



УДК 543.683

Читайте и узнаете:

- почему лаборатории так важно иметь документированную процедуру проведения органолептических испытаний;
- что описание внешнего вида материалов и реагентов в стандартах не всегда корректно;
- чем целесообразно руководствоваться при анализе цвета и структуры материалов.

Ключевые слова:

лаборатория, водоподготовка, материалы, реагенты, внешний вид, компетентность персонала

Оценка внешнего вида материалов и реагентов, применяемых для водоподготовки

А.Н. Русанова, начальник сектора контроля реагентов и радиометрии ЗАО «РОСА»

А.В. Карташова, начальник отдела контроля качества ЗАО «РОСА», канд. биол. наук

Н.К. Куцева, начальник отдела физико-химических методов анализа ЗАО «РОСА», канд. хим. наук

Г.В. Пиллер, начальник сектора спектрофотометрии ЗАО «РОСА»

В системах водоподготовки питьевой воды и очистки сточных вод используется большое количество разнообразных материалов и реагентов (коагулянты, флокулянты, дезинфицирующие средства, фильтрующие материалы, сорбенты и пр.), входной контроль которых осуществляется органолептически. Предложены теоретически обоснованные и практически опробованные подходы, позволяющие упорядочить этот процесс.

В соответствии с требованиями СанПиН 2.1.4.2652–10¹ предприятия водоснабжения и водоотведения обязаны проводить входной контроль всех применяемых ими материалов и реагентов. В подавляющем большинстве случаев список показателей,

характеризующих их качество, начинается с описания внешнего вида. Данный анализ относится к органолептическим методам испытаний, не имеющим числового выражения. Понятие «внешний вид объекта органолептического анализа» в ГОСТ Р 53701–2009² опре-

деляется как «совокупность идентификационных свойств (характеристик) продукции, оцениваемых испытателем с помощью органов зрения».

Как правило, контроль качества материалов и реагентов, используемых для водоочистки и водоподготовки, осуществляется теми же лабораториями, которые выполняют производственный контроль качества воды, т. е. аккредитованными в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025–2019³.

Основная характеристика качества деятельности лаборатории — это достоверность результатов испытаний, которая в случае применения органолептических методов анализа обеспечивается компетентностью персонала. Общие требования к лабораториям в части органолептического анализа приведены в ГОСТ Р 53701–2009, который предусматривает специальную подготовку персонала, оценку

¹ СанПиН 2.1.4.2652–10 «Гигиенические требования безопасности материалов, реагентов, оборудования, используемых для водоочистки и водоподготовки. Изменение № 3 в СанПиН 2.1.4.1074–01» утверждены Постановлением Главного гос. сан. врача № 74 от 28.06.2010 г.

² ГОСТ Р 53701–2009 «Руководство по применению ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 в лабораториях, применяющих органолептический анализ» введен в действие Приказом Росстандарта № 1113-ст от 15.12.2009 г.

³ ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» Приказ Росстандарта № 385-ст от 15.07.2019 г. введен в действие в качестве национального стандарта с 01.09.2019 г.

Нормативное регулирование и контроль

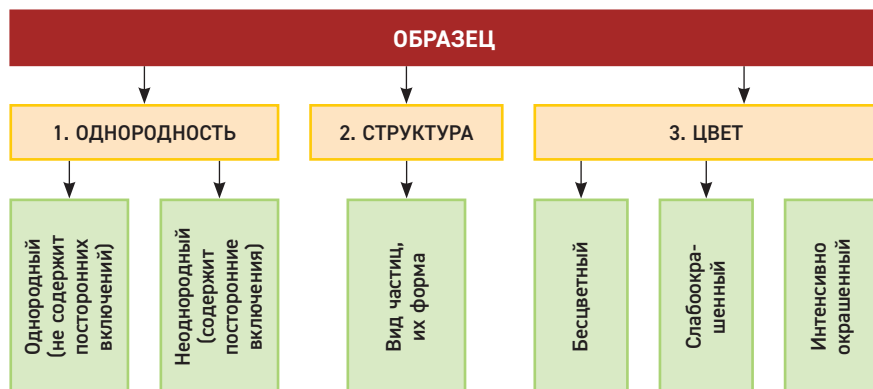


Рис. 1. Схема описания внешнего вида твердых материалов и реагентов, используемых для водоподготовки

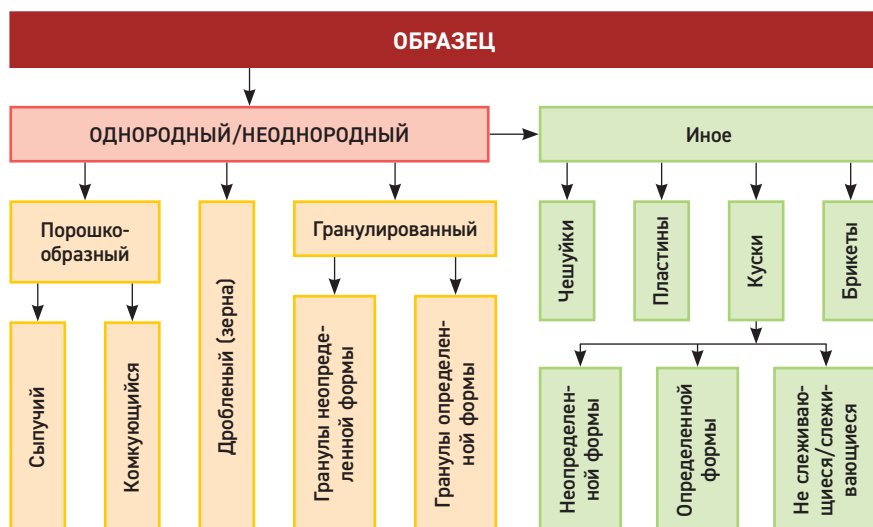


Рис. 2. Схема описания структуры твердых материалов и реагентов, используемых для водоподготовки

пригодности методов испытаний и прослеживаемость результатов.

Требования к внешнему виду приводятся в нормативно-технической документации практически на все материалы и реагенты, применяемые для водоподготовки.

Внедряя органолептические методы анализа прежде всего целесообразно разделить объекты по

агрегатному состоянию на жидкие (гипохлорит натрия, аммиак водный, раствор сульфата алюминия, оксихлорид алюминия с содержанием Al_2O_3 менее 20 %) и твердые (сульфат алюминия, уголь, флокулянты и оксихлорид алюминия с содержанием Al_2O_3 более 20 %).

Для жидких реагентов процедура определения внешнего вида

описана в ГОСТ 27025–86⁴. При этом для определения цвета раствора рекомендуется использовать фотометрический метод или визуальный метод цветовой шкалы по ГОСТ 14871–76⁵, в котором, к сожалению, отсутствуют четкие указания по проведению испытаний тех или иных продуктов.

Лаборатория в каждом конкретном случае должна самостоятельно решать, какую цветовую шкалу необходимо использовать или при какой длине волны следует выполнять фотометрическое определение. Например, согласно ГОСТ 11086–76⁶ раствор гипохлорита натрия представляет собой жидкость зеленовато-желтого цвета, и для определения цвета образца по ГОСТ 14871–76⁷ лаборатории должны самостоятельно подбирать условия проведения анализа. На данный момент этот недостаток в ГОСТ 14871–76 не устранен, поэтому так важно в лаборатории иметь документированную процедуру проведения органолептических испытаний.

При определении внешнего вида твердых реагентов, на первый взгляд, все выглядит просто — если внешний вид реагента соответствует описанию, приведенному в нормативно-технической документации (спецификациях), то он отвечает установленным требованиям, нет — не соответствует. Вместе с тем внешний вид одного и того же продукта в нормативной документации разных производителей может быть описан по-разному, что затрудняет реали-

⁴ ГОСТ 27025–86 «Реактивы. Общие указания по проведению испытаний» введен в действие Постановлением Госстандарта СССР № 3072 от 15.10.1986 г.

⁵ ГОСТ 14871–76 «Реактивы. Метод определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов» введен в действие постановлением Госстандарта СССР № 1643 от 02.07.1976 г.

⁶ ГОСТ 11086–76 «Гипохлорит натрия. Технические условия» введен в действие Постановлением Госстандарта СССР № 1265 от 24.05.1976 г.

⁷ ГОСТ 14871–76 «Реактивы. Метод определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов» введен в действие постановлением Госстандарта СССР № 1643 от 02.07.1976 г.

зацию единообразного подхода к его оценке.

Кроме того, описания могут быть составлены некорректно. Например, сульфат алюминия 1-го сорта по ГОСТ 12966–85⁸ представляет собой «*неслѣживающиеся пластинки, брикеты, куски неопределенной формы и разного размера массой не более 10 кг белого цвета. Допускаются бледные оттенки серого, голубого или розового цвета*». Внешний вид сульфата алюминия высшего сорта по ГОСТ 12966–85 описан следующим образом: «*Однородный сыпучий материал с размером частиц не более 20 мм, белого цвета. Допускаются бледные оттенки серого, голубого или розового цвета*». Приведенные описания содержат характеристики (масса, размер частиц), которые визуально определить невозможно, для этого требуются инструментальные методы.

Сложность заключается в том, что в нормативной документации, устанавливающей требования к качеству материалов и реагентов для водоподготовки, описан внешний вид, но сама процедура визуальной оценки отсутствует. В результате составленные разными исполнителями или даже одним, но в разное время, описания внешнего вида одного и того же продукта могут существенно варьироваться.

Для достижения внутрилабораторной прецизионности результатов визуальной оценки внешнего вида твердых реагентов водоподготовки в ЗАО «РОСА» была разработана процедура, включающая способы получения аналитической пробы, перечень характеристик, которые необходимо оценивать, а также алгоритм описа-



Рис. 3. Однородные образцы: а — комкующийся порошок желтого цвета; б — куски белого цвета со светло-серым оттенком

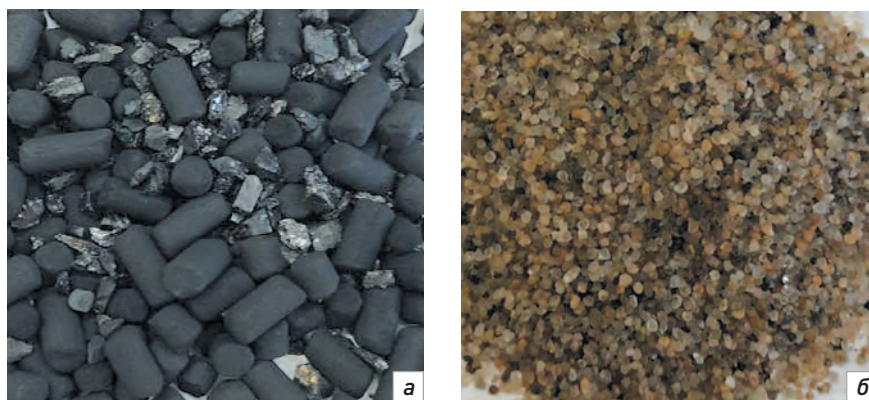


Рис. 4. Неоднородные образцы: а — гранулы цилиндрической формы черного цвета и зерна серо-черного цвета с металлическим блеском; б — зерна желтого, светло-коричневого, темно-коричневого и черного цвета

ния внешнего вида. На рис. 1 представлена схема анализа.

Основными характеристиками твердых образцов анализируемой продукции являются однородность, структура и цвет (оттенок).

Однородность образца оценивается по составу и предполагает идентичность внешнего вида по структуре, форме и цвету частиц во всем объеме пробы. При описании однородности отмечается наличие или отсутствие посторонних включений.

Структура образца характеризуется состоянием твердого веще-

ства, видом частиц, из которых состоит образец (гранулы, зерна, пластинки и др.), а также их формой (цилиндрическая, сферическая, кубическая и т. п.). На рис. 2 представлена схема описания структуры образца.

При составлении описания цвета реагентов определяется интенсивность окраски, базовый цвет, а также его оттенки. Интенсивность окраски образцов следует характеризовать следующими понятиями: бесцветные, слабоокрашенные, интенсивно окрашенные. Далее определяется базовый цвет (белый,

⁸ ГОСТ 12966–85 «Алюминия сульфат технический очищенный. Технические условия» введен в действие Постановление Госстандарта СССР № 3183 от 30.09.1985 г.

черный, серый, фиолетовый, синий, зеленый, желтый, оранжевый, красный, коричневый и т. д.). Инструкция допускает применение специфических названий цветов (например бежевый, молочный), или составные названия (темно-серый, серо-коричневый). При необходимости более точного определения цвета испытатель может воспользоваться цветовым справочником⁹.

Для слабоокрашенных образцов при описании цвета используется суффикс «-оват» или приставка «светло-» для указания оттенка, например «желтовато-белый», «светло-желтый». В составных названиях цветов на первом месте указывается тот, который проявляется меньше, а затем через дефис — преобладающий цвет. При необходимости отмечается наличие блеска. Например: оранжево-красный, зеленовато-желтый, светло-серый с металлическим блеском.

Примеры однородных образцов с описанием внешнего вида приведены на *рис. 3*.

Для неоднородного образца указывается вид, форма и цвет частиц. На первом месте приводится характеристика структуры, представленной в большей степени, а затем — в меньшей. Примеры различных образцов с описанием внешнего вида — на *рис. 4*.

Необходимо отметить, что при определении внешнего вида размер частиц оценивать не требуется, за исключением случаев, когда этот размер указан в нормативном документе при описании внешнего вида продукции.

В качестве приложений в вышеуказанную инструкцию вклю-

чены схемы, рисунки, фотографии и примеры описания внешнего вида материалов и реагентов для водоподготовки, что облегчает обучение сотрудников и служит справочным материалом при проведении испытаний.

При выполнении визуального анализа в ЗАО «РОСА» испытатели имеют возможность обращаться к образцам сравнения, которые собраны в коллекцию из ранее проанализированных проб. Для каждого образца сравнения приведено описание внешнего вида.

В рамках апробации и внедрения инструкции по определению внешнего вида было проведено обучение сотрудников, в ходе которого удалось добиться единообразного подхода в составлении описания.

Хорошей практикой считается определение внешнего вида двумя сотрудниками независимо друг от друга. Если их описания различаются, то результат определения внешнего вида устанавливается коллегиально. В спорных ситуациях рекомендуется увеличить число испытателей.



Резюме

Трудности, связанные с субъективностью визуального метода анализа, преодолимы. Документирование процедуры по проведению органолептического анализа, а также соответствующая подготовка персонала позволят испытательной лаборатории обеспечить достоверность выдаваемых результатов.

TITLE: _____

Assessing the appearance of materials and reagents used for water treatment

AUTHORS: _____

A.N. Rusanova, Head of the Reagent Control and Radiometry Sector at ROSSA CJSC

A.V. Kartashova, Head of the Quality Control Department at ROSSA CJSC, Candidate of Biological Sciences

N.K. Kutseva, Head of the Department of Physical and Chemical Methods of Analysis at ROSSA CJSC, Candidate of Chemical Sciences

G.V. Piller, Head of the Spectrophotometry Sector at ROSSA CJSC

ABSTRACT _____

Drinking water treatment and wastewater purification systems use a wide variety of materials and reagents (coagulants, flocculants, disinfectants, filter materials, sorbents, etc.), which are organoleptically controlled. Theoretically justified and practically tested approaches are proposed to streamline this process.

KEYWORDS: _____

laboratory, water treatment, materials, reagents, appearance, personnel competence

SUMMARY _____

The difficulties associated with the subjectivity of the visual method of analysis can be overcome. Documentation of the procedure for conducting organoleptic analysis, as well as appropriate training of personnel, will allow the testing laboratory to ensure the reliability of obtained results.

⁹ *Munsell Geological Rock Color Book: Цветовой справочник цветов горных пород Геологического общества Америки / Geological Society of America, GSA, 2009 Year Revised. — Munsell color, 2014. — 12 с.*