



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
INSENERITEADUSKOND
Virumaa kolledž

**AS Tallinna Farmaatsiatehase puhastatud vee
valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine**

**Requalification of the purified water production system at
Tallinna Farmaatsiatehase AS**

EDKR16/17 ÕPPEKAVA LÕPUTÖÖ

Üliõpilane: Tom Maksimov

Üliõpilaskood: 182595EDKR

Juhendaja: Antonina Zguro, lektor

AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud. Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

"01" Juuni 2022.

Autor: Tom Maksimov

/ allkiri /

Töö vastab rakenduskõrgharidusõppe lõputööle/magistritööle esitatud nõuetele

"02" Juuni 2022.

Juhendaja: Antonina Zguro

/ allkiri /

Kaitsmisele lubatud

"08" Juuni 2022.

Kaitsmiskomisjoni esimees: Antonina Zguro

/ nimi ja allkiri /

LIHTLITSENTS LÕPUTÖÖ ÜLDSUSELE KÄTTESAADAVAKS TEGEMISEKS JA REPRODUTSEERIMISEKS

Mina Tom Maksimov (sünnikuupäev: 19.10.1998)

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

AS Tallinna Farmaatsiatehase puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine, mille juhendaja on Antonina Zguro,

1.1. reprodutseerimiseks säilitamise ja elektroonilise avaldamise eesmärgil, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2. üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. Olen teadlik, et punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta kolmandate isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ja teistest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

TalTech Inseneriteaduskond Virumaa kolledž

LÕPUTÖÖ ÜLESANNE

Üliõpilane: Tom Maksimov, 182595EDKR

Õppekava, peaariala: EDKR16/17 Keemiatehnoloogia

Juhendaja(d): lektor, Antonina Zguro, Antonina.zguro@taltech.ee

Lõputöö teema:

(eesti keeles) AS Tallinna Farmaatsiatehase puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine

(inglise keeles) Requalification of the purified water production system at Tallinna Farmaatsiatehase AS

Lõputöö põhieesmärgid:

1. Ettevõttes Tallinna Farmaatsiatehase AS kasutusel oleva puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine

Lõputöö etapid ja ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Tähtaeg
1.	Vee proovide võtmine	06.03.2022
2.	Lõputöö teoreetiline osa	29.04.2022
3.	Lõputöö viimistlemine	16.05.2022

Töö keel: Eesti keel

Lõputöö esitamise tähtaeg: "06" juuni 2022a

Üliõpilane: Tom Maksimov

/allkiri/

"01" Juuni 2022a

Juhendaja: Antonina Zguro

/allkiri/

"02" Juuni 2022a

Programmijuht: Antonina Zguro

/allkiri/

"02" Juuni 2022a

SISUKORD

EESSÕNA	7
LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU	8
SISSEJUHATUS	9
1. PUHASTATUD VESI	11
1.1 Puhastatud vee nõuded	11
1.1.1 Maailma Terviseorganisatsiooni hea tootmise tava	12
1.1.2 Rahvusvaheliste ühingute ja Pharmacopoeia nõuded	13
1.2 Puhastatud vee tootmine	15
1.2.1 Veepuhastussüsteemide hea tootmise tava	16
1.2.2 Rahvusvaheline standardiorganisatsioon	17
2. TALLINNA FARMAATSIATEHASE AS PUHASTATUD VEE VALMISTAMISE SÜSTEEM	18
2.1 Süsteemi tööpõhimõte	18
2.1.1 Süsteemi juhtautomaatika	20
2.1.2 Süsteemi töö kontroll	21
2.2 Süsteemi osad	21
2.2.1 Aktiivsöefilter	22
2.2.2 Veepehmendi	23
2.2.3 NaOH dosaatorpump ja pH-meeter	25
2.2.4 Pöördosmoosseade	25
3 SÜSTEEMI REKVALIFITSEERIMINE	28
3.1 Vee analüüside võtmine ja metoodika	28
3.1.1 Pöördosmoosseadmesse sisenev vesi	29
3.1.2 Puhastatud vesi	29
3.2 Rekvalifitseerimise käik	30
3.2.1 Muudatused	30
3.2.2 Riskianalüüs	31
3.2.3 Arvutused	34
3.3 Tulemused	38
3.3.1 Analüüside tulemused	38
3.3.2 Rekvalifitseerimise tulemused	39
KOKKUVÕTE	44
SUMMARY	46
KASUTATUD KIRJANDUS	48

Lisa 1 Tallinna Farmaatsiatehase AS veesüsteemi skeem	50
Lisa 2 Tallinna Farmaatsiatehase AS veesüsteemi põhimõtteline skeem	51
Lisa 3 Juhtivusmõõtja WTW LF340 kalibreerimistunnistus	54

EESSÕNA

Lõputöö teema valiku tegi töö autor, sõnastamisega aitas ettevõtte Tallinna Farmaatsiatehase AS tootmisosakonna juhataja Jüri Kosk. Põhilised algandmed koguti ettevõttest. Andmete ja konsultatsioonidega abistasid lõputöö juhendaja Antonina Zguro ning Tallinna Farmaatsiatehase AS tootmisosakonna juhataja Jüri Kosk ja kvaliteedikontrolli osakonna juht Meeli Liin.

Autor soovib tänada juhendajat ja Tallinna Farmaatsiatehase AS juhatuse liikmeid.

Võtmesõnad: puhastatud vesi, farmaatsia, veepuhastuse süsteem, rekvalifitseerimine, diplomitöö.

LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU

WHO – Maailma Terviseorganisatsioon (ingl. keeles World Health Organisation)

GMP – Hea tootmise tava (Ingl. keeles Good manufacturing practice)

ISPE – Rahvusvaheline farmaatsiatehnika ühing (Ingl. keeles International society for pharmaceutical engineering)

ISO – Rahvusvaheline Standardiorganisatsioon (Ingl. keeles International Organization for Standardization)

SDI – hägususe indeks (ingl. keeles Silt density index)

RO – pöördosmoos (ingl. keeles Reverse Osmosis)

TFT AS – Tallinna Farmaatsiatehase AS

TDS – lahustunud tahked ained (ingl. keeles Total dissolved solids)

SISSEJUHATUS

Puhastatud vesi on sooladest, bakteritest ja viirustest vabastatud vesi. See on steriilne ja ei põhjusta katlakivi teket. Puhastatud vett kasutavad suures osas elektroonika ja farmaatsia tööstused ning vajadus aina kasvab. Puhastatud vett toodetakse üldiselt joogiveest. Nõudeid puhastatud veele ja joogiveele väljastatakse maailma, Euroopa ja riigi tasanditel.

Puhastatud vee valmistamise süsteemidele kehtivad samuti erinevad nõuded. Alustades eeltöötuse vajadusest ja lõpetades valmis vee säilitamisega. Töös on kirjeldatud erinevate organisatsioonide standarte ja nõudeid veesüsteemidele. Sellise vee tootmiseks on erinevaid võimalusi, aga populaarseim neist on pöördosmoos. Pöördosmoos puhastab vett rõhu abil, surudes vee läbi membraani, mida saasteained ei saa läbida.

Lõputöö eesmärk on ettevõttes Tallinna Farmaatsiatehase AS kasutusel oleva puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine. Seadme ja selle osade töö ning toodetud puhastatud vee parameetrite kontrollimine. Töö esimeses osas annab autor ülevaate puhastatud veest ja sellele kohalduvast seadusandlusest. Autor kirjeldab ka valideerimist ja kvalifitseerimist ning puhastatud vee vajadust.

Lähtudes seadusandlusele kontrollib autor puhastatud vee vastavust nõuetele. Tehakse kindlaks eeltöötuse osade vajalikkus. Töös võrreldakse joogivett ja puhastatud vett, et paremini välja tuua vee puhastamise vajadus.

Tallinna Farmaatsiatehase AS on salvide, kreemide ja šampoonide tootmisega tegelev ettevõtte. Tooted sisaldavad puhastatud vett, mis valmistatakse koha peal. Ettevõttes asuv veesüsteem paigaldati aastal 2004 ja sellest ajast ei ole seadmeid muudetud. Autori jaoks on rekvalifitseerimise eesmärgiks näha, kas süsteem suudab veel oma eesmärgi täita.

Töö teises osas on ülevaade veesüsteemi erinevatest osadest ja nende vajadusest. Autor toob välja, mida on vaja seadmete juures rekvalifitseerimiseks kontrollida. Antud töös on tegemist perioodilise rekvalifitseerimisega, mille jaoks teostati jälgimine perioodil 01.03.2021 – 01.03.2022. Rekvalifitseerimine peetakse vastuvõetuks, kui süsteemi ja selle osade töös ei esine tõsiseid kõrvalekaldeid ja puhastatud vesi vastab ettevõtte poolt ette nähtud nõuetele.

Töö viimases osas selgitab autor veele teostatavaid laboratoorseid analüüse. Välja on toodud analüüsides tulemused kindlas perioodis. Seadmete tööd ja korrektset seadistamist kontrollivad arvutused ja nende tulemused on samuti kolmandas osas.

Rekvalifitseerimise tulemus sõltub analüüside tulemustest, arvutuste tulemustest ja kõikide seadmete tööst.

Üha rohkem keskkonnateadlikus maailmas on olulisel kohal säästlikud ja efektiivsed tehnoloogiad ning süsteemid. Usaldusväärsed ja korratavad tulemused on vajalikud eriti farmaatsiasektoris. Selle kõige saavutamiseks peavad seadmed õieti ja ühtse süsteemina töötama. Seda saab kontrollida rekvalifitseerimisega. Ettevõttes TFT AS korraldati puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine viimati 2019. aastal. Ettevõtte ja ka autori arvamusel on vajadus see uuesti läbi viia.

1. PUHASTATUD VESI

Puhastatud vesi on vesi, millest on tööstuslikult saasteained peaaegu täielikult eemaldatud. Selline vesi on steriilne ja ei tekita kergelt roostet ega katlakivi. Puhastatud vett on vaja suurtes kogustes erinevates tööstustes ja laborites. Näiteks elektroonika, farmaatsia, biotehnoloogia. See vajadus aina kasvab. Puhastatud veele vajaliku kvaliteedi saavutamiseks vett puhastatakse. Tüüpilised puhastussüsteemid ühendavad 5 – 10 puhastustehnoloogiat. Näiteks ultrafiltratsioon,ioonvaheti ja pöördosmoosseade. Nendest viimane on kasutuse poolelt olnud tõusuteel. - [1]

Farmaatsia tooted nagu kreemid, salvid ja tilgad sisaldavad vett. Neid kasutatakse inimese nahal või organismis. Kõrvaliste ainete olemasolu võib tuua esile soovimatuid kõrvalmõjusid või muuta ravimi toimet. Selle tõttu ongi vaja puhastatud vett. Seda kasutatakse ka seadmete ja nõude pesemiseks.

1.1 Puhastatud vee nõuded

Puhastatud vett toodetakse üldiselt joogiveest, millega varustab Tallinna linna AS Tallinna Vesi. Avalikkusele on kättesaadavad ettevõtte poolt veevõrku suunatava joogivee laboratoorsete analüüside tulemused. Tabelis 1.1 on näha AS Tallinna Vesi välja antud 2021. aasta joogivee ja viimase saadaoleva analüüsi mõned tulemused.

Piirsaldused on saadud 2019. aastal vastu võetud sotsiaalministri määrusest "Joogivee kvaliteedi- ja kontrollinõuded ning analüüsimeetodid". Euroopa liidus määratleb joogivee piirsaldused 2020. aasta detsembris vastu võetud Euroopa parlamendi ja nõukogu direktiiv 2020/2184. Väärtused on nähtavad tabelis 1.1 vastavalt „Piirsaldus Eestis“ ja „Piirsaldus Euroopas“. On näha, et Euroopa liidu ja Eesti nõuded joogiveele on samad. – [2], [3]

Hägusus on põhjustatud vees olevatest osakestest, mis takistavad valguse läbivust. Hägusust mõõdetakse nefelomeetriga ja ühikuks on NHÜ (Nefelomeetri hägususe ühik). See on vee kvaliteedi oluline näitaja. Oluline üldine näitaja on ka elektrijuhtivus. Mida madalam see on, seda puhtam vesi. Elektrijuhtivus näitab lahustunud ainete kogust.

Tabel 1.1 AS Tallinna Vesi joogivee analüüside võrdlus. 2021 aasta koondtabel ja 07.03.2022 tulemused. – [2]–[5]

Näitaja	2021. aasta keskmine	07.03.2022 väljastatud protokoll tulemus	Piirsisaldus Eestis	Piirsisaldus Euroopas
Hägusus (NHÜ)	<0,1	<0,1	1	-
Kloriidid (mg/l)	34	41	250	250
Üldine orgaaniline süsinik (mg/l)	5,5	5,6	-	-
Nitraadid, NO ₃ ⁻ (mg/l)	1,9	5,4	50	50
pH (t=11,1 °C)	7,25	7,14	6,5-9,5	6,5-9,5
Alumiinium (µg/l)	55	37	200	200
Elektrijuhtivus 20 °C (µS/cm)	398	456	2500	2500
Üldkaredus (mmol/l)	2,0	2,23	-	-
Kaltsium, Ca ²⁺ (mg/l)	67,6	76	-	-
Magneesium, Mg ²⁺ (mg/l)	8,25	8	-	-
Raud, Fe (µg/l)	<10	<10	200	200

Kloriidid ja hapnik vees põhjustavad korrosiooni. Orgaaniline süsinik soodustab bakteriaalset reostust vees. Nitraadid ja alumiinium on kahjulikud inimestele. Karedus näitab kaltsiumi ja magneesiumi ionide kontsentratsiooni. Need omakorda tekitavad katlakivi.

1.1.1 Maailma Terviseorganisatsiooni hea tootmise tava

Maailma Terviseorganisatsioon (World Health Organisation - WHO) sätestab maailma tasandil meditsiiniliste toodete kvaliteedikontrolliks GMP standardi. Tõlkes tähendab see lühend Hea tootmise tava (Good manufacturing practice). Dokument määratleb vajalikud meetmed tootmiseks ja kvaliteedikontrolliks. Nendeks on näiteks vajalike protsesside defineerimine, valideerimine, dokumentatsiooni pidamine ja sobiva tootmiskeskonna loomine.

GMP juhiste järgimine aitab vältida vigu, mida lõpp-produkti kvaliteedikontrolliga avastada ei saa. Seda järgides võib olla kindel, et toote iga osa on sama kvaliteediga. GMP on mõeldud farmaatsiatehastele ja selle järgimine on Eestis kohustuslik. Ettevõttes Tallinna Farmaatsiatehase AS (TFT AS) on see ka kasutusel.

Puhastatud veele rakendatavad nõuded on leitavad WHO GMP dokumendi lisas kaks. Lisa sisaldab joogivee, puhastatud vee, süstimise vee ja teiste kvaliteedi spetsifikatsioone. Lisaks on seal veepuhastussüsteemide, veehoidlate ja jaotussüsteemide disaini, installeerimise ja töö juhiseid. GMP on mingil määral seotud pharmacopoeiadega. Kui nende vahel tekib erinevusi, siis võib tootja ise valida kumba järgida. Soovituslik on valida kõige rangemad nõuded. Puhastatud vee kvaliteedinäitajad tuleb GMP sõnul võtta vastavast pharmacopoeiast. - [6]

GMP nõuab pidevaid veeproovide võtmisi ja analüüse. Seadmete töö ja vee näitajad ning desinfitseerimised tuleb dokumenteerida. Kui dokumentatsioon puudub, siis GMP kohaselt seda ka ei toiminud. Kõik tegevused kinnitatakse allkirjadega ja peavad kajastuma dokumentatsioonis.

GMP kohaselt on puhastatud vee valmistamiseks lubatud madalaima kvaliteediga toiteveeks joogivesi. Puhastatud vee keemilise ja mikrobioloogilise puhtuse spetsifikatsioonid tuleb võtta pharmacopoeiast. Puhastatud vett tuleb kaitsta saastuse ja mikrobioloogide kasvu eest.

1.1.2 Rahvusvaheliste ühingute ja Pharmacopoeia nõuded

Rahvusvahelist innovatsiooni farmaatsias aitab levitada Rahvusvaheline farmaatsiatehnika ühing ehk **ISPE** (Ingl. keeles International Society for Pharmaceutical Engineering). Tegemist on mittetulundusühinguga, mis jagab tehnilisi, teaduslikke ja regulatoorseid teadmisi liikmete vahel. Eesmärk on arendada, toota ja patsientidele toimetada kvaliteetseid ravimeid. Korraldatakse foorumeid, kus liikmed saavad muresid jagada ja lahendusi pakkuda. Ühing annab välja palju juhiseid töö korraldamiseks farmaatsias. Näiteks juhised proovide võtmiseks, kvalifitseerimiseks, veesüsteemide ülesehituseks. Juhiste eest tuleb maksta.

Euroopa meditsiiniagentuur ehk **EMA** pooldab teaduslikku arengut ravimite hindamises ja jälgimises rahva ja loomade tervise kasuks. Antakse inimestele korrektset infot ravimite toime kohta ning hinnatakse ravimite reklaame. Jälgitakse ravimite kindlust kogu elutsükli jooksul. Selleks koostatakse juhiseid ja standardeid.

Üks sellistest juhistest on 2020 aastal välja antud farmaatsias kasutatava vee kvaliteedi juhiseid. Puhastatud vee nõuete kohta info saamiseks suunab dokument Euroopa Pharmacopoeia poole. Pesemise korral tuleb viimases lõputuses kasutada minimaalseima kvaliteedina puhastatud vett. - [7]

Pharmacopoeiasid on erinevaid. Paljudel riikidel on enda Pharmacopoeiad. Euroopas on kasutusel ühine – Euroopa Pharmacopoeia. Otseses tõlkes tähendab see ravimite valmistamist. Tänapäeval on tegemist ravimite kvaliteedikontrolli teatmeteosega. Selle ametlikud standardid annavad legaalse ja teadusliku aluse ravimite ja toorainete kvaliteedikontrolliks. Euroopa Pharmacopoeia jälgimine on kohustuslik 39 Euroopa riigis, seal hulgas Eestis. Viimane, 10. versioon, avaldati 01.01.2021.

Euroopa Pharmacopoeia 10. versiooni kohaselt on puhastatud vesi ravimite (välja arvatud steriilsete ja apürogeensete) tootmiseks kasutatav vesi. Seda toodetakse destilleerimise, ionvahetuse, pöördosmoosi või teise sobiva meetodiga. Tootmine peab toimuma veest, mis on sobiv inimestele tarbimiseks. Sobivuse kinnitab kompetentne asutus. Eesti Veeseaduse kohaselt kehtestab joogivee nõuded sotsiaalminister määrusega. Tulemused nähtaval tabelis 1.1 - [8]

Puhastatud vee maksimaalsed lubatud näitajad on Euroopa Pharmacopoeia nõuetel järgnevad:

üldine orgaaniline süsinik.....0,5 ml/l;
 elektrijuhtivus 20°C.....4,3 µS/cm;
 nitraatide sisaldus.....0,2 ppm;
 alumiiniumi sisaldus.....10 ppb. [8]

Võrreldes Euroopa Pharmacopoeia puhastatud vee nõudeid ja Tallinna Vesi AS kaudu saadavat joogivett võib näha miks on vajalik vee puhastamine (Vaata tabel 1.2). Nitraatide, alumiiniumi ja orgaanilise süsiniku eemaldamiseks ja vee elektrijuhtivuse vähendamiseks on parim variant pöördosmoosseade.

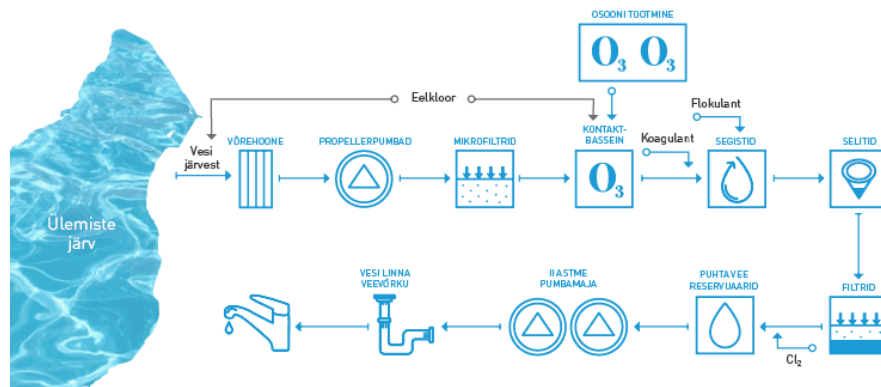
Tabel 1.2. Puhastatud vee ja Tallinna Vesi AS joogivee võrdlus.

Parameeter	Tallinna Vesi AS	EU Pharmacopoeia puhastatud vesi
Üldine orgaaniline süsinik (ml/l)	5,6	0,5
Elektrijuhtivus 20°C (µS/cm)	456	4,3
Nitraadid (ppm)	5,4	0,2
Alumiinium (ppb)	200	10

Alumiiniumi kontrollimine on vajalik, kui vett kasutatakse dialüüsi lahuses. Puhastatud veel, mis pannakse konteineritesse ja säilitatakse, kontrollitakse lisaks nendele näitajatele ka happelisust või leelisust, oksüdeerivaid ühendeid, kloriide, sulfaate, ammoniumi ning kõvadust. Eelmises Euroopa Pharmacopoeia versioonis kontrolliti puhastatud veel ka raskemetallide sisaldust. Piirmääraks oli 0,1 ppm.

1.2 Puhastatud vee tootmine

AS Tallinna Vesi toodab joogivett Ülemiste veepuhastusjaamas. Järvevesi pumbatakse läbi võrede ja mikrofiltrite eemaldades suurema prahi ja hõljumi. Mikroorganismid ja bakterid hävitatakse osooniga. Peale seda lisatakse koagulant, mis viib vees leiduvad osakesed põhja ning sealt kanalisatsiooni. Vesi filtreeritakse liivafiltritega ja sellesse lisatakse kloori, mis desinfitseerib. Edasi läheb vesi tarbijale (joonis 1.1.) - [9]



Joonis 1.1. Tallinna Vesi AS joogivee puhastusjaama skeem. [9]

Puhastatud vee tootmise süsteemid koosnevad üldiselt kolmest astmest. Esimene on eeltöötlus, mis eemaldab tahked osad. Teine on soolade eemaldamine ja kolmas on puhastamine, mis eemaldab väga väiksed osakesed veest. Tarbimise vähendamise ja kokkuhoidmise survele on hakatud lisama ka neljandat astet, ringlust. See juhib vee lõpp-punkti tagasi algusesse.

Eeltöötlus on vajalik RO membraanide efektiivsemaks ja pikemaks tööks. Ilma selleta jääksid suuremad osakesed membraanidele kinni ja vähendaksid membraani pindala. Orgaanilised ained tekitaksid kinni jäämisel mikroorganismide kasvu. Selline membraani rikkumine toimub ka seadme korrapärasel töö, aga pikema aja jooksul. Seadme töös hoidmiseks ja efektiivsuse pidamiseks tuleb RO seadet kindlatel aegadel puhastada. Halvimal juhul tuleb membraanid välja vahetada.

Põhilised kasutusel olevad veepuhastuse protsessid on koagulatsioon, flotatsioon, pöördosmoos, ultrafiltratsioon, mikrofiltratsioon, ioonvaheti, aktiivsöefilter, elektrodeioniseerimine, ultraviolettkiirgusega oksüdeerimine ja degaseerimised. Efektiivseks puhastamiseks tuleb süsteemis kasutada mitut protsessi sõltuvalt sellest, milline on eesmärk.

1.2.1 Veepuhastussüsteemide hea tootmise tava

GMP kohaselt peavad veepuhastussüsteemid olema valideeritud. Valideerimine on protsess või dokumenteeritud tõestus, millega näidatakse süsteemi vastavust eesmärgile. Valideerimine sisaldab kvalifitseerimisi. Kvalifitseerimine on tegevus, mille käigus tõestatakse, et seade või süsteem töötab nõuetekohaselt ning tagab ootuspärase tulemuse. Tulemusena saadakse tõendusmaterjal, mille alusel saab väita, et protsessi käigus saadud toode vastab talle kehtestatud nõuetele.

Kvalifitseerimine jaotub seadmetega seoses veel erinevateks liikideks. Installatsiooni kvalifitseerimine (IQ) tõestab seadme või süsteemi õiget ülesehitust, paigaldust ja seadistamist. Seadmete kvalifitseerimine (OQ) tõestab seadmete individuaalset korrektset tööd. Kontrollitakse seadme funktsioone. Teostatakse peale IQ. Töö kvalifitseerimine (PQ) tõestab seadme või süsteemi korrektset tööd reaalsetes tingimustes ja vajalikus vahemikus. Süsteemi kõiki seadmeid kontrollitakse koos. Süsteem peab tootma korratavaid ja stabiilseid tulemusi. Rekvalifitseerimine on täies mahus või osaliselt kvalifitseerimise kordamine aja jooksul. Seda teostatakse kindla aja tagant või peale süsteemis muudatuste tegemist.

Veepuhastuse protsesside kohta puhastatud vee jaoks GMP piiranguid ei sea. Tuleb arvestada toitevee kvaliteedi ja variatsioonide, vajaliku puhastatud vee hulga, energia kasutamise, eeltöötamise vajaduse, protsessi optimeerimise, vajalike proovivõtupunktide disainimise ning seadmele mõõteriistade paigutamisega. Torud ja puhastatud vee säilituspaak peavad olema materjalist, mis sobivad vee ja desinfitseerimislahusega ning ei hakka lekkima ega korrodeeruma.

Süsteemi pesemised ja desinfitseerimised peavad olema dokumenteeritud ja lõpus analüüsidega tõestatud. Levinud desinfitseerimisained on vesinikperoksiid ja äädikhape. Mikroorganismide kasvu vähendamiseks sobib ka ultravioletse valguse radiatsioon torustikus ja süsteemis üle 65 °C hoidmine. - [6]

Vee säilituspaak peaks olema piisavalt suur, et selle täitmiseks saab süsteem pikka aega töötada ning süsteemi vea korral oleks reserv olemas. Sisse ja välja lülitumine avaldab süsteemile ebavajalikku stressi. Üldiselt võiks see olla ühe toodangu partii või töösessiooni jaoks vaja oleva vee mahus. Reostumise riski vähendamiseks peaks säilituspaaki sisenev vesi tulema läbi pihusti pea, et kogu paak saaks ühtlaselt märjaks. Soovituslik on ka ringlustoru, et vesi ei seisaks. Soojusvaheti olemasolul tuleb ringlus läbi soojuvaheti viia.

GMP kohaselt tuleb pidevalt jälgida süsteemi vooluhulka, rõhku, temperatuuri, vee juhtivust. Proove tuleb võtta kasutuspunktidest füüsikaliste, keemiliste ja mikrobioloogiliste näitajate jaoks. Kvalifitseerimisel tuleb lisaks kontrollida toitevett.

1.2.2 Rahvusvaheline standardiorganisatsioon

ISO või Rahvusvaheline Standardiorganisatsioon (Ingl. keeles International Organization for standardization) on iseseisev, rahvusvaheline organisatsioon, kuhu kuulub 167 liikmesriiki. Eesmärgiks on jagada teadmisi ja välja töötada vabatahtlikud ning kaasaegsed standardid.

Standardid annavad juhised millegi paremaks ja efektiivsemaks tegemiseks. Näiteks kvaliteedi standardid aitavad tööd efektiivsemaks teha ja vähendada toote läbikukkumist. Energiastandardid aitavad vähendada energiakulu. Ohutusstandardid aitavad vähendada tööõnnetusi.

Puhastatud vee tootmise kaasaegseim standard on ISO 22519, mis anti välja 2019. aastal. Dokumendi eesmärk ongi just süsteemidele keskenduda, mitte puhastatud veele. Selle abiga saavad kasutajad parema ettekujutluse enda nõuetele vajalikust veepuhastuse süsteemist. Standardi koostamisel lähtuti asjaolust, et pöördosmoos on populaarseim veepuhastuse meetod.

ISO 22519 standardi järgi peab kindluse, puhastatavuse ja lihtsuse mõttes torustik olema ainult roostevabast terasest. Süsteemi puhastamise efektiivsemaks meetodiks peetakse kuuma veega desinfitseerimist. Vesi üle 80 °C tapab kergelt bakterid süsteemis ja kemikaalide kasutamiseks pole vajadust. Kui süsteemi torustik pole täielikult roostevabast terasest, siis võivad kõrged temperatuurid torustikku kahjustada.

Standardi järgi peab peale igat seadet vesi olema parema kvaliteediga. Kui seda ei saavutata, siis on süsteem ebaefektiivne. Tähtsamaiks kvaliteedinäitajaks peetakse bakteriaalset taset. Mikroobide kasvu tuleb süsteemis hoida minimaalsel tasemel. Sarnaselt GMP nõuetele soovitab ka ISO standard paagis vee ringlust.

2. TALLINNA FARMAATSIATEHASE AS PUHASTATUD VEE VALMISTAMISE SÜSTEEM

Tallinna Farmaatsiatehase AS on spetsialiseerunud pindmiste pooltahkete ravimvormide tootmisele ja arendamisele. Emaettevõtteks on Läti firma JSC Grindeks. Toodeteks on kreemid, salvid ja šampoonid. Valikust leiab tooteid liiges- ja lihasvalude jaoks ning seene- ja nahaparasiitide vastaseid. Enamus toodangust müüakse välismaale, aga kõik tooted on saadaval ka Eesti apteekides. Suurim ekspordiriik on Venemaa. Tootevalikusse kuuluvad järgnevad tooted: Kapsikam, Viprosal B, Sulfargin, Mikanisal, Benzotal ja Ortofen. Kõikides nendes on vähemalt pool koostisest puhastatud vesi.

Kõik tooted on põhiliselt õli vees emulsioonid erinevate toorainetega. Tootmisprotsess seisneb vee ja rasvade kuumutamises eraldi seadetes. Vesi on reaktoris ja rasvad kuumutuskatlas. Vastavate temperatuuride saavutamisel lisatakse rasvad reaktoris läbi homogeniseeriija ja segatakse. Seejärel toimub jahutamine ja õhu eraldamine ning toode ongi valmis. Temperatuuritundlikumad toorained lisatakse peale faaside ühendamist ja madalamatel temperatuuridel. Salvid jaendatakse koha peal tuubidesse ja šampoon pudelitesse.

TFT AS kõik toote- ja toorainetega kokkupuutuvad seadmed ja anumad on roostevabast terasest, et vähendada ristsaastumise võimalust ja kergendada pesemist. Pesemiseks kasutatakse ainult kuuma puhastatud vett ja desinfitseeritakse 70% etüülalkoholi lahusega.

2.1 Süsteemi tööpõhimõte

Puhastatud vee tootmine toimub ettevõttes koha peal. AS Tallinna Farmaatsiatehases on kasutusel firma Eurowater Eurotec pöördosmoosseade. Tootjapoolsed nõuded seadmele on järgmised: sisenev vesi ei tohi sisaldada vaba kloori, rauda, mangaani õli või suures koguses orgaanilisi ühendeid. Vee temperatuur ei tohi ületada 25 °C. Siseneva vee surve ei tohi ületada 6 bari. Torustik peale RO seadet peab olema PVC või happekindlast roostevabast terasest. - [10]

Pöördosmoosseadmed toodavad puhastatud vett pöördosmoosi teel. Tavalise osmoosi puhul liigub vesi vähem kontsentreeritud lahusest suurema kontsentratsiooniga

lahusesse läbi membraani. Membraani saavad läbida vee molekulid, aga mitte enamus lahustunud aineid. Selline vee liikumine on tingitud potentsiaalse energia vahest lahustes. Lahjemas lahuses on energia tase kõrgem ja kontsentreeritumas lahuses madalam. Puhastatud vee energia tase on kõige kõrgem. Osmoos toimub, kuni saavutatakse tasakaal lahuste vahel.

Pöördosmoos eraldab lahustatud osa lahustist rõhu abil. Lahusti on tavaliselt vesi. Suurema kontsentratsiooniga lahusele rõhu avaldamine suurendab selle lahuse energiat ja sunnib vee liikuma väiksema kontsentratsiooniga lahuse poole. Osmootne rõhk on rõhu suurus, mille korral vedelik ei liigu läbi membraani. Pöördosmoosiks vajalik rõhk peab olema suurem, kui osmootne rõhk.

Enne Eurowater Eurotec pöördosmoosseadmesse suundumist peab vesi vastama teatud parameetritele, et kaitsta pöördosmoosi membraane:

- maksimaalne karedus.....0.5 °GH
- maksimaalne vaba kloriidi sisaldus.....0.01 mg/l
- maksimaalne turbiidsus ehk hägusus.....1 NHÜ
- muda tiheduse indeks (SDI).....0-5
- maksimaalne ränihappe sisaldus, 10 °C.....20 mg/l
- maksimaalne lahustunud tahkete ainete kogus (TDS).....2 000 mg/l

Tavaliselt vastab filtreeritud ja pehmendatud vesi nendele parameetritele. - [10]

Võrreldes pöördosmoosseadmesse siseneva vee nõudeid Tallinna Vesi AS saadava joogiveega on võimalik selgeks teha eeltötluse vajadus (vt Tabel 2.1). Veepehmemendi on vajalik kareduse alandamiseks ja aktiivsöefilter on vajalik kloriidi eemaldamiseks.

Tabel 2.1. Joogivee ja pöördosmoosseadmesse suunduva vee võrdlus.

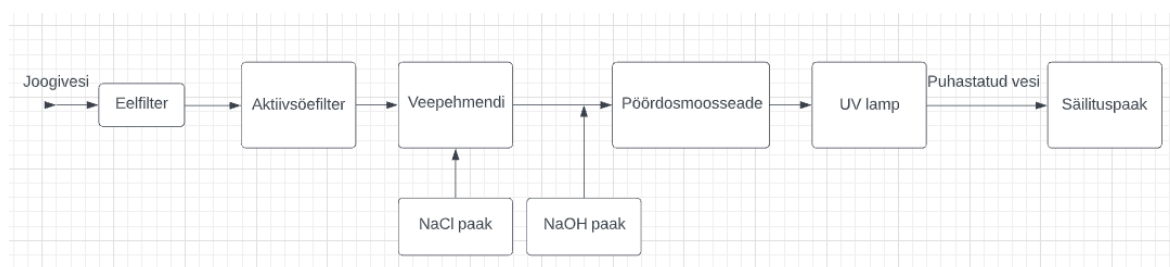
Parameeter	Tallinna Vesi AS joogivesi	Eurotec pöördosmoosseadmesse suunduv vesi
Karedus (°GH)	2,23 mmol/l = 12,5	0,5
Vaba kloriid (mg/l)	41	0,01
Hägusus (NHÜ)	<0,1	1
Ränihape (mg/l)	-	20
SDI	-	5
TDS (mg/l)	-	2 000

Hägusus sõltub savi, muda ja orgaanika sisaldusest vees. Mida väiksem turbiidsus, seda väiksem oht pöördosmoos (RO) seadme membraanidele. Näitaja on hea kiireks vee ülevaateks, aga ei anna detailset infot osakeste kohta. - [11, lk 13]

Muda tiheduse indeks ehk SDI näitab RO membraani rikkumise potentsiaali. Selle abil saab eeldada, millal membraani efektiivsus langeb. Mida väiksem SDI, seda pikem membraani eluiga. - [11, lk 14]

2.1.1 Süsteemi juhtautomaatika

AS Tallinna Farmaatsiatehases kasutusel olev veesüsteem paigaldati 2004. aasta lõpul eesmärgiga toota ja säilitada puhastatud vett. Põhiseade on pöördosmoosseade. Eeltöötlemiseks on veepehmendi, aktiivsoefilter, kottfilter ja NaOH doseerija. Mikroobide vähendamiseks on peale RO seadet UV lambid. Vett säilitatakse säilituspaagis. Selline ülesehitus vastab pöördosmoosseadme tootja soovitudele. Vaata joonis 2.1.



Joonis 2.1 Tallinna Farmaatsiatehase AS puhastatud vee tootmise plokkiskeem.

Süsteemi tööd juhib juhtautomaatika M90 CSD ja isekirjutaja Honeywelli eZtrend (vaata lisa 2). Automaatika alustab ja lõpetab süsteemi tööd automaatselt vastavalt vee tasemele säilituspaagis. Alla 60% täituvuse puhul läheb süsteem tööle ja lülitab ennast välja 80% juures. Säilituspaagi täituvust mõõdab rõhuandur. Isekirjutaja registreerib süsteemi tööparameetrid nagu pH tase, vee nivoo ja surve.

Süsteemi sisse ja välja lülitumisel loputab süsteem ennast ise pehmendatud veega. See toimub kontsentradi eemaldamiseks torudest membraanide kaitseks. Süsteemi seismisel on loputuskraan natuke avatud, et puhastatud vesi tarbimispunktidest süsteemi tagasi ei voolaks. - [10]

2.1.2 Süsteemi töö kontroll

TFT AS Kvaliteedi- ja kontrolli osakond tegeleb toorainete ja valmistoodangu kontrollimisega. Proove võetakse kindlatel aegadel vastavalt nõuetele. Sama osakond määrab ka ära toorainetele kohaldatavad nõuded ja analüüsimeetodid. Sissetuleva vee kvaliteeditulemused saadakse ettevõttelt AS Tallinna Vesi.

Puhastatud vesi peab olema läbipaistev ja värvusetu. Mikroorganismide üldarv vees ei tohi ületada 50 PMÜ/ml. Vees ei tohi olla orgaanilist süsinikku või taandavaid aineid. Vee elektrijuhtivus 20 °C juures peab olema alla 4,3 µS/cm. Nitraatide sisaldus maksimaalselt 0,2 ppm ning raskemetalle 0,1 ppm. Analüüsimeetodid on võetud Euroopa Pharmacopoeiast. Vaata tabel 2.2.

Tabel 2.2 Tallinna Farmaatsiatehase AS puhastatud vee nõuded

Omadus	TFT AS Piirmäär	EU Pharmacopoeia piirmäär
Välimus	Läbipaistev	Läbipaistev
Taandavad ained (orgaaniline süsinik)	Ei tohi olla	0,5 ml/l
Elektrijuhtivus (20 °C)	4,3 µS/cm	4,3 µS/cm
Nitraadid	0,2 ppm	0,2 ppm
Raskemetallid	0,1 ppm	-

Üldise vee kvaliteedi näitajana kasutatakse juhtivust. Veepehmendi kontrolliks kasutatakse vee kõvadust. 1 °GH (üldine kõvadus) on võrdne 10 mg/l CaO või 7.2 mg/l MgO. Ettevõttes on lubatud 0,5 °GH. Nende näitajate muutumisel võib eeldada, et süsteemis on mingi viga. Kontrollida tuleb ka bakteriaalset kasvu.

Süsteemi tööparameetreid jäädvustatakse iga tööpäev päevikutes. Nendeks on sisendvee surve, surve enne ja peale pöördosmoosi astmeid; puhastatud vee, kontsentradi ja kanalisatsiooni suunatud vee vooluhulgad; pH, elektrijuhtivus ning söefiltri ja veepehmendi täidise regenereerimised. Vee pH näitab NaOH pump ja elektrijuhtivust mõõdetakse tarbimispunktides juhtivusmõõtmisega.

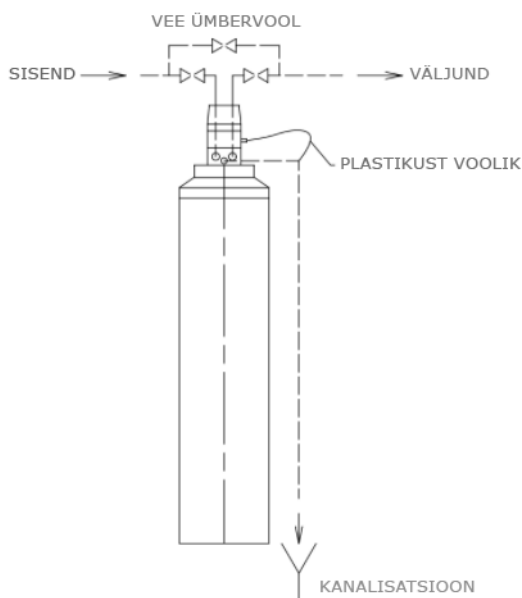
2.2 Süsteemi osad

Linnavesi läbib esimesena tagasipesuga mehaanilise filtri, mille avade suurus on 20 µm. See eraldab veest hõljuvad osakesed. Filtri võrk on roostevabast terasest ning

puhastatav vastuvooluga, mis peseb võrgule jäänud mehaanilised lisandid kanalisatsiooni. Pesemine aktiveeritakse manuaalselt, kui märgatakse muutust süsteemi veesurves või vähemalt kord kuus. Peale mehaanilist filtrit läbib vesi aktiivsöefiltri.

2.2.1 Aktiivsöefilter

Veepuhastusjaamas lisatud kloori eemaldamiseks on vajalik enne RO seadet see eemaldada aktiivsöefiltriga (vaata joonis 2.2). Ettevõttes on kasutusel Eurowater ACM360 aktiivsöefilter, mis teostab regenereerimist automaatselt iga nädal.



Joonis 2.2 Eurowater aktiivsöefilter - [12]

Filtri eesmärk on eemaldada klooriühendid ja orgaanika ning parandada vee lõhna. Regenereerimine koosneb pesust ja loputamisest, et eemaldada mustus ja süsi kokku suruda. Regenereerimise ajal pöördosmoosseade ei tööta. Vaata tabelist 2.3 seadme spetsifikatsioone.

Tabel 2.3 Eurowater ACM360 aktiivsöefiltri andmed. [13]

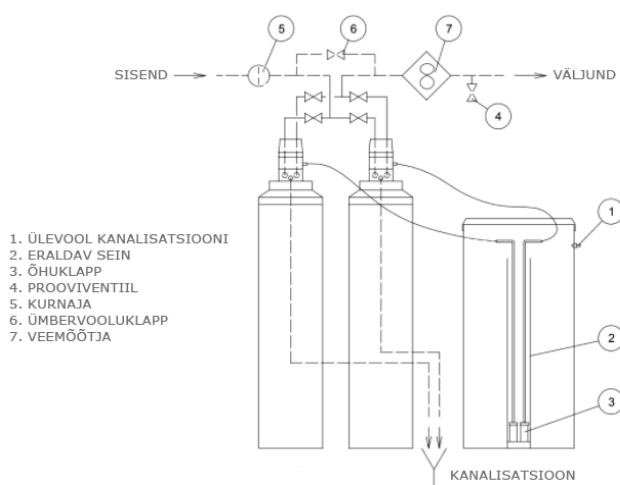
Filtri täidis. Aktiivsüsi	83 L
Filtri toetus. Kruus	28 L
Töövool	0,6 – 1,4 m ³ /h
Rõhu kadu peale seadet	0,4 – 0,6 bar

Siseneva vee rõhk peab olema 2-6 bar. Maksimaalne lubatud vee temperatuur on 35 °C. Kloori eemaldamine on vajalik RO membraanide kaitseks. Vaba kloor võib oksüdeerida materjale ja seetõttu kahjustada membraane. Filtri täidise vahetamiseks pole tootja poolset soovitusi. Vahetamine toimub, kui nähakse muutust seadme töös või vee kvaliteedis. Viimati vahetati 2016. aasta oktoobris.

2.2.2 Veepehmendi

Enne vee sisenemist RO seadmesse tuleb vesi eeltöödelda ionvahetusega. Selleks kasutatakse vee pehmemdamist või demineraliseerimist. Eemaldatakse vee karedus, mis näitab kaltsiumi ja magneesiumi ionide suhet bikarbonaadi (HCO_3^-) ionidega. Vee kuumutamisel nad reageerivad ja tekkinud kaltsiumi ja magneesiumi soolad ummistavad torud. Katioonvahetis on naatriumi ionid, mis vahetavad end kaltsiumi ja magneesiumi omadega. Perioodiliselt toimub regenereerimine naatriumkloriidiga. Naatriumi ja bikarbonaadi reageerimisel tekib vees lahustuv naatriumbikarbonaat. Alternatiivina soovitatakse ka degasseerimist, et vähendada kemikaalide kasutust. - [14]

Ettevõttes TFT AS on kasutusel Eurowater SM62 veepehmendi, mis teostab regenereerimisi automaatselt. Mahuteid on kaks, et garanteerida süsteemi pidev töö (vaata joonis 2.3). Üks mahuti töötab samal ajal, kui teist regenereeritakse ja vastupidi. Regenereerimine toimub keedusoolaga (NaCl) peale 10 m³ vee läbimist. Sisenev vesi ei tohi sisaldada rauda, mangaani, õli või orgaanikat. Tavaline linnavesi vastab nendele nõuetele. Vajalik surve on 2-6 bari. Maksimaalne lubatud temperatuur on 35 °C. Väljuva vee karedus peab olema <0,5 °GH. Seda kontrollitakse iga päev.



Joonis 2.3 Eurowater kahe paagiga veepehmendi – [15]

Regenereerimine koosneb filtri pesust, keedusoola lisamisest, filtri loputusest ja soolapaagi täitmisest. Nii eemaldatakse mustus, kaltsiumi ja magneesiumi soolad ning lisatakse uued naatriumioonid. Esimeses etapis toimub kolonnis oleva täidise kohevaks muutmine. Teise etapiga imatakse kolonni küllastunud keedusoola lahus ja eemaldatakse kaltsiumi ning magneesiumi ioonid. Viimasena tihendatakse täidis ja keedusoola nõu täidetakse veega. Üks regenereerimistsükkel kestab umbes 1 minut ja 20 sekundit. Vaata spetsifikatsioone tabelis 2.4.

Tabel 2.4 Eurowater SM62 veepehmendi andmed. [16]

Nominaalne voolukiirus	2,7 m ³ /h
Nominaalne rõhu kadu (töötab 1 mahuti)	1,2 bar
Maksimaalne voolukiirus	4,0 m ³ /h
Maksimaalne rõhu kadu (töötab 1 mahuti)	2,0 bar
Nominaalne mahtuvus 1 mahuti töötamisel	171 m ³ °GH
Soola kogus regenereerimiseks	5,7 kg
Vee kogus regenereerimiseks	0,58 m ³
Äravoolu maht regenereerimisel (miinimum)	40 L/min

Täidise vahetamine toimub, kui nähakse muutusi vee kvaliteedis. Üldiselt vajab veepehmendi täidis vahetamist harva, kuna seda regenereeritakse keedusoolaga. Viimati vahetati täidist 2020. aasta septembris. Täidis koosneb 7 liitrist kruusast ja 57 liitristioonvahetitest. Soolaanuma mahtuvus on 125 L. - [17]

Seadme töö kontrollimine:

- pehmendatud vee karedus peab olema < 0,5 °GH;
- regenereerimisel kõigi kolme etapi toimumine ja peale regenereerimist vee karedus < 0,5 °GH;
- moodulid peavad teineteise järel regenereeruma;
- regenereerimine toimub iga 10 m³ vee läbimisel;
- regenereerimise ajal on ikka karedus < 0,5 °GH.

- [15]

2.2.3 NaOH dosaatorpump ja pH-meeter

Peale pehmendamist on vee juhtivus veel kõrge ja pH võib olla nõrgalt happeline. Pehmendamine ei vähenda ka hapniku sisaldust vees. Veele lisatakse enne RO seadmesse sisenemist naatriumhüdroksiidi lahust, et pH tõsta. Peale RO seadme läbimist langeb ka vee juhtivus. Jäävad ainult vee molekulist väiksema molekuliga ained ja gaasid nagu hapnik, lämmastik ja süsinikdioksiid. - [14]

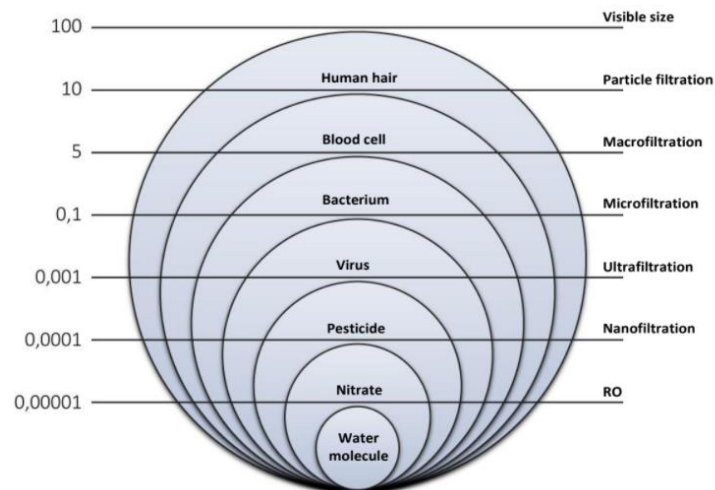
Vee pH tõstmisega hakkab süsinikdioksiid reageerima naatriumiga ning moodustab naatriumbikarbonaadi, mis ei läbi RO seadme membraani. Kõrgem pH hoiab ka silikaadi lahustatuna, mis aitab seda veest eemaldada. Naatriumhüdroksiid on kõige levinum leelis, mida kasutatakse pH muutmiseks. Seda on kerge saada ja lahjendada. Miinuseks on NaOH panus vee soolakoguse ja juhtivuse tõstmisesse. - [14]

NaOH doseerimine enne pöördosmoosseadet on ettenähtud vaba CO₂ vähendamiseks vees. CO₂ olemasolu tõstab vee elektrijuhtivust. Eesmärgiks on pH 8,3-11, kuna siis ei esine vees enam CO₂. Suurem pH võib kahjustada RO seadme membraane. Seadme seiskumisel seiskub ka dosaatorpump.

NaOH paak mahutab 100l. Lahuse jaoks lisatakse sinna 5 liitrit 50% NaOH lahust ja ülejäänud täidetakse puhastatud veega. Paagil ei lasta langeda alla 30 % täituvuse. NaOH doseerimisseade on Dosapro Milton Roy LMI AA9 ja pH meeter on Analon pH 10, mille elektrood on LZX 517/D4.

2.2.4 Pöördosmoosseade

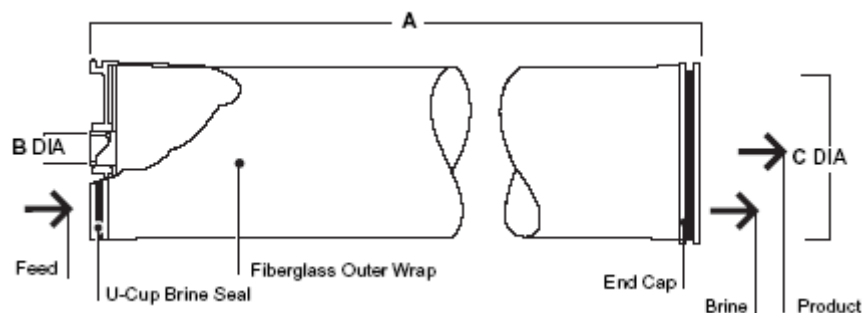
Pöördosmoosseadmete kasutamisel tuleb paremaks seadme kestvuseks kasutada vahetult enne pöördosmoosi (RO) kottfiltrit. See vähendab vee turbiidsust. Kottfiltril läbilaskvus peaks olema umbes 1 µm. RO seade suudab bakterid, viirused ja muud väiksemad osakesed ise veest eemaldada (vaata joonis 2.4). Filtratsiooniks on võimalik kasutada ka ultrafiltratsiooni. See on nagu RO, aga kasutab oma töös vähem survet. Sellise filtratsiooniga jäävad vette osakesed suurusega kuni 0,1 µm. Ultrafiltratsiooni kasutamine enne RO seadet vähendaks bakteriaalse kasvu ohtu. - [14]



Joonis 2.4 Erinevate filtreerimistehnoloogiate suurus (μm) - [14]

TFT AS kasutusel oleva Eurowater RO seadme kasutegur on 69%. Tegu on kaheastmelise seadmega, kus peale mõlemat astet juhitakse osa kontsentratsioonist esimese astme sisendisse. Seadmel asuv juhtivusmõõtja mõõdab puhastatud vee juhtivust ja taseme ületamisel avab ventiili ning suunab vee kanalisatsiooni. Kui vee juhtivus ületab vajalikku taset rohkem, kui 2 minutit, siis lülitub süsteem välja.

Kottfiltrit ja membraanide sisend ja väljund rõhkusid mõõdavad manomeetrid. Puhastatud vee, kontsentratsioonide ja kanalisatsiooni suunatud vee koguseid mõõdavad rotameetrid. Seadmes kasutatakse kokku kuus Dow Filmtec XLE 4040 membraani (vt Joonis 2.5), mida vahetatakse siis, kui nähakse muutusi seadme töös. Viimati vahetati membraane 30.09.2020. Seadme torustik ja korpused on PVC, AISI304 ja AISI316.



Joonis 2.5 Filmtec XLE 4040 membraani joonis. [18]

Filmtec XLE-4040 membraanid on õhukese kilega polüamiidkomposiidist. Nende aktiivne pindala on $8,1 \text{ m}^2$. Soolade eraldusvõime on 99%. Maksimaalne vooluhulk on $3,2 \text{ m}^3/\text{h}$ ja pH taluvus on piirides 2-11. Maksimaalne lubatud SDI on 5 ja vaba kloriidi taluvus kuni 0,1 ppm. Membraanidel ei tohi lasta kuivaks saada. - [18]

Pöördosmoosseadme töö kontrollimine:

- puhastatud vesi peab vastama nõuetele;

- seade peab ise sisse ja välja lülituma vastavalt paagis oleva vee tasemele;
- seadet peab saama käsitsi sisse ja välja lülitada;
- rotameetrite ja manomeetrite näitude stabiilsus. - [12]

3 SÜSTEEMI REKVALIFITSEERIMINE

Rekvalifitseerimise otstarve:

- tagada puhastatud vee valmistamise süsteemi nõuetele vastavus;
- tagada nõuetele vastav puhastatud vesi ja selle valmistamine;
- tagada süsteemi jätkusuutlikkus;
- tagada, et puhastatud vee valmistamise süsteem toimib vastavalt spetsifikatsioonidele.

3.1 Vee analüüside võtmine ja metoodika

AS Tallinna Farmaatsiatehases (AS TFT) teostatakse vee proove vastavalt Euroopa Pharmacopoeia nõuetele. Teostatakse raskemetallide, taandavate ainete, kareduse, nitraatide, mikrobioloogia, juhtivuse ja pH määramisi. Keemilisi proove teostatakse kord kuus tarbimispunktidest saadud puhastatud veele (vt Tabel 3.1).

Tabel 3.1 TFT AS vee proovivõtu punktid ja mikrobioloogilise kontrolli sagedus.

Proovivõtu punkt	Mikrobioloogilise proovivõtu sagedus
Punkt nr E01: sissetulev linnavesi	Kord kvartalis
Punkt nr E02: pärast üldfiltrit F	
Punkt nr E03: Pärast aktiivsöe filtrit	Kord kuus
Punkt nr E04: Pärast soolaeraldajat	
Punkt nr T00: Pöördosmoosseadme väljund	Kord nädalas

Mikrobioloogiliste proovide proovivõtmise kohti on mitu ja need asuvad süsteemi eripunktides. Linnavett ja üldfiltrit väljundite mikrobioloogiat kontrollitakse kord kvartalis. Söefiltrit ja veepehmemendi mikrobioloogiat kord kuus. Kord nädalas toimub otse RO seadmest tuleva vee proovide võtmine. Proovivõtu punktide asukohti saab näha lisas 1. Antud töös mikrobioloogilistele proovidele ei keskenduta.

3.1.1 Pöördosmoosseadmesse sisenev vesi

Linnavee karedus on kõrgem, kui pöördosmoosseade jaoks on lubatud. Selle tõttu määratakse veepehmendist väljuva vee karedust iga päev. Seda tehakse tootja poolt saadud RH-1 kareduse testikomplektiga. Komplektis on 2 reagenti. Üks lisatakse vette ja segatakse. Seejärel lisatakse tilkhaaval teist reagenti kuni värvuse muutuseni. Tilkade arvu järgi saab arvutada vee kareduse.

Eelfiltri ja aktiivsöefiltri läbinud vett keemiliselt ei analüüsita. Eelfiltri visuaalne kontroll toimub iga tööpäev ja filtri pesemine vähemalt kord kuus. Aktiivsöefiltrist väljuva vee jaoks kontroll puudub, kuna ettevõtte laboril ei ole võimalik kloriide määrata. Lähtutakse puhastatud vee elektrijuhtivusest.

3.1.2 Puhastatud vesi

Igast punktist võetakse proovideks 500 ml. Vee elektrijuhtivust mõõdetakse juhtivusmõõtjaga enne kasutamist ja proovide teostamisel. Lubatud piir on 4,3 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Välimust hinnatakse silmaga. Vesi peab olema läbipaistev ja selge. Rekvalifitseerimiseks analüüsiti puhastatud vee proove vahemikus 01.03.2021 – 01.03.2022 kord kuus.

Taandavaid aineid, sh orgaanilise süsiniku sisaldust määratakse järgnevalt. 100 ml puhastatud veele lisatakse 10 ml lahjendatud väävelhapet ja 0,1 ml 0,02 M kaaliumpermanganaati. Seejärel lahust keedetakse 5 minutit. Tegemist on värvusreaktsiooniga ja ei tohi tekkida roosat värvi. Kui lahus ei muuda värvi, siis vastab vee taandavate ainete sisaldus normile. - [8]

Nitraatide sisaldus võib olla maksimaalselt 0,2 ppm. Analüüsimeetod on järgnev: 5 ml puhastatud vett pannakse jäävanni ja lisatakse 0,4 ml kaaliumkloriidi lahust kontsentratsiooniga 100 g/L, 0,1 ml difenüülamiini lahust ja tilk haaval 5 ml väävelhapet, mis on lämmastiku vaba. Peale lahuste lisamist viia proovinõu 50 °C veevanni ja peale 15 minutit ei tohi lahuse sinine värv olla intensiivsem, kui referentslahusel. Referentslahus valmistatakse samal viisil kasutades vee asemel 4,5 ml nitraadivaba vett ja 0,5 ml 2 ppm NO_2 nitraadilahust. - [8]

Raskemetallide lubatud sisaldus on 0,1 ppm. See määratakse järgnevalt: 200 ml veele lisatakse 0,15 ml 0,1M lämmastikhapet ja kuumutatakse veevannis kuni alles on umbes 20 ml lahust. See jaotatakse proovi lahusesse, võrdluslahusesse ja toimeaineta

lahusesse. Proovilahus on 12 ml saadud vee- ja lämmastikhappe lahust. Võrdluslahus on 2 ml lahust, millele lisatud 10 ml pliinitraadi lahust (1 ppm). Toimeaineta lahus on 2 ml algset lahust, millele lisatud 10 ml vett. Igale lahusele lisatakse 2 ml puhverlahust pH 3,5 ja 1,2 ml tioatsetamiidi reaktiivi ning segatakse. Peale 2 minutit vaadatakse lahuseid. Võrdluslahus peab olema natuke pruunim, kui toimeaineta lahus. Proovi lahuse pruun värvus ei tohi olla intensiivsem, kui võrdluslahusel. - [19]

3.2 Rekvalifitseerimise käik

Rekvalifitseerimised koosnevad erinevatest osadest, mille abil saab ülevaate süsteemi ajaloost, olemusest ja probleemidest. Nendeks on muudatuste loetelu võrreldes eelmise kvalifitseerimisega, riskianalüüs, vastuvõtukriteeriumid, seadmete ja mõõtevahendite nimistu, arvutused, statistilised andmed, mittevastavuste aruanne, tulemused, järeldused ja kokkuvõte. Järgnevalt on autor kirja pannud vajalikud osad.

Vastuvõtukriteeriumid on rekvalifitseerimise põhikomponendid. Nende abil saab hinnata rekvalifitseerimise edukust. Need peavad olema selgelt defineeritud ja määratud ning kergesti kontrollitavad ja hinnatavad.

TFT AS puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimise vastuvõtukriteeriumid:

- valmistatud puhastatud vesi vastab ettevõtte nõuetele;
- veepehmendist väljuva vee karedus on pidevalt alla 0,5 °GH;
- seadmete automaatilised funktsioonid lülituvad õigel ajal;
- seadmed töötavad korrapäraselt;
- vee pH on vahemikus 8,3-11.

3.2.1 Muudatused

AS Tallinna Farmaatsiatehases kasutusel olev puhastatud vee valmistamise süsteem alustas korrapärast tööd 2005. aasta märtsis. Esimene seadmete kvalifitseerimine ja

protsessi valideerimine toimus 2005-2006 aastatel. Rekvalifitseerimised on toimunud 2008, 2011, 2012, 2013, 2015, 2017 ja 2019 aastatel.

Eelmisest rekvalifitseerimisest on vahetatud süsteemi üldpump, teostatud iga aastased RO seadme pesemised ja desinfitseerimised, vahetatud UV lambid ning vahetatud pöördosmoosseadme ja säilituspaagi vahelisi torusid. Veetöötlussüsteemi ehituses muudatusi teostatud ei ole. Iga nädal teostati RO seadme ja säilituspaagi vahelise toru desinfitseerimist P3-oxonia active 150 0,3% lahusega ning iga kuu paagi ja tsirkulatsiooni torustiku desinfitseerimist.

Toitevee vajaliku rõhu vahemikus 3-6 bar tagab rõhutõste pump. Mehaaniline filter 20 µm eemaldab toiteveest hõljuvad osakesed. Peale seda siseneb vesi aktiivsöefiltrisse, mis eraldab veest klooriühendid ja orgaanika. Järgmisena vähendab veepehmendi vee karedust ning NaOH doseerimispump doseerib NaOH, et tagada nõutav pH tase enne RO seadet. Seda mõõdab pH-meeter Analon pH 10.

Kaheastmeline pöördosmoosseade eraldab veest soolad, viirused ja bakterid. Kogu süsteemi juhib vastavalt etteantud parameetritele juhtautomaatika M90 CSD. Isekirjutaja Honeywell eZtrend registreerib põhilised süsteemi tööparameetrid ning operaatoripaneel võimaldab muuta seadepunkte, aktiveerida filtrite regenerereerimisi ja alustada ning lõpetada seadme tööd. Juhtivusmõõtjat WTW LF340 kasutatakse puhastatud vee elektri juhtivuse mõõtmiseks. Kalibreerimistunnistus on lisas 3.

3.2.2 Riskianalüüs

Enne rekvalifitseerimist teostatakse riskianalüüs rekvalifitseerimise mahu hindamiseks. Selleks kasutatakse BS (Briti standard) 8800 viie astme riskihindamise maatriksit (vaata tabel 3.2 ja tabel 3.3). Autori teostatud riskianalüüsi tulemused on nähtavad tabelis 3.4.

Tabel 3.2 Riskianalüüs. Riski klassi määramine [20]

		Tõenäosus		
		Madal	Keskmine	Kõrge
Tagajärg	Kõrge	Riski klass 2	Riski klass 1	Riski klass 1
	Keskmine	Riski klass 3	Riski klass 2	Riski klass 1
	Madal	Riski klass 3	Riski klass 3	Riski klass 2

Tagajärg - Riski tagajärjel tekkinud kahju ulatus (mõju patsiendi tervisele, valmistoodangu kvaliteedile, *data integrity*´le ning muu kahju).

Tõenäosus - Kahju tekkimise tõenäosus.

Riski klass - Tagajärg x tõenäosus.

Riski klass I - Riski peaks vähendama koheselt.

Riski klass II - Riski vähendamiseks peaks ette võtma tegevusi arvestades kulusid.

Riski klass III - Tegevusi pole vaja.

Tabel 3.3 Riskianalüüs. Prioriteetsuse määramine [20]

Avastamine				
		Kõrge	Keskmine	Madal
Riski klass	1	Keskmine prioriteetsus	Kõrge prioriteetsus	Kõrge prioriteetsus
	2	Madal prioriteetsus	Keskmine prioriteetsus	Kõrge prioriteetsus
	3	Madal prioriteetsus	Madal prioriteetsus	Keskmine prioriteetsus

Avastamine - Avastamise tõenäosus

Riski prioriteetsus - Riski klass x avastamine

Madal prioriteetsus - Korrigeerivaid tegevusi ei ole vaja

Keskmine prioriteetsus - Probleemi tuleb jälgida, võimalusel lahendada.

Kõrge prioriteetsus - Koheselt võtta kasutusele korrigeerivad tegevused.

Tabel 3.4 Riskianalüüs

Risk (A)	Tõenäosus (B)	Tagajärg (C)	Riski klass (D)	Avastamine (E)	Prioriteetsus (F)	Riski maandamine (G)
Mittevastava kvaliteediga puhastatud vesi läheb kasutusse	Madal	Kõrge	II	Kõrge	Madal	Vee elektrijuhtivuse mõõtmine enne igat kasutamist ja süsteemi parameetrite jäädvustamine
Toitevee kvaliteet mittevastav	Keskmine	Madal	III	Madal	Keskmine	Tihedam linnavee proovide võtmine. Eelfiltri kontrollimine.

Tabeli 3.4 järg

A	B	C	D	E	F	G
Eelfiltri eba-korrektne töö	Madal	Keskmine	III	Madal	Keskmine	Tihedam proovide võtmine peale eelfiltrit.
Aktiivsöefiltri eba-korrektne töö	Madal	Keskmine	III	Keskmine	Madal	Filtri täidise vahetamine
Aktiivsöefiltri täidise regenereermise viivitus	Keskmine	Keskmine	II	Kõrge	Madal	Juhtautomaatika töö kontrollimine ja parendamine
Vee-pehmemendi eba-korrektne töö	Madal	Keskmine	III	Kõrge	Madal	Täidiste vahetamine
Vee-pehmemendi õigeaegne regenereermine	Madal	Keskmine	III	Kõrge	Madal	Juhtautomaatika töö kontrollimine ja parendamine
NaOH doseerimis-pumba töö katkemine	Madal	Keskmine	III	Kõrge	Madal	NaOH paagi puhastamine ja/või uue pumba paigaldamine
pH-meetri töö katkemine või vale mõõtmine	Madal	Keskmine	III	Kõrge	Madal	pH meetri kalibreerimine või välja vahetamine
RO membraani-de riknemine	Madal	Kõrge	II	Keskmine	Keskmine	Eeltöötluste kontroll ja töökorras hoidmine
RO juhtautomaatika eba-korrektne töö	Madal	Keskmine	III	Kõrge	Madal	Juhtautomaatika töö kontrollimine ja parendamine

Mittevastav toitevee kvaliteet mõjutab kõige rohkem esimesi kokkupuutuvaid süsteemi osi. Nendeks on eelfilter ja aktiivsöefilter. Suurem stress on ka veepehmemendil ja RO seadmel. Lõpliku puhastatud vee kvaliteeti see väga ei mõjuta. Filtrite täidised ja membraanid võivad kiiremini kuluda või rikneda.

Eeltöötluste seadmete ebakorrektne töö ja regenereerimiste sagedus tekitavad stressi RO seadmele ja selle membraanidele. Membraanide riknemisel tuleb need ära vahetada. Kare vesi rikub ka torustikku. Suurim mõju lõplikule puhastatud veele on RO seadme ebakorrektne töö. Mittekvaliteetne puhastatud vesi mõjutab tooteid. Selle vältimiseks peavad kõik süsteemi osad korrektselt töötama.

3.2.3 Arvutused

Vees on palju erinevaid soolasid, mida on vaja pöördosmoosiga eemaldada. Selleks peab rõhk olema suurem, kui soolale kohane osmootne rõhk. See sõltub lahustunud aine kontsentratsioonist, ehitusest ja vee temperatuurist. Järgnevalt on autor arvutanud suurema sisaldusega soolade jaoks vajaliku osmootse rõhu suuruse kasutades valemit 3.1. RO seadmesse siseneva vee absoluutne temperatuur on 283 K.

$$\pi = n c_i RT \quad (3.1)$$

π - osmootne rõhk (kPa)

c_i - lahustunud aine molaarkontsentratsioon (mol/L)

n - lahustunud aine dissotsieerumisel tekkivate ionide arv

R - universaalne gaasikontant (8,314 (L·kPa)/(K·mol))

T - absoluutne temperatuur (K) [21, lk 3]

Nitraatide populaarsemad soolad on NH_4NO_3 , KNO_3 ja NaNO_3 . Nitraatide osmootse rõhu arvutustes on kasutatud nende soolade ionide arvu. Dissotsieerumisel jagunevad nad kaheks iooniks. Nitraatide kogus joogivees on maksimaalselt 50 mg/L = 0,05 g/L. Autor kasutab arvutuses eelnevatest sooladest suurimat molaarkontsentratsiooni, kuna siis saab kindel olla, et kõik nendest sooladest eemaldatakse. Väikseima molaarmassiga on NH_4NO_3 (80 g/mol).

$$\pi_{\text{nitraadid}} = 2 \cdot 0,05/80 \cdot 8,314 \cdot 283 = 2,9411 \text{ kPa} \approx \mathbf{0,03 \text{ bar}}$$

Raua soolade kogus joogivees on kuni 200 mg/L või 0,2 g/L. Vees leiduvad raua soolad võivad olla näiteks $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ja $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ molaarmass on 399,9 g/mol ja ionide arv on 5. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ puhul on need vastavalt 241,8 g/mol ja 4.

$$\pi_{\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3} = 5 \cdot 0,2/399,9 \cdot 8,314 \cdot 283 = 5,8836 \text{ kPa} \approx \mathbf{0,06 \text{ bar}}$$

$$\pi_{\text{Fe}(\text{NO}_3)_3} = 4 \cdot 0,2/241,8 \cdot 8,314 \cdot 283 = 7,7845 \text{ kPa} \approx \mathbf{0,08 \text{ bar}}$$

Pöördosmoosseadmesse siseneva vee karedus on kuni 0,5 °GH. See on võrdne 0,005 g/L CaO (56,1 g/mol) või 0,0036 g/L MgO (40,3 g/mol). Põhilised Ca ja Mg soolad on bikarbonaatide, kloriidide ja sulfaatidega. Väikseima molaarmassiga nendest on kloriidide soolad CaCl_2 (111 g/mol) ja MgCl_2 (95,2 g/mol). Saab arvutada tekkivate soolade kogused:

$$\text{Ca}^{2+} \Rightarrow 0,005 \text{ g CaO} \Rightarrow 0,0099 \text{ g CaCl}_2$$

$$\text{Mg}^{2+} \Rightarrow 0,0036 \text{ g MgO} \Rightarrow 0,0085 \text{ g MgCl}_2$$

Saadud andmete põhjal on arvutatud kaltsium- ja magneesiumkloriidide eemaldamiseks vajalik osmootne rõhk.

$$\pi_{\text{CaCl}_2} = 3 \cdot 0,0099/111 \cdot 8,314 \cdot 283 = 0,6295 \text{ kPa} \approx \mathbf{0,01 \text{ bar}}$$

$$\pi_{\text{MgCl}_2} = 3 \cdot 0,0085/95,2 \cdot 8,314 \cdot 283 = 0,6302 \text{ kPa} \approx \mathbf{0,01 \text{ bar}}$$

Tulemustest on näha, et vajalik on vähemalt 0,08 bar rõhku. TFT AS RO seadmesse siseneb vesi survega 3-6 bar. See on piisav soolade eraldamiseks.

TDS ehk inglise keelest lahustunud tahkete ainete kontsentratsiooni abil saab väljendada vee tahkete ainete (sh soolade) sisaldust elektrijuhtivuse abil. Selleks kasutatakse valemit 3.2. Puhastatud või destilleeritud veele vahemikus 1 – 10 $\mu\text{S/cm}$ kehtib k väärtus 0,5. Joogiveele vahemikus 300 – 800 $\mu\text{S/cm}$ kehtib k väärtus 0,55. - [22]

$$\mathbf{TDS = k \cdot EC} \quad (3.2)$$

TDS - Lahustunud tahked ained (Total dissolved solids) (mg/L)

k - Tahkete ainete ja elektrijuhtivuse koefitsient

EC - Elektrijuhtivus (Electrical conductivity) ($\mu\text{S/cm}$) [22]

Pöördosmoosseadmesse siseneva vee maksimaalne lubatud TDS väärtus on 2000 mg/L. Tallinna Vesi AS poolt saadava joogivee elektrijuhtivus on 07.03.2022 andmetel 456 $\mu\text{S/cm}$. Lubatud piirsisaldus joogiveel on 2 500 $\mu\text{S/cm}$. Nende andmete põhjal saab kontrollida, kas vesi vastab Eurotec Eurowater RO seadme sisendvee soovitudele. Arvutatud TDS tegeliku joogivee elektrijuhtivuse järgi:

$$TDS_{\text{tegelik}} = 0,55 \cdot 456 = \mathbf{250,8 \text{ mg/L}}$$

Tulemus vastab tootja soovitusele. Arvutatud sama näitaja väärtus maksimaalse lubatud elektrijuhtivusega toitevee jaoks:

$$TDS_{\text{piirsisaldus}} = 0,55 \cdot 2\,500 = \mathbf{1\,375 \text{ mg/L}}$$

Ka sel juhul on TDS väärtus alla tootja soovitatud piirmäära. Ohtu RO seadmele ega membraanidele ei ole. Võrdluseks arvutas autor puhastatud vee tootmise süsteemist väljuva vee TDS väärtuse:

$$TDS_{\text{pv}} = 0,5 \cdot 4,3 = 2,15 \text{ mg/L}$$

XLE-4040 membraanide soola eraldusvõime on 99%. Membraane on kokku 6 tükki. See tähendab, et RO seadme soola läbivus peaks olema alla 1%. Tegelikult soola läbivuse arvutamiseks kasutatakse valemit 3.3.

$$SP = C_p / C_f \cdot 100 \quad (3.3)$$

SP - soola läbivus (%)

C_p - soola kontsentratsioon puhastatud vees

C_f - soola kontsentratsioon toitevees [21, lk 4]

Arvutustes kasutab autor nitraadi soolade kontsentratsiooni, mis on joogivees maksimaalselt 50 mg/L ehk 0,05 g/L ning viimastel andmetel 5,4 mg/L ehk 0,0054 g/L. Puhastatud vees on kontsentratsioon kuni 0,2 ppm ehk umbes 0,0002 g/L.

$$SP_{\min} = 0,0002 / 0,05 \cdot 100 = \mathbf{0,4 \%}$$

$$SP_{\max} = 0,0002 / 0,0054 \cdot 100 = \mathbf{3,7 \%}$$

Arvutuste põhjal on soola läbivus vahemikus 0,4% - 3,7%. Kuna puhastatud vee nitraatide kontsentratsiooni pole täpselt teada ja toitevees muutub see pidevalt, siis ei saa andmete põhjal veel väita, et membraanid ei toimi korrektselt ja oleks vaja välja vahetada.

RO kasutegur oli esmasel paigaldamisel tootja andmetel 69%. See võib aja möödudes osade kulumise tagajärjel ja membraanide riknemisel langeda. Kasuteguri arvutamiseks kasutatakse valemit 3.4.

$$Y = Q_p / Q_f \cdot 100 \quad (3.4)$$

Y - RO kasutegur (%)

Q_p - puhastatud vee vooluhulk

Q_f - toitevee vooluhulk [21, lk 4]

Seadmesse siseneb vesi vooluhulgaga 2,4 m³/h ja puhastatud vett väljub 1500 L/h ehk 1,5 m³/h.

$$Y = 1,5 / 2,4 \cdot 100 = \mathbf{62,5 \%}$$

Tulemustest on nähtav, et kasutegur on langenud. Selle tõttu on puhastatud vee tootmine kulukam, kui varem. Süsteem töötab kauem, et vajaliku koguse puhastatud vett toota ning selleks kulub rohkem toitevett.

Aktiivsöefiltrite töö efektiivsuse näitajana kasutatakse täidise kontaktaega. Mida suurem kontaktaeg, seda rohkem täidis eemaldab. Kloori jaoks on see üldiselt

2 minutit. 10 minutit on piisav aeg enamuste saasteainete eemaldamiseks. Arvutustes kasutatakse valemit 3.8. - [23]

$$T = V/Q \quad (3.6)$$

T - kontaktaeg (min)

V - filtri ruumala (m³)

Q - vee vooluhulk (m³/min) [23]

Aktiivsöefiltri diameeter on 0,45 m ja kõrgus on 1,6 m. Autor on arvutanud kontaktaja Eurowater aktiivsöefiltri ACM360 maksimaalse ja minimaalse vooluhulga näitel:

$$Q_{\min} = 0,6 \text{ m}^3/\text{h} = 0,010 \text{ m}^3/\text{min}$$

$$Q_{\max} = 1,4 \text{ m}^3/\text{h} = 0,023 \text{ m}^3/\text{min}$$

$$V = (0,45/2)^2 \cdot \pi \cdot 1,6 \approx 0,25 \text{ m}^3$$

$$T_{\min} = 0,25/0,01 = \mathbf{25 \text{ min}}$$

$$T_{\max} = 0,25/0,023 = 10,87 \text{ min} = \mathbf{10 \text{ min ja } 52 \text{ s}}$$

Aktiivsöefiltri kontaktaeg võimaliku vooluhulga vahemikus on 10 min ja 52 s kuni 25 min. See on piisav aeg saasteainete eemaldamiseks.

$$V = C/X \quad (3.7)$$

V - vee hulk, peale mille läbimist on vajalik regenereerimine (m³)

C - veepehmendi mahtuvus (°GH)

X - siseneva vee karedus (°GH) [17]

Veepehmendi SM62 mahutid ettevõttes TFT AS alustavad regenereerimist peale 10 m³ vee läbimist. Regenereerimiste vahel võimaliku pehmentatava vee hulga kontrollimiseks kasutatakse valemit 3.10, eeldusel et väljuv vesi on karedusega 0,5 °GH. Veepehmendi täidise mahtuvus ühe mahuti töötamisel on 171 m³ °GH. Kui arvutustega saadud vee hulk on suurem, kui 10 m³, siis on kindel, et kogu vesi saab pehmentatud. Viimastel AS Tallinna Vesi andmetel oli joogivesi karedusega 12,5 °GH.

$$V = 171 / 12,5 = 13,68 \text{ m}^3$$

Tulemuse põhjal võib väita, et veepehmendi regenereerimiste sagedus on piisav.

3.3 Tulemused

Arvutustest peatükis 3.2.5 saab järeldada, et toitevee rõhk 3 – 6 bar on piisav pöördosmoosiks. Puhastatud vee valmistamise süsteemi paigaldamisel 2004.a oli RO seadme kasutegur 69%. Nüüdseks on see langenud 62,5% peale. Puhastatud vee kvaliteeti see ei mõjuta, aga toitevee ja kanalisatsiooni suunatava vee kogused on suuremad, kui varem.

XLE-4040 RO membraanide kaitseks on tootjapoolne soovitus kasutada toitevett, mille tahkete lahustunud ainete sisaldus on alla 2000 mg/l. Tallinna joogivee maksimaalne sisaldus saab olla 1 375 mg/L. Ohtu membraanidele pole, aga sõltuvalt nitraatide sisaldusest võib soola eraldus langeda alla tootja lubatud piiri. Andmete ebatäpsuse tõttu autor seda kindlalt väita ei saa.

Aktiivsöefilter eemaldab enamuse saasteainetest 10 minutilise kontaktajaga. Ettevõttes võimaliku vooluhulga vahemikus on kontaktaeg 10 min ja 52 s kuni 25 min. See on piisav aeg saasteainete eemaldamiseks. Veepehmendi saab regenereerimiste vahel töödelda maksimaalselt 13,68 m³ vett. Ettevõttes on seadistatud regenereerimine iga 10 m³ läbimisel, mis on piisav.

Arvutuste põhjal on aktiivsöefilter ja veepehmendi installeeritud ja disainitud korrektselt. RO seade näitab kulumise märke, aga kui puhastatud vee näitajad on normi piires, siis ei ole see veel kriitiline.

3.3.1 Analüüside tulemused

Puhastatud vee proove analüüsiti TFT AS laboris eelnevalt kirjeldatud meetodite järgi. Puhastatud vee puhul kontrolliti välimust, taandavaid aineid, nitraate, raskemetalle ja elektrijuhtivust. Proovid olid võetud igakuiselt vahemikus 01.03.2021 – 01.03.2022. Tulemused on nähtavad tabelis 3.5. Aasta 2021 juuli kuus proove ei võetud, kuna tootmisosakond oli kollektiivpuhkusel ja puhastatud vett ei kasutatud.

Tabeli 3.5 kirjelduse tulbas „vastab” tähendab, et puhastatud vesi on läbipaistev ja värvusetu. Tulbas „Taandavad ained” tähendab vastab, et värvusreaktsiooniga ei tekkinud roosat värvi.

Tabel 3.5 Puhastatud vee nõuetele vastamine rekvalifitseerimisel

Jrk. nr (A)	Proovivõtmise kuupäev	Nõuded				
		Kirjeldus	Taandavad ained	Nitraadid ≤0,2 ppm	Raske- metallid ≤0,1 ppm	Juhtivus ≤ 4,3 µS/cm
1.	01.03.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	3,2
2.	05.04.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	3,0
3.	03.05.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	0,8
4.	07.06.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	1,1
5.	09.08.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	0,8
6.	30.08.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	1,2
7.	27.09.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	1,8
8.	01.11.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	1,8
9.	29.11.2021	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	2,4
10.	03.01.2022	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	2,0
11.	31.01.2022	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	2,9
12.	28.02.2022	vastab	vastab	ei ületa	ei ületa	2,7

Kõik veeproovid vastasid nõuetele ja ei ületanud piirmäärasid. Selle tulemusel võib väita, et puhastatud vee tootmise süsteem tervikuna töötab korrektselt.

3.3.2 Rekvalifitseerimise tulemused

Süsteemi osade kontrollimiseks jälgis autor aktiivsöefiltri ja veepehmendi täidise regenereerimisi, veepehmendist väljuva vee karedust, pH-meetri näitu, RO seadme manomeetrite ja rotameetrite näite. Kontrollis süsteemi sisse- ja välja lülitumist. Kontrollid teostati iga tööpäev. Tulemused on nähtavad nädala lõikes tabelis 3.6.

Aktiivsöefilter peab olema teostanud 1 regenereerimise, veepehmendi regenereerimised peavad olema vastavuses läbitud vee hulgaga, vee karedus peab olema alla 0,5 °GH, pH peab olema vahemikus 8,3-11, RO manomeetrite ja rotameetrite näituses ei tohi olla suuri erinevusi päevade võrdluses ning süsteemi sisse- ja välja lülitumisel ei tohi olla takistusi. Süsteemist väljuva puhastatud vee elektri juhtivus peab olema alla 4,3 µS/cm.

Tabelisse 3.6 on märgitud OK, kui nõue on täidetud märgitud nädalal. Tulbas „A” näitab päevade arv aktiivsöefiltri regenereerimiste vahelise aja üleminekut vajalikust 7

päevast. Tulbas „D“ on OK, kui pH oli vahemikus 8,3-11. Erinevuse puhul on pH väärtus tabelis kirjas. Rekvalifitseerimise perioodil vahetati vahemikus 24.05.2021 – 28.05.2021 süsteemi rõhutõstepump.

Tabel 3.6. Süsteemi osade rekvalifitseerimise tulemused

Nädal. Aasta	Aktiiv- sõefilter (A)	Veepeh- mendi (B)	Vee karedus (C)	pH (D)	RO mano- meetrid (E)	RO rota- meetrid (F)	Elektri- juhtivus (G)	Süs- teem (H)
21.03. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
08.03. 2021	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
15.03. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
22.03. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
29.03. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
05.04. 2021	2 päeva	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
12.04. 2021	OK	OK	OK	8,2	OK	OK	OK	OK
19.04. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
26.04. 2021	OK	OK	OK	6,9	OK	OK	OK	OK
03.05. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
10.05. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
17.05. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
24.05. 2021	OK	OK	OK	OK	Rõhu- tõste- pumba vahetus	OK	OK	OK
31.05. 2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
07.06. 2021	OK	OK	OK	7,2	OK	OK	OK	OK
14.06. 2021	1 päev	OK	OK	6,8	OK	OK	OK	OK

Tabeli 3.6 järg

	A	B	C	D	E	F	G	H
21.06.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
28.06.2021	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
05.07.2021	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
12.07.2021 – 08.08.2021	Kollektiivpuhkus. Süsteem ei tööta.							
09.08.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
16.08.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
23.08.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
30.08.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
06.09.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
13.09.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
20.09.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
27.09.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
04.10.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
11.10.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
18.10.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
25.10.2021	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
01.11.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
08.11.2021	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
15.11.2021	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK

Tabeli 3.6 järg

	A	B	C	D	E	F	G	H
22.11.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
29.11.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
06.12.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
13.12.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
20.12.2021	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
27.12.2021	4 päeva	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
03.01.2022	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
10.01.2022	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
17.01.2022	OK	OK	OK	8,1	OK	OK	OK	OK
24.01.2022	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
31.01.2022	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
07.02.2022	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
14.02.2022	OK	OK	OK	8,0	OK	OK	OK	OK
21.02.2022	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
28.02.2022	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

Tabelist 3.6 on näha, et kolmel korral ei teostanud aktiivsöefilter regenereerimist õigeaegselt. Viga on nii süsteemi kontrollis, kui ka juhtautomaatikas. Sellel nädalal või päeval süsteemi kontrolli teostanud töötaja ei aktiveerinud manuaalselt filtri regenereerimist. Aktiivsöefilter ei alustanud automaatselt regenereerimist etteantud aja möödumisel. Süsteemi automaatikale tuleb teostada kontroll ja regenereerimise parameetrid üle vaadata.

RO seadmesse siseneva vee pH oli piiridest väljas mitmel korral. Kõikumise põhjuseks on joogivee kvaliteedi muutused. NaOH doseerimispumba doseerimiskiiruse muutmine toimub manuaalselt ning kontrollitakse iga päev. Autor soovib doseerimispumbale

lisada automaatiline kontroll (näiteks PLC), et vältida pH kõikumisi ja RO seadmele stressi avaldamist.

Veepehmendi regenereerimised toimusid õigeaegselt ja väljuv vesi ei ületanud kordagi lubatud kareduse taset. RO seadme rotameetrite ja manomeetrite näidud olid rekvalifitseerimise perioodil stabiilsed ning autor suuri hüppeid ei täheldanud. Süsteem alustas ja lõpetas tööd korrapäraselt. Manuaalne sisse- ja välja lülitamine töötas korrektselt.

Rekvalifitseerimise perioodil 01.03.2021-01.03.2022 süsteemi valmistatav puhastatud vesi vastas nõuetele ja kõrvalekaldeid ei esinenud. Süsteem tervikuna töötas korrektselt. Aktiivsöefiltri regenereerimine ei lülitunud üksikutel juhtudel automaatselt ja pH langes alla normi. Mittevastavused puhastatud vee kvaliteeti ei mõjutanud.

Riskianalüüsi järgi on aktiivsöefiltri regenereerimise viivitus II riskiklassi ja madala prioriteetsusega. Võimalusel tuleb parandada. Alla normi pH tase on III riskiklassi ja madala prioriteetsusega. Korrigeerivaid tegevusi ei ole vaja. Edasine tegevus peaks olema süsteemi automaatika kontroll aktiivsöefiltri regenereerimisel ja vajadusel reguleerimine.

TFT AS puhastatud vee valmistamise süsteem on rekvalifitseerimise läbinud.

KOKKUVÕTE

Lõputöö eesmärk oli läbi viia puhastatud vee valmistamise süsteemi rekvalifitseerimine ettevõttes Tallinna Famraatsiatehase AS. Selleks jälgis autor aasta aega süsteemi ja selle seadmete tööd. Puhastatud veele teostati analüüsid ettevõtte laboris. Autori arvates oli rekvalifitseerimist vaja seoses süsteemi vanusega. See paigaldati 2004. aastal. Ettevõtte hinnangul oli rekvalifitseerimist vaja, kuna viimati teostati see 2019. aastal.

Puhastatud vee nõudeid tutvustab autor lõputöö esimeses osas. Kõige tähtsamaks allikaks osutus Euroopa pharmacopoeia, millele viitavad teised standardid. Sealt on ka TFT AS enda piirmäärad ja analüüsimeetodid võtnud. Võrreldes puhastatud vee nõudeid joogiveega kinnitab autor eeltötluse seadmete vajadust. Erinevates standardites on ka juhiseid veetötlussüsteemide korrektseks paigaldamiseks ja disainiks.

Puhastatud vett kasutatakse ettevõttes seadmete ja nõude pesemiseks ning toodete valmistamiseks. Vesi toodetakse koha peal. Autor kirjeldab lõputöö teises osas põhilisi süsteemi osasid, milleks on aktiivsöefilter, veepehmendi, NaOH dosaatorpump ja pöördosmoosseade. Süsteemi tööd juhib automaatika. Välja on toodud seadmete tehnilised andmed ja töö kontrollimise juhendid. Näiteks seadme korrektne sisse- ja väljalülitumine ning filtrite korrektne regenereerimine. Tehnilisi andmeid kasutab autor töö kolmandas osas arvutustes.

Töö kolmandas osas kirjeldab autor puhastatud vee proovide võtmist, sagedust ja analüüside metoodikat ettevõttes. Veepehmendist väljuva vee karedust ja pöördosmoosseadmest väljuva vee elektrijuhtivust kontrollis autor ise iga tööpäev. Labor kontrollis puhastatud vee nitraatide, raskemetallide ja taandavate ainete sisaldust ning vee välimust.

Kolmandas osas on süsteemi rekvalifitseerimine ja selle tulemused. Rekvalifitseerimiseks on autor kokku pannud muudatuste loetelu eelmisest rekvalifitseerimisest, paika pannud vastuvõtukriteeriumid, seadmete ja mõõtevahendite nimistu. Autor teostas riskianalüüsi ja arvutused.

Rekvalifitseerimine peetakse läbituks, kui valmistatud puhastatud vesi vastab ettevõtte nõuetele, seadmete automaatilised funktsioonid lülituvad korrektselt, veepehmendist väljuva vee karedus on alla 0,5 °GH, seadmed töötavad vastavalt teises osas välja toodud juhenditele ning vee pH on vahemikus 8,3-11.

Autori poolt teostatud arvutused kinnitasid, et pöördosmoosseadmesse siseneva vee surve 3-6 bari on piisav soolade eraldamiseks. Siseneva vee lahustunud tahkete

ainete kontsentratsioon ei ole nii kõrge, et membraanidele ohtu tekitada. Selgus, et pöördosmoosseadme kasutegur on aastate jooksul natuke langenud. Aktiivsöefiltri kontaktaeg ja veepehmendi regenereerimiste sagedus on piisavad ning seadmed korrektselt paigaldatud ja disainitud.

Puhastatud veest võetud analüüsid vastasid aasta lõikes normidele ja kõrvalekaldeid ei olnud. Aktiivsöefilter ei teostanud kolmel korral regenereerimist õigeaegselt. RO seadmesse siseneva vee pH oli piiridest väljas mitmel korral. RO seadme näidud olid stabiilsed. Süsteem alustas ja lõpetas tööd korrapäraselt. Manuaalne sisse- ja välja lülitamine töötas korrektselt.

Riskianalüüsi põhjal ei olnud kõrvalekalded kriitilised ja autor peab süsteemi rekvalifitseerimise edukalt läbituks. Süsteemi automaatikale tuleb teostada kontroll ja regenereerimise parameetrid üle vaadata. Autor soovib doseerimispumbale lisada automaatiline kontroll (näiteks PLC), et vältida pH kõikumisi ja RO seadmele stressi avaldamist.

SUMMARY

The following diploma thesis „Requalification of the purified water production system at Tallinna Farmaatsiatehase AS“ is written by Tom Maksimov. The topic was proposed by the company as requalification was necessary. The author chose the topic due to the old age of the system. It was set up in 2004.

Purified water is freed from salts, bacteria and viruses. It is sterile and does not cause scale. Purified water is mainly used in electronics and pharmaceutical companies and the demand is rising. It is mainly produced from drinking water. Environmental awareness is rising in the world and cost-effective and economical technologies are becoming more important. Equipment and systems have to work correctly for that.

Requirements for purified water are established by different standards. These standards are given out for example by the European Medicines Agency and the World Health Organization. Both of them direct to the European pharmacopoeia, which gives limitations of impurities and methods for analyses.

Purified water production systems have different demands according to standards. Beginning with pretreatment and ending with storing of the water. Author has brought out different standards and requirements in the thesis. The most popular way to produce purified water is reverse osmosis which is used in Tallinna Farmaatsiatehase AS. Reverse osmosis purifies water by pushing it through a membrane with pressure. Impurities can not pass through.

Goal of this diploma thesis was to requalify the purified water production system at TFT AS. For that the author observed the work of the equipment and tests were ran for purified water by the laboratory at TFT AS. Purified water parameters were taken from European pharmacopoeias. The company produces purified water on site and uses it in their products and for cleaning. The products are medicinal creams and shampoos, which are by composition about 50% purified water.

In the second part of the thesis, the author introduces different units in the system and their requirements. The main units are prefilter, activated carbon filter, water softener, NaOH dosator and reverse osmosis unit. The system is controlled by automation. During requalification the author observes their performance and automatic functions such as starting, turning off and beginning regeneration.

The requalification took place from 01.03.2021 until 01.03.2022. It is considered accepted if the purified water is within requirements and equipment works correctly. The author checks for correct design of equipment with calculations which can be seen in the third part. The author measured hardness of water exiting the softener and

conductivity of purified water every workday. The laboratory tested purified water for nitrates, heavy metals and reducing agents once a month.

For requalification the author put together a list of changes since the last requalification, acceptance criteria and a list for equipment and measuring instruments. The author made a risk analysis and calculations. For a successful requalification purified water has to fit requirements, automatic functions of the system have to work correctly, water from the softener has to have a hardness of less than 0,5 °GH, units have to work according to requirements and water pH has to be between 8,3-11.

Calculations made by the author confirm that pressure of 3-6 bar for inlet water to the reverse osmosis unit is enough for removing salts. Total dissolved solids of inlet water are not high enough to damage the membranes. Efficiency of the reverse osmosis unit has decreased from 69% to 62,5%. Activated carbon filter contact time is enough to remove impurities and water softener regeneration frequency is enough.

Analyses of purified water over the period of requalification fit the requirements. No deviations were detected. Activated carbon filter did not perform regeneration on three occasions. Water pH was out of scope on several occasions. The reverse osmosis unit readings were stable. System as a whole started and ended working correctly. Manual operation worked correctly.

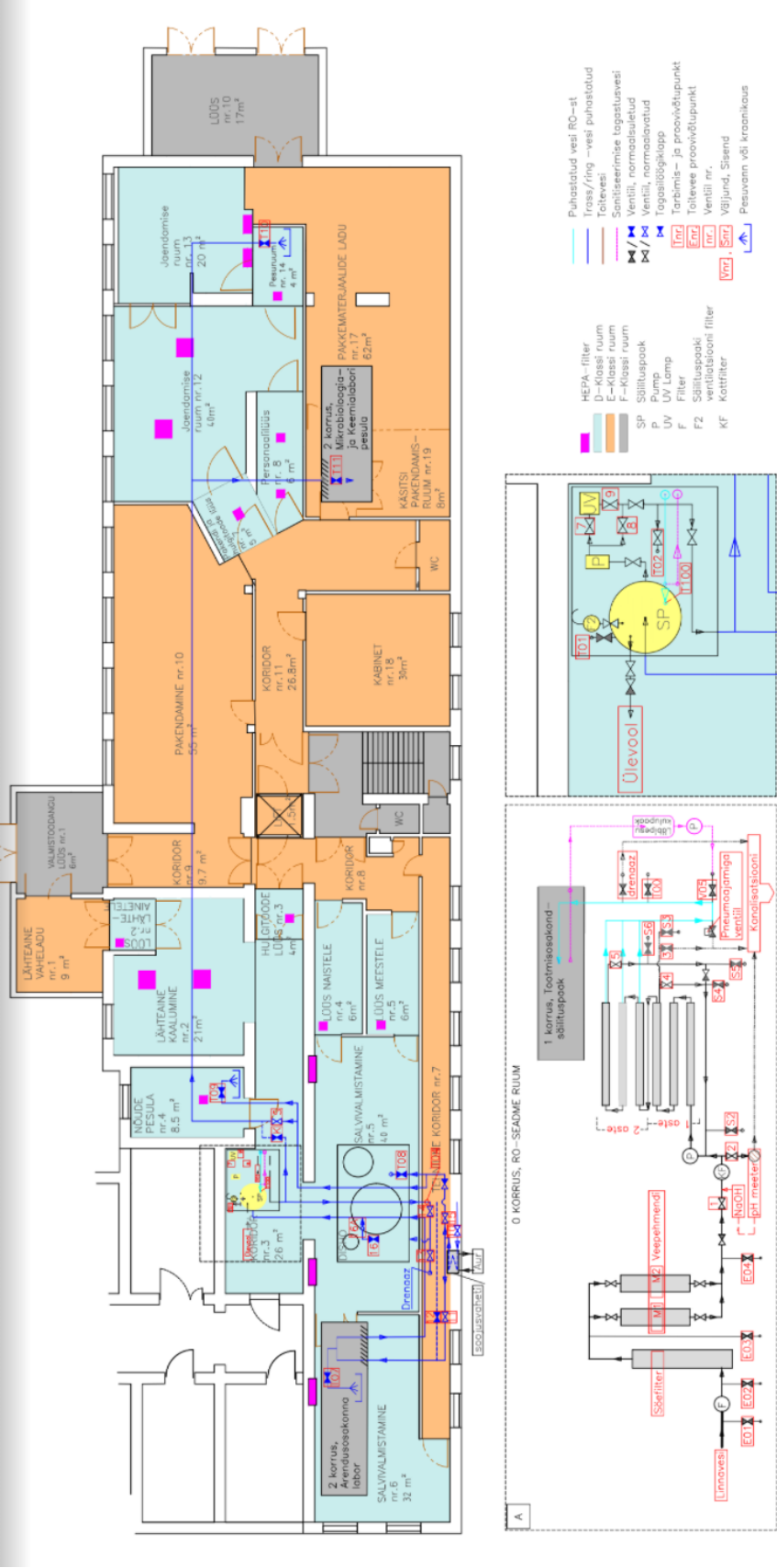
According to the risk analysis, deviations were not critical and author concludes the requalification to be passed successfully. System automation needs to be checked to avoid further filter regeneration problems. The author suggests to add an automatic controller to the NaOH dosator to avoid fluctuations in water pH and stress on the reverse osmosis unit.

KASUTATUD KIRJANDUS

1. H. Lee, Y. Jin, ja S. Hong. Recent transitions in ultrapure water (UPW) technology: Rising role of reverse osmosis (RO). ScienceDirect, 2016.
2. Euroopa Parlamendi ja nõukogu direktiiv (EL) 2020/2184. Euroopa Liidu teataja, 2020.
3. Sotsiaalminister. Joogivee kvaliteedi- ja kontrollinõuded ning analüüsimeetodid. Tallinn, 2019.
4. AS Tallinna Vesi Laborid. Analüüsiprotokoll VL-22-092. Tallinn, 2022.
5. Tallinna Vesi AS. Joogivee kvaliteet 2021. aastal. Tallinn, 2022.
6. Annex 2, WHO good manufacturing practices: water for pharmaceutical use. World Health Organization, 2012.
7. Guideline on the quality of water for pharmaceutical use. European Medicines Agency, 2020.
8. European Pharmacopoeia 10. European Directorate for the Quality of Medicines and HealthCare of the Council of Europe, 2020.
9. Veepuhastusprotsess, Tallinna Vesi. [ONLINE] <https://tallinnavesi.ee/ettevote/tegevused/veepuhastus/veepuhastusprotsess/> (11.04.2022).
10. EUROTEC Reverse Osmosis series 02-6/8/10/12/16/20/24 Installation and operating instructions. Eurowater, 2002.
11. N. Voutchkov. Pretreatment for Reverse Osmosis Desalination. Elsevier, 2017.
12. Activated Carbon Filter Type ACM/ACF Installation and operating instructions. Eurowater, 2003.
13. Instructions for Activated carbon filter type ACM/ACF-SE. Silhorko-Eurowater AS, 2021.
14. Recommendations Water treatment and corrosion prevention. Danish District Heating Association, 2015.
15. Automatic softening plants type SM/CSD Installation and operating instructions. Eurowater, 2000.
16. Softening plant type SM, 2 tanks. [Andmeleht] Silhorko-Eurowater AS, 2022.
17. Instructions for Softening units Type SM. Silhorko-Eurowater AS, 2021.

18. FILMTEC XLE-4040 Membrane Element. [ONLINE]
<https://www.lenntech.com/replacement/filmtec-xle-4040.htm> (14.04.2022).
19. European Pharmacopoeia 9. European Directorate for the Quality of Medicines and HealthCare of the Council of Europe, 2016.
20. Puhastatud vee valmistamise ja säilitamise süsteemi kvalifitseerimine. Tallinna Farmaatsiatehase AS, 2022.
21. Zahid Amjad. Reverse Osmosis. Membrane technology, water chemistry, and industrial applications. Springer, 1993.
22. A. F. Rusydi. Correlation between conductivity and total dissolved solid in various type of water: A review. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2018.
23. Mike-o-Pedia - Activated Carbon EBCT. [ONLINE]
https://www.urbansaqua.com/wp-content/uploads/2018/04/Mike-o-Pedia_Carbon_EBCT.pdf (22.04.2022).

Lisa 1 Tallinna Farmaatsiatehase AS veesüsteemi skeem



PROJEKTI KOOSSEIS

LEHT	NIMETUS	KOGUS
1	ÜLDINFORMATSIOON	1
2	PÕHIMÕTTELINE SKHEEM	1
3	SEADMETE SPETSIFIKATSIOON	1

TINGIMÄRGID

 - VENTIL - PÕRRIKLAAP
  - TAGASILÖÖGIVENTIL
  - REGULEERVENTIL
  - AJAMIGA REGULEERVENTIL
  - IMPLISIVEREMOOTOJA
  - MANOMEETER 2-KÄIGULISE KRAANIGA
  - MEHAANILINE FILTER

 - ÄÄRMISVENTIL
  - VENTIL KEERMESÜHENDUSEGA
  - SOLENOIDVENTIL
  - PUMP
  - TORU DIAMEETRI MUUTUMINE
  - MEHAANILINE FILTER

 - RÕHUANDUR
  - KONDENSAADIPUMP
  - KONDENSAADIERALDITI

 DN 50  1/2"	 - ÄÄRMISVENTIL  - VENTIL KEERMESÜHENDUSEGA  - SOLENOIDVENTIL  - PUMP  - TORU DIAMEETRI MUUTUMINE  - MEHAANILINE FILTER
---	--

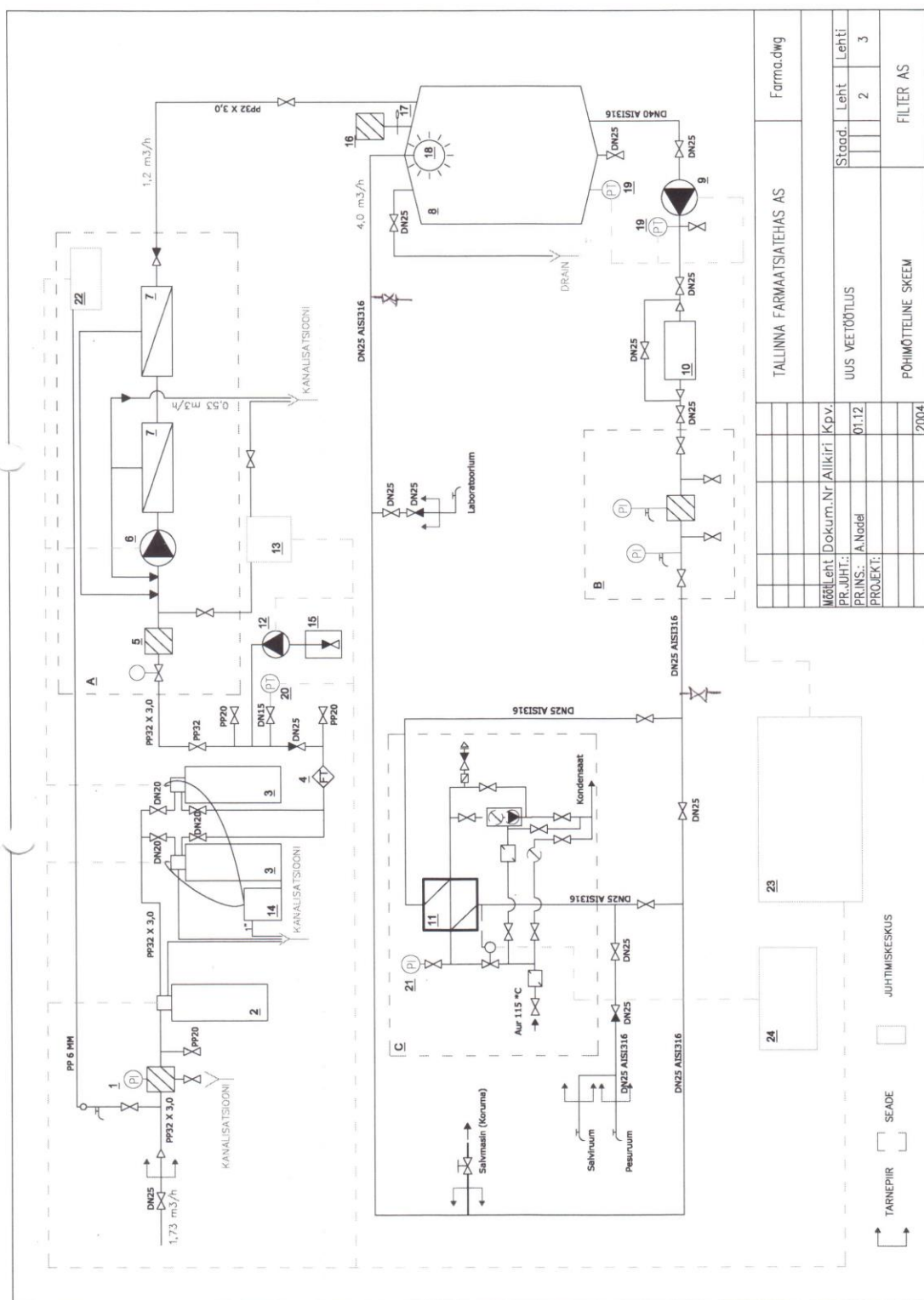
 PT	 - RÕHUANDUR  - KONDENSAADIPUMP  - KONDENSAADIERALDITI
--	---

 Mõõtleht  PR. JUHT.  PROJ. INS.  PROJ. EKT.	 Dokum. Nr. Allkiri  01.12  A. Nodel  2004
---	---

 TALLINNA FARMAATSIAEHAS AS	 Farma.dwg
--	---

 UUS VEETÖÖTLUS	 1
--	---

 ULDAANDMED	 FILTER AS
--	---



Lisa 3 Juhtivusmõõtja WTW LF340 kalibreerimistunnistus

1

Tallinna Farmaatsiatehase AS
Mõõtevahendite kalibreerimine
/Allkirjastatud digitaalselt/

Q2/1/200/04/003/D
Kalibreerimistunnistus/versioon1/

KALIBREERIMISTUNNISTUS Calibration Certificate

Kalibreerimistunnistus №: K / 4-19 /2021
Certificate of calibration nr.

Kalibreerimise kuupäev: 06.07.2021
Date of calibration

Osakond: Tootmisosakond Tootmistsehh I
Department

Mõõtevahend: Juhtivusmõõtja
Measuring instrument
Valmistaja: WTW
Manufactured by

Tüüp: LF 340
Model
Number: 00510015
Serial number

Lehti: 3
Number of pages

Lisad:
Documents attached

Etalon juhtivusmõõtja Mettler-Toledo AG SG7/InLab 740 SG 1228505028/B08703
kalibreerimistunnistuse ATLC-21-0295 koopia kahel lehel

Kalibreeris:	(ametinimetus)	(nimi)	(allkiri)	(kuupäev)
Calibrated by				
Tootmisosakonna juhataja J. Kosk				06.07.2021
06.07.2021				

Mõõtmise eest vastutav isik:	(ametinimetus)	(nimi)	(allkiri)	(kuupäev)
The person responsible for the measurements				

Seadmete hooldusspetsialist A. Burzak
06.07.2021

 06.07.2021

1. Kalibreerimisvahendid:

Calibration equipment

Etalon juhtivusmõõtja Mettler Toledo AG SG7 nr.1228505028, kalibreeritud

14.04.2021 tunnistus ATLC-21/0295

Andmed kalibreerimis sertifikaadist.

Etalonlahuse juhtivus 10,00 $\mu\text{S/cm}$

Juhtivusmõõtja näit 10,56 $\mu\text{S/cm}$

Mõõtehälve -0,56 $\mu\text{S/cm}$

Laiendmääramatus 0,50 $\mu\text{S/cm}$

Juhtivusmõõtja lugemi viga 0,01 $\mu\text{S/cm}$.

2. Kalibreerimisjuhend/-metoodika, -meetod:

Calibration instruction or method

Kalibreerimiseks kasutatakse võrdlus määramist. Samasse lahusesse asetatakse

kalibreeritava ja võrdlus juhtivusmõõtja elektroodid. Fikseeritakse nende näidud.

Mõõtnisi teostatakse viis korda. Leitakse mõõdiste keskmine ja näitude erinevus.

Saadud tulemuste alusel arvutatakse mõõtemääramatus.

Mõõtmised teostatakse 1,0 ... 4,3 $\mu\text{S/cm}$ vees.

3. Tulemused ja määramatus:

Results and uncertainty of measurement

Kalibreeritava juhtivusmõõtja lugemiviga 0,1 $\mu\text{S/cm}$.

Mõõtemääramatus koosneb kahest osast:

A-tüüpi määramatus, mida hinnatakse statistiliste meetodite abil

B- tüüpi määramatus, mida hinnatakse mõnel teisel viisil

Mõlemat tüüpi määramatused esitame standardmääramatuse abil.

Standardmääramatus on standardhälbe kujul väljendatud mõõtmistulemuse määramatus.

Liitmääramatus on mõõtmistulemuse standardmääramatus, mis on saadud paljude komponentide väärtuste põhjal.

Liitmääramatus $u_c = \sqrt{S_{Ax}^2 + S_{Bx}^2}$, kus

S_{Ax} - A – tüüpi standardviga

S_{Bx} - B – tüüpi standardhälve.

See valem annab liitmääramatuse usaldusnivool 68%

A- tüüpi standardviga

Standardviga $S_{\bar{x}} = \frac{S_x}{\sqrt{N}}$, kus S_x - on valimi standardhälve ja N – valimi

maht

Standardhälve $S_x = \sqrt{S_x^2}$, ruutjuur valimi dispersioonist

Dispersioon $S_x^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2$

B- tüüpi standardhälve (ühtlase pideva jaotuse standardhälve)

$S_p = \frac{\Delta}{\sqrt{3}} = 0,58 \cdot \Delta$, kus Δ - hälve,

Siia kuuluvad ka lugemivead.

Laiendmääramatus

$$U = k \cdot u_c, \text{ kus}$$

u_c - liitmääramatus

k - kattetegur, mille väärtused on

$k = 1$ usaldusnivool 68 %

$k = 2$ usaldusnivool 95 %

$k = 3$ usaldusnivool 99 %.

Mõõtmise tulemused ja arvutused

Järk. nr	Etalon juhtivus mõõtja näit $\mu\text{S/cm}$	Kalib- reeritava juhtivus mõõtja näit $\mu\text{S/cm}$	Hälve $\mu\text{S/cm}$	Hälvete keskmine $\mu\text{S/cm}$
1	1,68	1,7	0,02	0,028
2	1,56	1,6	0,04	
3	1,68	1,7	0,02	
4	1,66	1,7	0,04	
5	1,78	1,8	0,02	

$$\text{Dispersioon } s_x^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2 = \frac{1}{5-1} ((0,02-0,028)^2 + (0,04-0,028)^2 + (0,02-0,028)^2 + (0,04-0,028)^2 + (0,02-0,028)^2) = (0,019216 + 0,039216 + 0,019216 + 0,039216 + 0,019216)/4 = 0,03402 \mu\text{S/cm}$$

$$\text{Standardhälve } s_x = \sqrt{s_x^2} = 0,18445 \mu\text{S/cm}.$$

$$\text{Standardviga } s_{\bar{x}} = \frac{s_x}{\sqrt{N}} = 0,18445/2,236 = 0,0825 \mu\text{S/cm, see on A-tüüpi määramatus.}$$

B-tüüpi määramatused :

- Etalon juhtivusmõõtja lugemiviga 0,01 $\mu\text{S/cm}$, see mõjutab tulemusi pidevalt kogu skaala ulatuses – ühtlane pidev jaotus.

$$\text{Standardhälve } s_p = \frac{\Delta}{\sqrt{3}} = 0,58 \cdot \Delta = 0,58 \cdot 0,01 = 0,0058 \text{ S/cm}.$$

- Kalibreeritava juhtivusmõõtja lugemiviga 0,1 $\mu\text{S/cm}$, see mõjutab tulemusi pidevalt kogu skaala ulatuses – ühtlane pidev jaotus.

- Standardhälve $s_p = \frac{\Delta}{\sqrt{3}} = 0,58 \cdot \Delta = 0,58 \cdot 0,1 = 0,058 \text{ S/cm}$

- Etalon juhtivus mõõtja tulemuse määramatus $0,50 \mu\text{S/cm}$ see mõjutab tulemusi pidevalt kogu piirkonna ulatuses – ühtlane pidev jaotus.

$$\text{Standardhälve } s_p = \frac{\Delta}{\sqrt{3}} = 0,58 \cdot \Delta = 0,58 \cdot 0,50 = 0,29 \mu\text{S/cm}.$$

Kõik määramatuse komponendid on ühes mõõtühikus ($\mu\text{S/cm}$) seega liit määramatus on nende ruutjuur nende komponentide ruutude summast.

$$\text{Liitmääramatus } u_c = \sqrt{s_{Ax}^2 + s_{B1}^2 + s_{B2}^2} = 0,2958 \mu\text{S/cm}$$

$$\text{Laiendmääramatus } U = k \cdot u_c = 2 \cdot 0,2958 = 0,59 \mu\text{S/cm}.$$

4. Keskkonnatingimused

Ruumi temperatuur 22°C .

5. Kokkuvõtte

Summary

Kalibreerimise tulemusena võib väita, et juhtivusmõõtja WTW LF 340 on töökorras ja mõõdab juhtivusi piirkonnas $1,0 \dots 4,5$ laiendmääramatusega $0,59 \mu\text{S/cm}$.