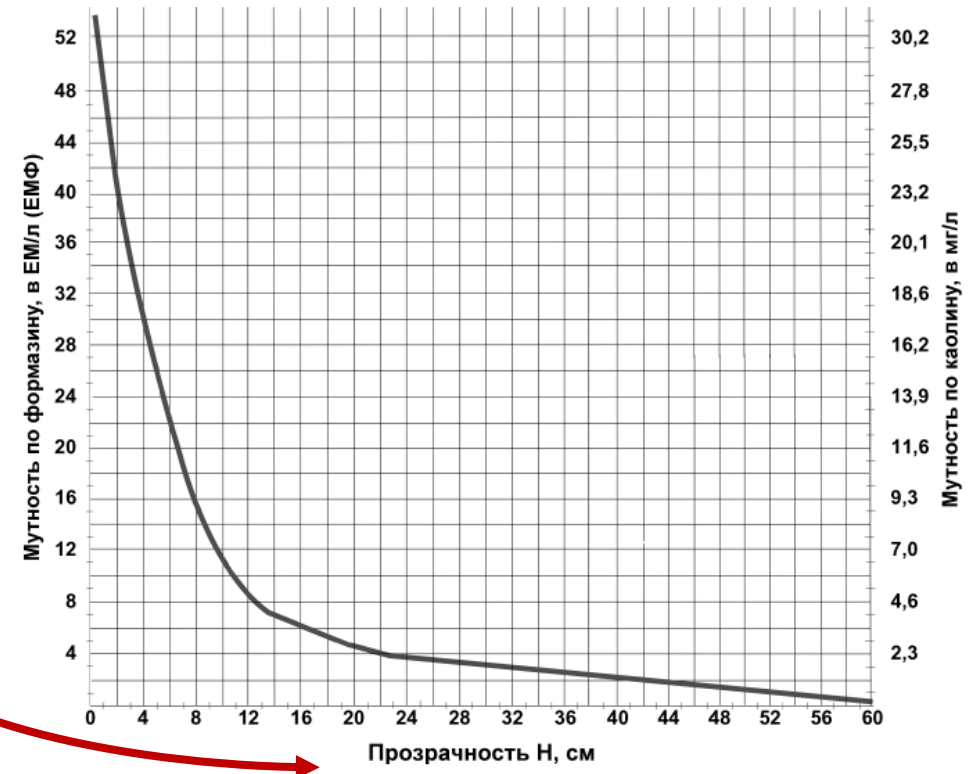
Примечание. 1. Систематика соответствия на основе ФГИС подсистема «АРШИН» (Аттестованные методики (методы) измерений).
2. В таблицу не включены методы и методики с применением приборов контроля воды.

О связи экспериментальных и расчётно-графических показателей на примере методов определения прозрачности и мутности

(метод разработки ЗАО «Крисмас+»)



Экспериментальное определение прозрачности
с цилиндром методом «по шрифту»



Определение мутности по номограмме «Прозрачность – мутность»
(мутность в единицах мутности ЕМФ по формазину и мг/л по каолину)

Надлежащая практика с использованием готовых решений от ЗАО «Крисмас+»

Подходы, нашедшие отражение в ГОСТ 31886-2012 «Принципы надлежащей лабораторной практики (GLP)» и признанные на международном уровне, применимые, в том числе, к химическому анализу проб воды:

- **Подготовленность оператора** (владение приёмами работы, умение контролировать точность и аккуратность своих действий, наличие опыта работы и др.)
- **Ведение документации по анализам и подготовительным работам** (рабочая документация - рабочие журналы, протоколы наблюдений (измерений), в бумажном и/или электронной видах).
- **Учёт факторов, влияющих на точность химического анализа** (правильность выполнения предписанных методикой анализа операций, точность дозируемых объёмов при отборе пробы и реагентов, оценка качества используемых реагентов и растворов, полнота учёта мешающих компонентов, погрешности при колориметрировании и др.)
- **Обеспечение чистоты посуды** (мерной посуды, пробирок, склянок и др.)
- **Внимание к растворам с точным значением концентрации** (обеспечение условий хранения, соблюдение сроков годности, рекомендуется периодическое контрольное титрование).
- **Выявление грубых ошибок** при анализе (следующий слайд).

Выявление грубых ошибок при химическом анализе

- При массовых анализах:

Рекомендуется выполнять второе (повторное) определение, следуя той же методике анализа в тех же условиях (при возникновении сомнений в правильности полученного результата, периодически в работе, при смене оператора и т.п.).

Имея результаты двух определений, рассчитывают для них относительное расхождение:

$$\frac{C_1 - C_2}{C_{\text{CP}}} \times 100 \leq d$$

Значение расхождения более 50–70% может свидетельствовать о грубых ошибках оператора.

- При необходимости обеспечения нормированной точности

При анализе конкретного химического показателя рекомендуется использование аттестованных методик измерений с регламентированным алгоритмом контроля точности результатов.

О текущих мерах по обеспечению качества результатов анализа

- **Внимание к типовым операциям**

Фильтрация, приготовление растворов, перенесение реагентов (полностью/количественно) и др.

- **Обращение с пробами**

Необходимость консервации, отбор пробы для последующего анализа, отбор пробы на анализ, хранение

- **Обеспечение чистоты посуды**

Мерная посуда, пробирки, склянки, пробки, кюветы и др.

- **Обращение с реагентами и растворами**

Хранение в закрытом виде, температурный режим хранения, отбор чистыми пипетками и т.п.

- **Выявление грубых ошибок**

(отдельный слайд)

Использование очищенной воды для химического анализа

Обязательное применение специально очищенной воды вместо дистиллированной или заменяющего её конденсата предусматривается в аналитическом химическом контроле производственных вод (ОСТ 34.70.953.2, РД 24.031.120, РД 24.032.01, МУ 08-47/227 и др.), для показателей: *аммиак, железо, кремниевая кислота, кислород и др.*

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.

Встречающиеся термины: вода, «очищенная для химического анализа», «очищенная от следов аммиака», обезжелезенная, обессоленная, осветлённая, умягчённая, деионизированная, химически обработанная и др.

В качестве очищенной воды могут быть использованы:

- имеющиеся в технологических циклах на предприятии Н-катионированная вода или конденсаты;
- очищенная вода, приготовленная с применением портативных лабораторно-промышленных установок различных типов;
- специально приготовленная очищенная вода для химического анализа по ОСТ 34.70.953.2 (**набор ВХА производства ЗАО «Крисмас+» лабораторно-промышленная установка на его основе**).

Очищенную воду, используемую для подготовки к определению, вне зависимости от способа приготовления, следует проверить на соответствие требованиям ГОСТ Р 52501.

Набор ВХА (установка) для приготовления очищенной воды для химического анализа



Предназначен для получения химически очищенной воды на основе ОСТ 34-70-953.2, используемой при аналитическом химическом контроле производственных вод (ГОСТ Р 52501). Предусмотрено в процессе водно-химического контроля оборудования при анализе производственных и т. п. вод на содержание аммиака, железа, кремниевой кислоты и др.

Метод очистки состоит в применении различных технологий фильтрации дистиллированной воды или конденсата через ионообменные смолы и фильтрующие материалы.

Может поставляться в модификации совместно с кондуктометром типа МАРК 603 с датчиком ДП-015 (контроль качества очищенной воды).

Эксплуатационный и методический материал для оператора в готовых технологиях ГК «Крисмас»



Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования

«Крисмас+», 2023 ISBN 978-5-89495-280-2



Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки

«Крисмас+», 2021 ISBN 978-5-89495-268-0

Специализированная настольная лаборатория модели НКВ-12.1 «Вода природная и водоподготовка» (3 модификации)



Обеспечивает выполнение контроля воды по 25 показателям, 100 анализов по каждому

Предназначена для аналитического контроля в технологиях:

- водоподготовки,
- теплоэнергетики,
- при анализе природных вод, а также холодного и горячего водоснабжения.
- Применима в полевых и лабораторных условиях;
- Включает готовые к применению реагенты и растворы;
- Удобное рабочее место оператора.

Руководства для оператора.



**За дополнительной информацией
и по вопросам приобретения оборудования:**

Посмотреть оборудование

shop.christmas-plus.ru



191119 Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, д. 6.
8 (800) 302-92-25 (бесплатный звонок по России)
(812) 575-54-07, 575-55-43, 575-50-81

info@christmas-plus.ru

**Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+»
Группа компаний КРИСМАС**

Александр Григорьевич Муравьев

8 (812) 575-88-14

muravyov@christmas-plus.ru