




Физико-химический анализ

**Аналитический контроль  
производства**

# Цели аналитического контроля

**Аналитическая служба** – это сложная система, позволяющая получить данные о химическом составе (реже – химическом строении веществ), которые необходимы для материального производства, рационального использования природных ресурсов и охраны окружающей среды, научных исследований. Аналитический контроль производства включает в себя практическое применение теории и методов аналитической химии к определению состава конкретных объектов какого-либо производства. До недавнего времени его называли техническим анализом. При этом выделяют следующие частные цели: ***изучение и оценка состава, управление составом.***



**Изучение состава** – это установление качественного и (или) количественного состава сырья, промежуточных продуктов и готовой продукции. Оценка заключается в установлении соответствия содержания компонента в основной массе вещества определенным требованиям (критериям). Синоним оценки – контроль химического состава веществ.

**Управление составом** состоит в использовании полученных данных для целей производства, например введение добавок реагентов или изменение условий проведения процесса в зависимости от состава сырья или полупродуктов или принятие той или иной схемы переработки сырья.




# Задачи аналитического контроля

Контроль производства служит для:

- проверки качества продукции и хода технологического процесса,
- для предотвращения брака и обеспечения установленного нормами и техническими условиями качества выпускаемых изделий.

Нормы на различную продукцию устанавливаются *государственными стандартами.*



**Стандарты** подразделяются на следующие категории:

- государственные общесоюзные стандарты (ГОСТ),
- отраслевые стандарты (ОСТ),
- республиканские (РСТ),
- стандарты предприятий (СТП).

Каждый стандарт имеет свой номер и год утверждения и содержит следующие основные разделы:

- определение и назначение продукта (изделия);
- технические требования (классификация, свойства и т.д.);
- правила приемки (отбор пробы для анализа);
- методы испытаний;
- упаковка и маркировка.

В случае отсутствия стандартов качество определяется временными техническими условиями (ТУ), которые утверждаются министерствами и ведомствами.

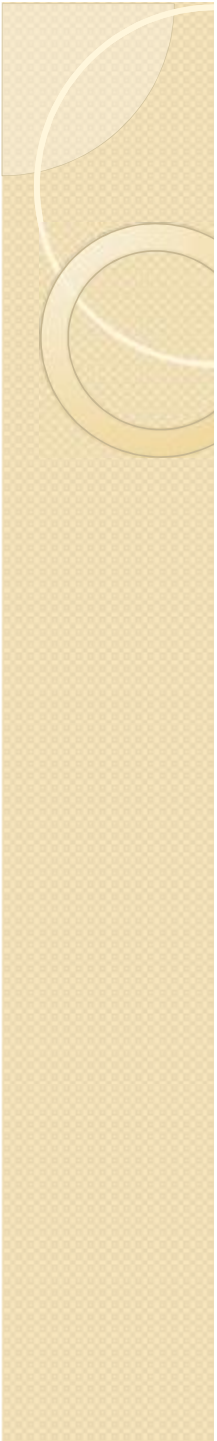


## Виды анализа

В зависимости от объекта аналитического контроля и его цели различают следующие виды анализов, с помощью которых производят оценку химического состава:

- маркировочные,
- скоростные,
- арбитражные.






***Маркировочные анализы*** проводят для контроля химического состава и свойств сырья и материалов, поступающих на предприятие. Они предназначены также для объективной оценки работы предприятия. По результатам маркировочных анализов определяют качество полупродуктов и готовой продукции, ее соответствие установленным нормам. Маркировочные анализы должны отличаться большой достоверностью и правильностью, так как на их основе делают технологические и экономические расчеты.



## ***Скоростные (экспрессные) методы***

применяют при текущем контроле промежуточных и готовых продуктов, с их помощью устанавливают правильность технологического режима. Основное требование, предъявляемое к анализам этого вида, – повышенная скорость, чтобы результаты могли быть своевременно использованы в процессе производства.

***Арбитражные анализы*** производят в случае необходимости получения особенно точных сведений о химическом составе, при разногласиях между заводом-поставщиком и предприятием-потребителем, например по поводу химического состава сырья.



Заключения о качестве вещества основаны на сопоставлении данных анализа, выполненного на предприятии аналитической службой (в лаборатории), с определенными показателями. Ниже перечислены некоторые типы таких показателей.

**Оцениваемый объект**

**Тип норматива**

Сырье

Допускаемые пределы изменения содержания компонентов (допуск на состав)

Полупродукты


Допустимые технологическим регламентом колебания состава среды в реакторе

Готовая продукция

Содержание компонентов в продуктах, аттестуемых на Знак качества или предназначенных на экспорт

Окружающая среда

Фоновые содержания элементов или их соединений в природе



При осуществлении контроля химического состава особенно важно получение правильных и достоверных результатов, для достижения которых используют теорию ошибок и математическую обработку результатов анализа.

При этом можно исходить из двух общих задач:

1) **согласование норм** на содержание тех или иных компонентов или стабильности значений содержаний во множестве партий оцениваемых объектов и выявление доли неверно аттестованных партий ;

2) **индивидуальный контроль** отдельной партии.

Для решения первой задачи необходим сплошной контроль, а для решения второй – выборочный.


**Сплошной контроль**, т.е. анализ каждой партии, необходим в следующих случаях:

а) ответственное назначение продукта;

б) высокая стоимость партии;

в) недостаточная стабильность контролируемых объектов, например полупродуктов технологического процесса, и др.

Точность анализа во всех указанных случаях также лимитирована нормативами. Желательно, чтобы доверительная вероятность составляла 0,99 или 0,95.



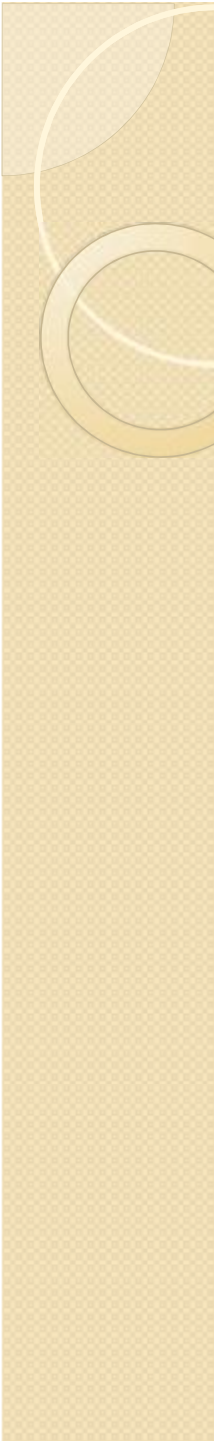
При проведении химического анализа используют химические, физико-химические и физические методы в сочетании с химическими, физико-химическими методами разделения и концентрирования элементов.

**Выбор метода** обнаружения или количественного определения компонентов зависит от:

- фазового состояния объекта анализа,
- химико-аналитических свойств и способа проведения анализа (мокрым или сухим путем, с разрушением или без разрушения пробы и т.п.).

При выборе метода учитывают:

- требуемую точность определения,
- чувствительность метода,
- необходимую скорость проведения анализа,
- оснащение лаборатории и другие факторы.



**Аналитическая служба** предприятия (заводская лаборатория) связана с другими службами предприятия и другими организациями, в частности с отраслевыми научно-исследовательскими институтами. Она включает аппаратуру, вещества, производственные площади, обслуживающий персонал, энергетические ресурсы и т.д. Эта сложная система постоянно развивается и совершенствуется, что связано с непрерывным развитием всего народного хозяйства. Постоянно повышаются требования к получению аналитической информации с технической и экономической точек зрения.



Аналитический контроль должен характеризоваться:

- небольшой продолжительностью анализа,
- небольшими затратами рабочей силы и экономией мощности,
- высокими избирательностью, точностью и чувствительностью определения.

Это достигается путем внедрения технических средств аналитического контроля:

- механизации,
- инструментальных методов анализа,
- автоматизации и использования ЭВМ.






# Заводские аналитические лаборатории

Аналитический контроль осуществляется в специальных лабораториях:


- центральных заводских лабораториях (ЦЗЛ);
- химико-аналитических лабораториях (ХАЛ).

На некоторых крупных предприятиях есть центральные научно-исследовательские лаборатории (ЦНИЛ), представляющие собой научно-исследовательские центры, и аналитические отделы, осуществляющие все виды контроля и анализ проб, привезенных из цехов всего производства, а также занимающихся стандартизацией растворов и выполнением арбитражных анализов.

Специальные методические группы ЦНИЛ занимаются научными исследованиями, цель которых – поиск, усовершенствование и приспособление к требованиям данного производства методов и методик анализа, а также разработка и аттестация новых методик.

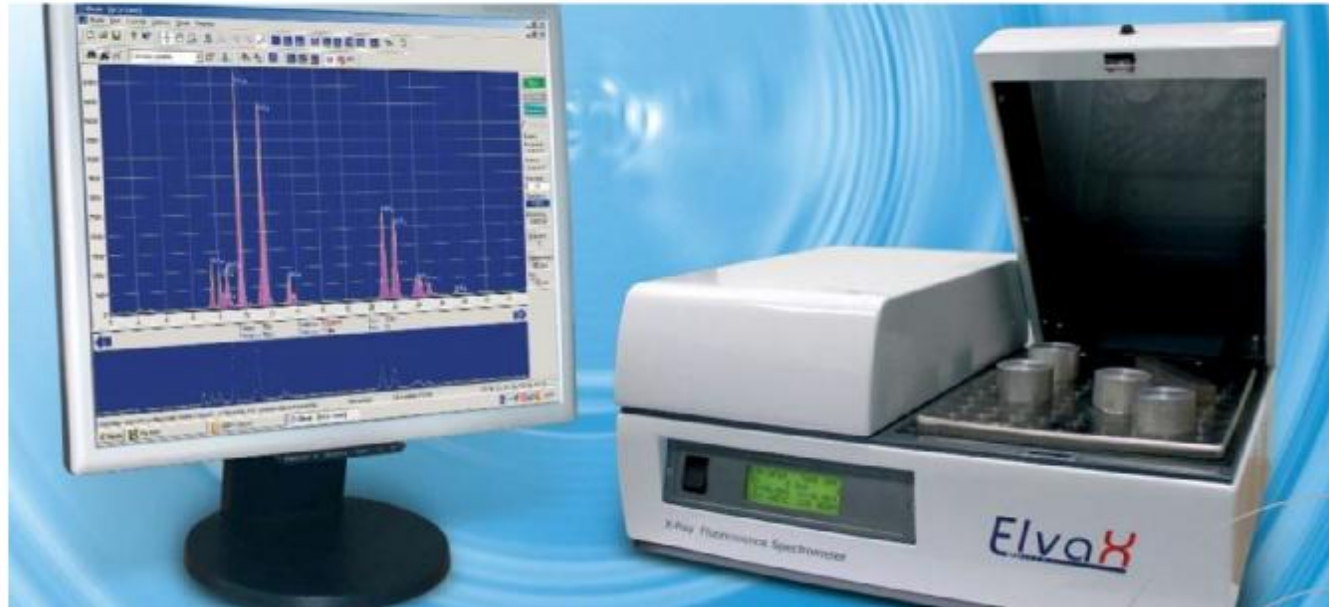



Служба аналитического контроля осуществляет оперативное руководство технологическим процессом, контроль качества готовой продукции, технологических выбросов и состояния окружающей среды, а также контроль содержания в исходном сырье и промежуточных продуктах вредных примесей (Pb, As и др.).



Оборудование ЦЗЛ и ХАЛ зависит не только от средств, выделяемых на развитие аналитической службы, но и от типа технологического процесса, вида полупродуктов и готовой продукции. Основное оборудование – спектрографы, квантометры, хроматографы. В ряде производств используют также экстракционные, фотометрические, ионометрические, титриметрические методы и др.

Так, на металлургических комбинатах, где полупродуктами и продуктами являются металлы и сплавы, до 75% анализов проводят спектральными методами на вакуумных и рентгеновских кванто-метрах и экспресс-анализаторах.





На долю химических методов анализа остается перевод пробы в аналитическую форму, а также стандартизация растворов, разработка стандартных образцов, используемых затем при аттестации методик анализа.

Во всех титриметрических методах анализа, в том числе и тех, где используют инструментальную фиксацию конца титрования (потенциометрическое, кондуктометрическое, амперометрическое, высокочастотное, спектрофотометрическое титрование), необходимы стандартные растворы.

Стандартные образцы широко применяют при анализе полупродуктов и готовой продукции. Таким образом, химические методы анализа играют важную роль в обеспечении правильности и надежности аналитического контроля на производстве.


## Разработка и аттестация методик и разработка стандартных образцов предприятия.

Обычно методы аналитического контроля разрабатываются отраслевыми научно-исследовательскими институтами для каждого типа анализируемого объекта и утверждаются стандартами на методы анализа.

Изложение каждого метода анализа в ГОСТе состоит из разделов:


- а) аппаратура, реактивы и растворы;
- б) подготовка аппаратуры;
- в) проведение испытания.

Разработана система государственных стандартов для контроля сырья, готовой продукции, загрязнений окружающей среды. Кроме того, существуют ОСТ, обязательные для предприятий данной отрасли.



Однако состав сырья, поступающего на предприятия даже одной отрасли, разнообразен, нормативы на ведение технологического процесса также неодинаковы.

Состав полупродуктов и готовой продукции столь различен, что отдельные предприятия вынуждены разрабатывать стандарты предприятия, технические условия или аттестовать методики, разработанные в данной или другой лаборатории. Иногда возникает задача разработать методику, пригодную для анализа продуктов на данном предприятии. Эти задачи и решает ЦЗЛ и ХАЛ



**Разработку или выбор методики** или аналитического прибора проводят в следующем порядке.

- Сначала составляют перечень параметров и их значений, которым должна удовлетворять методика в данных конкретных условиях, т.е. разрабатывают техническое задание (ТЗ).


- Затем проводят литературный обзор и выявляют методы, которые могут быть положены в основу аналитической методики с учетом требований ТЗ. -

Далее выявляют методики, в основу которых положен данный метод, а из них отбирают наиболее соответствующие требованиям ТЗ. Результат этого этапа научного поиска – сводка вариантов методик.

Для выбора окончательного варианта методики путем расчетов или экспериментальной проверки необходимо выяснить, соответствует ли предполагаемый вариант всем требованиям ТЗ.

Если соответствует, его принимают и составляют описание методики.







В том случае, если разрабатывался аналитический прибор, создается его проект, макет или серийный экземпляр.

Доработку варианта методики, не полностью отвечающего требованиям ТЗ, проводят в такой последовательности:

- а) выясняют, по каким параметрам есть несоответствие;
- б) устанавливают значения параметров, при которых будет соответствие;
- в) оценивают, можно ли изменить требования ТЗ и в каком направлении;
- г) если изменения возможны, их вносят и повторяют работу с учетом нового ТЗ. Если внесение изменений в ТЗ невозможно, выбирают другой метод анализа.

Разработанная в лаборатории новая методика анализа должна быть тщательно проверена. Имеется много способов проверки правильности аналитической методики.

- 
- 1. Повторение анализов тем же методом в той же лаборатории.
  - 2. Повторение анализов тем же методом в других лабораториях.
  - 3. Выполнение анализов другим методом.
  - 4. Сравнение результатов анализа с данными, полученными в арбитражной (авторитетной) лаборатории, применяющей более прецизионные методики, имеющей более квалифицированный персонал, а также оборудование и реактивы лучшего качества.
  - 5. Определение суммы содержаний всех компонентов анализируемого объекта (т.е. проведение полного анализа). Получение суммы больше или меньше 100% будет свидетельствовать о неправильности некоторых данных.

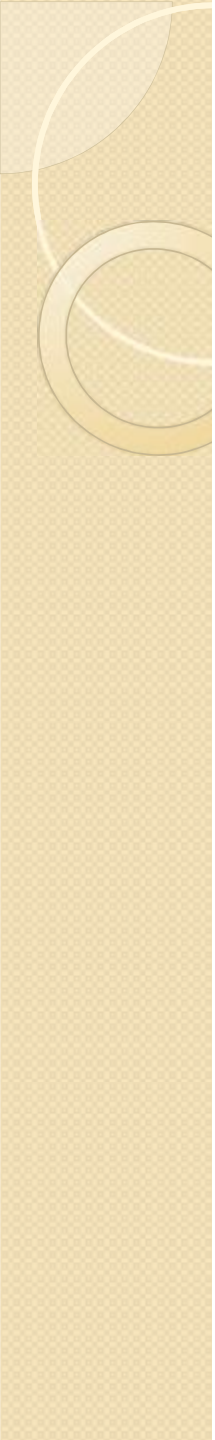
- 
- 6.Использование материального баланса технологического процесса (содержание определяемого компонента в исходном сырье должно быть равным его содержанию в готовом продукте и в отходах).
  - 7.Использование балансовой пробы. Исходную пробу делят на несколько частей, каждую часть анализируют отдельно. Содержание определяемого компонента в исходной пробе должно быть равно его суммарному содержанию в анализируемых частях.
  - 8.Введение добавок.
  - 9.Анализ разных навесок одной и той же пробы.
  - 10.Проверка с использованием искусственных смесей и растворов.
  - 11.Применение стандартных образцов.

***Во всех случаях необходимо учитывать все возможные погрешности анализа.***


Лучшие варианты методик закрепляют  
нормативно.

Аттестат методики – норматив более  
низкой категории. Его утверждают органы  
государственной или ведомственной  
метрологической службы, которые  
определяют срок его действия.






Существенную помощь заводским лабораториям в аттестации методик и проведении текущих анализов может оказать применение государственных стандартных образцов (ГСО) для контроля химических методов анализа. ГСО представляют собой вещества (чаще всего металлы или сплавы) с точно известным содержанием компонентов. Их снабжают свидетельствами, инструкциями, оптимальными методиками, градуировочными графиками.



При отсутствии ГСО или СО отрасли служба аналитического контроля предприятия разрабатывает и создает собственные стандартные образцы. Проведение анализов с применением стандартных образцов дает большой экономический эффект по следующим причинам:

- а) сокращается брак полуфабрикатов в связи с ускоренным Контролем процесса получения материала;
- б) приготовление титрантов из стандартных образцов позволяет экономить дорогостоящие материалы;
- в) ликвидируются или сводятся на нет затраты на проведение арбитража по химическому составу продукции и полуфабрикатов;
- г) уменьшается лабораторная и межлабораторная погрешность и повышается точность анализа;
- д) улучшается качество продукции в связи с введением контроля по всему циклу производства.

Стандартные образцы предприятия – это обычно образцы готовой продукции, тщательно проанализированные на содержание всех компонентов.



В нашей стране на предприятиях различных отраслей имеется большое число химико-аналитических лабораторий – порядка двадцати тысяч. На них работает огромное число сотрудников. Служба аналитического контроля играет важную роль в становлении и налаживании многих промышленных производств.

Совершенствование методов аналитического контроля способствует повышению качества продукции и достижению большей стабильности технологических процессов. Это совершенствование идет в направлении автоматизации серийных анализов, более широкого использования экспрессных инструментальных методов, включения ЭВМ в цикл управления технологическим процессом на основе данных аналитического контроля.





