

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

А. Г. Муравьев¹

УДК 543.3

Использование портативного, готового к применению оборудования производства группы компаний «Крисмас» – одно из перспективных направлений обеспечения контроля качества воды, потребность в котором велика в разных секторах экономики. Опыт 30-летней работы ГК «Крисмас» в области разработки оборудования для химического контроля позволяет представить широкий спектр серийно производимого комплектного оборудования для химического анализа, что позволяет рассматривать предлагаемые технологии водного контроля как унифицированные и востребованные в современных условиях. Обсуждаются преимущества применения и соответствие готовых решений ЗАО «Крисмас+» нормативным показателям.

Ключевые слова: аналитический химический контроль, метод, методика, экспериментальные и расчетно-графические показатели, нормативные документы

Продукция ГК «Крисмас» востребована в немаловажной степени благодаря тому, что соответствует федеральным и отраслевым нормативным документам. Это выражается в применении на оборудовании компании аттестованных и оригинальных методик анализа, позволяющих реализовать требования действующих нормативных документов и соответствующих методик.

Рассматривая нормативные аспекты применяемых методик и методов анализа во взаимосвязи с требованиями соответствующих нормативных документов и спецификой контроля конкретных показателей, отметим ряд преимуществ, характеризующих разработанные нашей компанией технологии. Мы представляем интересующую потребителя информацию как с точки зрения соответствия наших готовых технологических решений нормативным требованиям, так и надлежащей практики аналитической работы, что непосредственно связано с применением конкретного оборудования и обусловлено во многом субъективным (человеческим) фактором.

Именно эти аспекты позволяют рассматривать производимое оборудование в качестве удобного и во многих случаях предпочтительного инструментария в практике водного аналитического химического контроля (АХК), необходимого в технологиях водоподготовки, при эксплуатации теплоэнергетического и силового оборудования, при водоснабжении и водоотведении, в анализе разнообразных производственных вод, в учебно-научных практиках и др. Вместе с тем рассматриваемые методологические аспекты реализации объектовых планов аналитического химического контроля производственных вод основываются на общих и частных принципах и правилах анализа водных проб.

Мы надеемся, что представленная в обзоре информация поможет потребителям сделать рациональный и обоснованный выбор необходимого портативного оборудования для водного химического контроля, актуального для множества практикующих аналитиков, операторов, исследователей, специалистов, работающих в области технического регулирования, а также в сфере образования и других областях, в которых потребитель оперирует сведениями о составе проб воды.

¹ ГК «Крисмас».

Особенности терминологии

В нормативной и технологической документации, касающейся химического анализа воды, используются разные термины, подразумевающие различный объем аналитических работ. Например:

- **химический анализ** (по Ю. А. Золотову). Этот термин подразумевает «...совокупность действий, которые имеют своей целью получение информации о химическом составе объекта» [1];
- **водно-химический анализ (контроль)**. Подразумевается контроль за соблюдением норм эксплуатации оборудования в части обеспечения водно-химических режимов согласно установленным планам контроля, это предусмотрено рядом нормативно-технических документов (НТД) – (ОСТы «Воды производственные тепловых электростанций...», МУ 08-47/... «Воды теплоэнергетические...» и др.);
- **аналитический химический контроль**. Этот термин применяется для регламентации систематического исследования 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 (всякой! – А.М.) также имеет нормативную основу (ГОСТ Р 52361-2018 и др.).

Следует отметить, что приведенные термины подразумевают аналитические работы совершенно разного масштаба – от единичных анализов до реализации напряженных и многочисленных контрольных обязательных аналитических работ, часто предусматривающих ежедневные, еженедельные, ежемесячные планы контроля многих производственных и теплоэнергетических вод. Причем должна быть возможность по результатам устанавливать соответствие техпроцесса требованиям по разным, с точки зрения их нормирования, группам качества вод. Например, для производственных вод (по которым происходит основная масса аналитической работы на любом производственном предприятии в соответствии с его проектно-технологической водоемкостью) – воды исходные, котловые, питательные, очищенные, умягченные различные пароконденсаты и другие, всего свыше

20 разных видов производственно-технологических вод; для широко известных по СМИ и экологическим сведениям – вода питьевая, природная, хозяйственно-питьевая и т. п.

Методы и методики водно-химического контроля в продукции ГК «Крисмас»

Технологии анализа в оборудовании ЗАО «Крисмас+» представлены визуально-колориметрическим, титриметрическим, фотометрическим, а также визуальным, приборными (кондуктометрическим, потенциометрическим, электрометрическим) и расчетно-графическим методами [2, 3] (табл. 1). В основе технологий (см., например, рис. 1) используются разные методы и методики, что согласуется с подходами ФГИС подсистемы «АРШИН» («Аттестованные методики (методы) измерений» [4]).

Основополагающий государственный стандарт по точности результатов измерений [5] приводит упомянутые в системе [4] два ключевых термина:

- **метод измерений** – прием или совокупность приемов сравнения измеряемой физической величины с ее 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.

Эти два ключевых термина (метод измерений и методика измерений) очень важны для понимания вопроса соответствия. Причем метод измерений,



Рис. 1. Пример продукции ЗАО «Крисмас+» для анализа воды – лаборатория НКВ-12

Таблица 1. Соответствие готовых решений ЗАО «Крисмас+» нормативным показателям на примере водно-химического анализа

Уровень соответствия	Показатель
1. Метод и методика соответствуют:	
<i>Экспериментальные</i>	Алюминий (ПВ), гидрокарбонаты (ПВ), аммиак (КВ), железо общее (ПВ, ВП), прозрачность (ПВ) и еще 23 показателя
<i>Расчетно-графические</i>	Жесткость карбонатная (КВ), сульфаты (КВ), жесткость усл. сульфатно-кальциевая (КВ), щелочность карбонатная (КВ)
2. Метод соответствует, методика аналогична	Кислород растворенный (ПВ, ВП), общая жесткость (ВП, КВ), окисляемость перманганатная (ПВ, ВП) и еще 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 еще 3 показателя

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

как указано выше, делает акцент на реализации принципа измерений. В химических методиках это химическая реакция, диапазон измерений, границы по температуре, специфичности к неизмеряемым компонентам в растворе – именно эти параметры составляют принцип измерений. И, с другой стороны, методика измерений выступает как совокупность конкретных операций, правил измерения, средств оснащения, алгоритмов (текстов), которым нужно следовать для достижения результатов с гарантированной точностью, при условии соответствия принятому методу. То есть метод и методика рассматриваются метрологически в неизбежной взаимосвязи.

Следует обратить внимание на то, что в нашем оборудовании для АХК используются не только методики количественного (они преобладают) и полуколичественного химического анализа, но также и расчетно-графические методики. Без них на практике не обойтись, так как они предусмотрены рядом нормативных документов в теплоэнергетике, в водоподготовке для того, чтобы упростить аналитический контроль.

Из данных таблицы следует, что, при рассмотрении соответствия технологий, положенных в основу производимого оборудования, мы выделили четыре уровня соответствия. И это имеет большое практическое значение для понимания полезности разработанного портативного оборудования и его технического уровня. И действительно – полного соответствия в разработке измерительной техники достичь сложно, однако не всегда альтернативой полному соответствию НТД следует считать создание лаборатории с соответствующими затратами. Но есть и другие возможности – разработать

методики аналогичные, но позволяющие выполнять поставленную измерительную задачу. Наконец, в крайнем случае, можно создавать новые оригинальные методики.

Взаимосвязь экспериментальных и расчетно-графических показателей и вопросы соответствия

Расчетно-графические показатели изначально предполагают определенную взаимосвязь с экспериментальными данными. Основная задача определения показателей расчетно-графическими методами – по возможности снизить стоимость и трудоемкость при организации большой аналитической работы. При этом используются, как правило, разработанные организациями-проектантами оборудования методики, основанные на использовании данных по экспериментально полученным показателям. Такие методики внесены в отраслевые нормативные документы и обязательны к применению эксплуатирующими оборудованием организациями. Пример расчетно-графической методики – определение мутности воды по значению прозрачности пробы, полученной известным методом с применением специального цилиндра для определения прозрачности «по шрифту» (рис. 2).

На рис. 2 приведен алгоритм получения значений таких показателей. Измеряют высоту столба жидкости, через которую читается образец стандартного шрифта. Измерение прозрачности позволяет определить мутность раствора, для определения которой обычно используют приборы различной степени

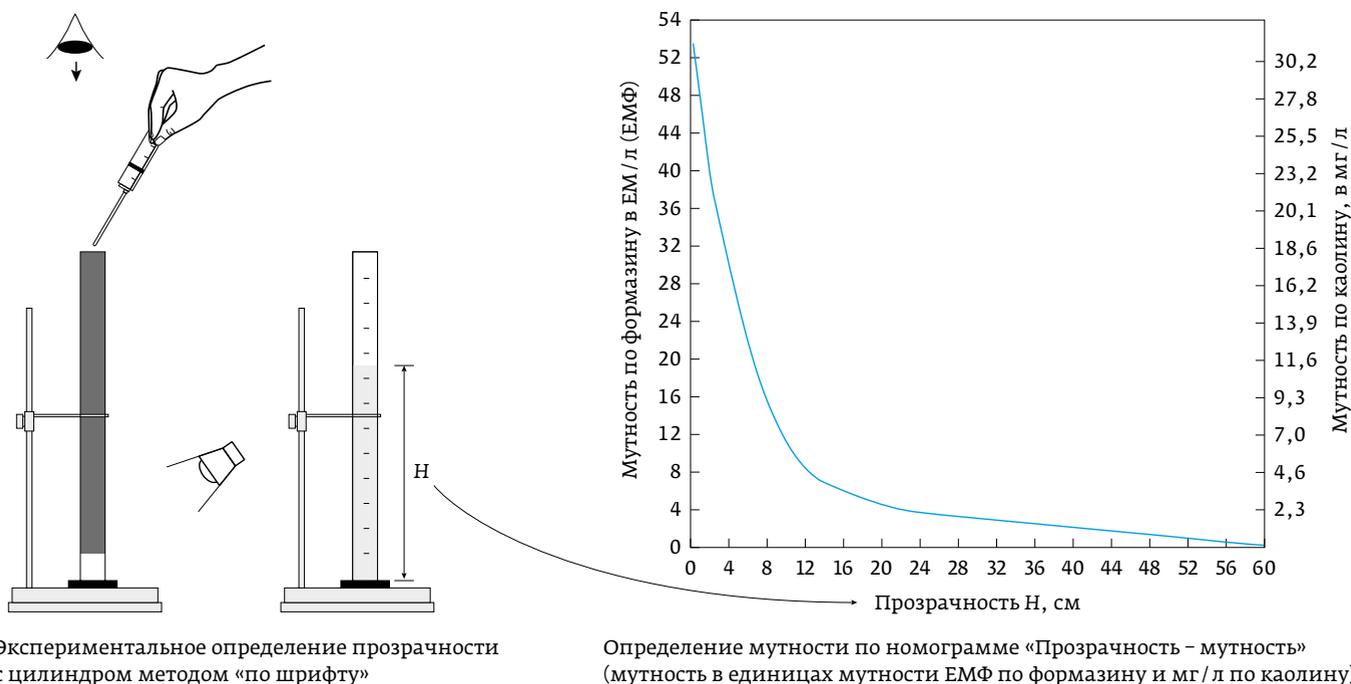
сложности, либо фотометрическую (турбидиметрическую) методику. Для определения мутности по значению прозрачности специалисты ЗАО «Крисмас+» проградуировали стандартные растворы формазина и каолина. Полученные данные приведены на номограмме в зависимости от измеренных значений прозрачности (см. рис. 2). Таким образом, была разработана простая и эффективная методика определения прозрачности и мутности, которая во многих случаях позволяет получать приемлемые результаты для задач анализа производственных и природных вод. Данная технология анализа предусмотрена в составе тест-комплекта «Прозрачность – мутность» и ряда водных лабораторий. Отметим, что измерение прозрачности и мутности с применением аттестованных методик и соответствующего приборного оснащения заметно усложняет и удорожает работу. Приведенный пример показателей и демонстрирует, что при водном контроле получаемые несложными методами значения нужных показателей могут быть вполне оправданы. Иначе говоря, не всегда нужны точные измерения: они стоят гораздо дороже, и опытные аналитики это хорошо понимают.

Расчетно-графическими методами могут быть определены также жесткость карбонатная, жесткость

условная сульфатно-кальциевая, солесодержание, сульфаты, щелочность карбонатная и др.

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

Стандарты системы ГСИ (государственной системы обеспечения единства измерений) и, в частности, ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 [5] оперируют различными нормативными показателями: точность и правильность анализа, погрешность, прецизионность, среднее квадратичное отклонение (СКО), воспроизводимость. Эти и другие показатели так или иначе связаны аналитическим химическим контролем, это сугубо метрологические величины. Другой вопрос: насколько оператору они нужны в работе? Да и оперирует ли он ими? На этот вопрос в каждой лаборатории ответят по-своему. Хорошо, конечно, если на предприятии есть возможность обеспечить все анализы методиками количественного анализа (т.е. химических измерений). Но это бывает далеко не часто, и далеко не всегда необходимо. Но кроме чисто формальных критериев соответствия, не меньшее значение в правильности получаемых результатов контроля играет надлежащая лабораторная практика.



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)

Рис. 2. Связь экспериментальных и расчетно-графических показателей на примере методов определения прозрачности и мутности

Принципы и правила надлежащей лабораторной практики (GLP – от англ. good laboratory practice), нашедшие отражение в ГОСТ 31886-2012 [6] и признанные на международном уровне, применимы, в том числе, к химическому анализу воды. Использование данных принципов и правил целесообразно при выполнении анализа с применением портативных технологий ЗАО «Крисмас+» на основе готовых реагентов, растворов и оборудования. Не будем эти правила приводить детально, хотя ясно, что они ближе к практике и исходят из личной, субъективной и объективной, подготовленности оператора.

Приведем перечень таких принципов и правил:

- подготовленность оператора (владение приемами работы, умение контролировать точность и аккуратность своих действий, наличие опыта работы и др.);
- ведение документации по анализам и подготовительным работам (рабочие журналы, протоколы наблюдений (измерений) в бумажном и/или электронном видах);
- учет факторов, влияющих на точность химического анализа (правильность выполнения предписанных методикой анализа операций, точность дозируемых объемов при отборе пробы и реагентов, оценка качества используемых реагентов и растворов, полнота учета мешающих компонентов, погрешности при колориметрировании и др.);
- обеспечение чистоты посуды (мерной посуды, пробирок, склянок и др.);
- внимание к растворам с точным значением концентрации (соблюдение условий хранения, сроков годности, рекомендуется периодическое контрольное титрование);
- внимание к типовым операциям: фильтрация, приготовление растворов, перенесение реагентов (полностью/количественно) и др.;
- обращение с пробами: необходимая консервация, отбор пробы для последующего анализа, отбор пробы на анализ, хранение;
- обращение с реагентами и растворами: хранение в закрытом виде, соблюдение температурного режима хранения, отбор чистыми пипетками и т. п.;
- выявление грубых ошибок при анализе.

Конечно, оператору желательно знать предмет лучше, чем это минимально необходимо. Тогда работа идет быстрее, надежнее, без ошибок. Однако, например, поддержание чистоты посуды – для аналитика закон, но он очевиден не для всех и не безусловно. Кроме того, и новые, и опытные сотрудники периодически (чего греха таить!) бывают

неаккуратны, поэтому полезно специально обращать внимание на недопустимость таких проявлений. Можно перечислить и другие важные принципы и правила выполнения химического контроля.

Выявление грубых ошибок оператора при анализе можно считать одним из важных способов первичного внутрилабораторного контроля правильности анализа, позволяющим оценить текущую работу персонала. Этот фактор особенно важен при выполнении массовых анализов. В таком режиме работы оператору рекомендуется выполнять второе (повторное) определение, следуя той же методике анализа в тех же условиях. Несомненно, в этом появляется необходимость не только при возникновении сомнений в правильности полученного результата, но и периодически в текущей работе, при смене оператора и т. п. При этом, имея результаты двух последовательных (т. е. из одной пробы) определений, рассчитывают для них относительное расхождение. Значение расхождения более 50–70% может свидетельствовать о грубых ошибках оператора.

При необходимости обеспечения нормированной точности для методики измерений конкретного химического показателя рекомендуется применение аттестованных методик измерений с регламентированным алгоритмом контроля точности результатов (при массовых анализах такое выполнить затруднительно). Подробнее данная тема раскрывается в публикациях компании по водному контролю – руководствах [2, 3].

Литература

1. Золотов Ю. А., Дорохова Е. Н., Фадеев В. И. и др. *Основы аналитической химии*. В 2 кн. Кн.1. Общие вопросы. Методы разделения: Учебник для вузов / Под ред. Ю. А. Золотова; 3-е изд., перераб. и доп. М.: Высшая школа, 2004. 361 с. (серия «Классический университетский учебник»).
2. Муравьев А. Г., Субботина И. В., Кравцова Е. Б., Осадчая Н. А., Сергеева Н. Е. *Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования*. Под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьева; 2-е изд., испр. и доп. СПб: Крисмас+, 2024. 344 с. ISBN 978-5-89495-295-6.
3. *Руководство по анализу воды*. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки. Под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьева; 5-е изд., перераб. и доп. СПб: Крисмас+, 2021. 360 с.
4. ФГИС подсистемы «АРШИН» («Аттестованные методики (методы) измерений»). Дата обращения – 05.02.2024. <http://195.96.167.253:5002/fundmetrology/registry/16>.
5. ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений (части 1-6).
6. ГОСТ 31886-2012. Принципы надлежащей лабораторной практики (GLP).

References

1. Zolotov Yu. A., Dorokhova E. N., Fadeev V. I. and others. *Fundamentals of analytical chemistry*. In 2 books. Book 1. General issues. Separation methods: Textbook for universities / Ed. Yu. A. Zolotov; 3rd ed., revised. and additional. M.: Higher School, 2004. 361 p.