«СОГЛАСОВАНО»	«УТВЕРЖДАЮ»
Директор НИИ ЭЧ и ГОС им. А.Н. Сысина РАМН, академик РАМН	Управляющий ООО «Адекватные технологии»
_____ **Ю.А. Рахманин**	_____ **М.А. Субботин**
«____» _____ 2010 г.	« 07 » июля 2010 г.

ИНСТРУКЦИЯ № ДК-02/10

по применению дезинфицирующего средства «ДЕЗАВИД концентрат»
(ООО «Адекватные технологии», Россия)
для очистки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, сточных вод, оборотных вод в системах охлаждения оборудования, воды в системах технического водоснабжения предприятий, в открытых и закрытых системах горячего водоснабжения,
в плавательных бассейнах и аквапарках,
а также для предотвращения биообрастания

2010 г.

ИНСТРУКЦИЯ № ДК-02/10

по применению дезинфицирующего средства «ДЕЗАВИД концентрат» (ООО «Адекватные технологии», Россия) для очистки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, сточных вод, оборотных вод в системах охлаждения оборудования, воды в системах технического водоснабжения предприятий, в открытых и закрытых системах горячего водоснабжения, в плавательных бассейнах и аквапарках, а также для предотвращения биообрастания

Данная инструкция составлена и утверждена взамен инструкции №ДК-01/09 от 20.01.2009 г.

Инструкция разработана в Научно-исследовательском институте экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина РАМН; в ООО «Адекватные технологии».

Авторы: д.м.н., профессор З.И. Жолдакова, д.м.н. О.О. Синицына, к.м.н. Р.А. Мамонов (НИИ ЭЧ и ГОС им. А.Н. Сысина РАМН); Щерба А.С. (ООО «Адекватные технологии»).

Инструкция предназначена для персонала водоочистных сооружений, сотрудников организаций, эксплуатирующих системы питьевого, технического водоснабжения, оборотные системы охлаждения оборудования, открытые и закрытые системы горячего водоснабжения, плавательные бассейны, аквапарки, а также для работников органов и учреждений , осуществляющих государственный санитарно-эпидемиологический надзор за безопасностью воды при использовании для указанных целей.

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. Средство «ДЕЗАВИД концентрат» представляет собой прозрачную жидкость от бесцветного до желтого цвета. Допускается выпадение незначительного осадка в процессе хранения. Содержит в своем составе в качестве действующих веществ полигексаметиленгуанидин гидрохлорид (ПГМГ-ГХ) 42,2 мас. % и алкилдиметилбензиламмоний хлорид 7,8 мас. %, а также воду.. pH 1 % водного раствора средства (7,5±1,0).содержание гексаметиленимина в средстве – не более 0,7г/кг

Срок годности средства в невскрытой упаковке производителя составляет 3 года. Срок годности рабочего раствора после приготовления при условии его хранения в соответствии с требованиями – 3 года.

Средство сохраняет свои свойства при замораживании и размораживании.

1.2. Средство «ДЕЗАВИД концентрат» обладает антимикробной активностью в отношении санитарно-показательных и условно-патогенных микроорганизмов (общие и термотолерантные колиформные бактерии, Escherichia coli, Staphylococcus aureus, Clostridium perfringens, Pseudomonas aeruginosa, Salmonella enteritidis, Salmonella infantis), вирусов (коли-фаги), а также альгицидной активностью и флокулирующей способностью.

1.3. Средство и его рабочие растворы не портят обрабатываемые объекты, не обесцвечивают ткани, не фиксируют органические загрязнения, не вызывают коррозии металлов, не горючи, пожаро- и взрывобезопасны.

1.4. Средство несовместимо с мылами и анионными поверхностно-активными веществами, окислителями.

1.5. Средство «ДЕЗАВИД концентрат» по параметрам острой токсичности по ГОСТ 12.1.007-76 относится к 4 классу мало опасных веществ при введении в желудок, к 4 классу мало опасных веществ при нанесении на кожу и при ингаляционном воздействии в виде паров. При парентеральном введении относится к 4 классу мало токсичных веществ, не

оказывает местно-раздражающего действия в виде концентрата при однократном воздействии на кожу, не обладает кожно-резорбтивным и сенсибилизирующим действием. Концентрат оказывает слабое раздражающее действие на слизистые оболочки глаз. Рабочие концентрации при однократных аппликациях не оказывают местно-раздражающего действия на кожу.

1.6. Для средства «ДЕЗАВИД концентрат» и его действующих веществ установлены следующие гигиенические нормативы:

ПДК средства в воде водных объектов – 0,03 мг/л по ПГМГ-ГХ, 2 класс опасности, общесанитарный показатель вредности;

ПДК алкилдиметилбензиламмоний хлорида в воде водных объектов – 0,3 мг/л, органолептический показатель вредности 3 класс опасности.

Допустимая остаточная концентрация средства в питьевой воде – 0,1 мг/л по ПГМГ-ГХ, 2 класс опасности, санитарно-токсикологический показатель вредности;

Допустимая остаточная концентрация средства в воде плавательных бассейнов и аквапарков – 0,45 мг/л по ПГМГ-ГХ, органолептический (пенообразование) показатель вредности;

Допустимая остаточная концентрация средства в воде открытых систем горячего водоснабжения – 0,1 мг/л по ПГМГ-ГХ, 2 класс опасности, санитарно-токсикологический показатель вредности;

ПДК алкилдиметилбензиламмоний хлорида в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м^3 (аэрозоль), 2 класс опасности, требуется защита кожи и глаз;

ОБУВ ПГМГ-ГХ в атмосферном воздухе населенных мест – 0,03 мг/м^3.

2. НАЗНАЧЕНИЕ

2.1. Дезинфицирующее средство «ДЕЗАВИД концентрат» предназначено:

– для очистки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения;

– для обеззараживания сточных вод;

– для обеззараживания воды в системах технического водоснабжения предприятий;

– для обеззараживания оборотной воды в системах охлаждения оборудования;

– для обеззараживания воды в открытых и закрытых системах горячего водоснабжения;

– для обеззараживания воды в плавательных бассейнах и аквапарках;

– для предотвращения биообрастания.

3. СПОСОБ ПРИМЕНЕНИЯ

3.1. Дезинфицирующее средство «ДЕЗАВИД концентрат» применяют в виде 6,4 % или 12,8 % (для водоканалов с большим объёмом очищаемой воды) водного раствора, который готовят на месте применения в емкости из любого материала путем смешивания средства с водопроводной водой, отвечающей требованиям СанПиН 2.1.4.1074-01.

3.2. При приготовлении рабочего раствора следует руководствоваться расчетами, приведенными в таблице 1.

Таблица 1. Приготовление рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат»

Концентрация рабочего раствора, %	Количество средства «ДЕЗАВИД концентрат» и воды необходимые для приготовления рабочего раствора объемом:					
	1 л		500 л		1000 л	
	Средство, кг	Вода, л	Средство, кг	Вода, л	Средство, кг	Вода, л
6,4	0,064	до 1	32	до 500	64	до 1000
12,8	0,128	до 1	64	до 500	128	до 1000

3.3. Способ введения рабочего раствора дезинфицирующего средства в воду зависит от дозирующих устройств. При дозировании рабочего раствора следует руководствоваться расчетами, приведенными в таблице 2.

Таблица 2. Дозирование рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» в воду.

Концентрация в воде, мг/л			Количество рабочего раствора, вносимое в воду, мкл/л или мл/м^3 воды	
По 6,4 % рабочему раствору	По 12,8 % рабочему раствору	По ПГМГ-ГХ	По 6,4 % рабочему раствору	По 12,8 % рабочему раствору
2	1	0,04	2	1
3	1,5	0,08	3	1,5
4	2	0,11	4	2
6	3	0,16	6	3
8	4	0,22	8	4
10	5	0,27	10	5
12	6	0,32	12	6
15	7,5	0,40	15	7,5

3.4. Очистка и обеззараживание воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения

3.4.1. Средство «ДЕЗАВИД концентрат» относится к реагентам двойного действия, являясь с одной стороны дезинфектантом, а с другой – катионным флокулянтом, и применяется на водоочистных сооружениях в процессе очистки и обеззараживания питьевой воды при использовании одноступенчатых и двухступенчатых схем.

3.4.2. Введение рабочего раствора препарата осуществляется в два этапа, в суммарной дозе от 0,04 мг/л до 0,4 мг/л (по ПГМГ– ГХ) На первом этапе дозирование производится в смеситель, куда вода поступает по водоводам, через 1,7–2 мин после введения коагулянта, в точке ввода флокулянта. Для определения необходимой первичной дозы следует провести в лабораторных условиях пробное коагулирование, с применением различных доз используемого коагулянта и рабочего раствора препарата «ДЕЗАВИД концентрат».

Вторичное дозирование рабочего раствора препарата «ДЕЗАВИД концентрат» осуществляется в трубопровод общего фильтрата перед резервуаром чистой воды (РЧВ).

3.4.3. Общая доза средства «ДЕЗАВИД концентрат» зависит от уровня микробного загрязнения и физико-химических показателей воды, поступающей на очистку и обеззаражива-

ние, должна находиться в пределах от 0,04 мг/л до 0,4 мг/л (по ПГМГ– ГХ) и определяться в лабораторных условиях. Вводимая доза рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат», точки введения и время контакта должны обеспечить качество воды в соответствии с требованиями СанПиН 2.1.4.1074-01.

3.4.4. Для обеспечения пролонгированного действия остаточная концентрация средства в воде, подаваемой в централизованные системы хозяйственно-питьевого водоснабжения, должна быть на уровне 0,08 – 0,1 мг/л (по ПГМГ-ГХ). Ввиду высокой стабильности препарата и его определенных физико-химических свойств, а также точного дозирования контроль за остаточными концентрациями следует производить не менее 1 раза в сутки.

3.4.5. Производственный контроль и государственный надзор за остаточной концентрацией средства «ДЕЗАВИД концентрат» в очищенной и обеззараженной воде осуществляется фотоколориметрическим методом (п.6.8 настоящей Инструкции). При проведении расширенных исследований качества воды, при возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям в качестве арбитражного метода для определения ПГМГ-ГХ может быть применен метод ВЭЖХ с флюориметрическим и масс-спектрометрическим детектированием (6.7 настоящей Инструкции).

3.5. Обеззараживание сточных вод

3.5.1. ***Обеззараживание сточных вод*** осуществляют в соответствии с технологиями применяемыми на водоочистных сооружениях, на заключительном этапе их очистки, поскольку эффект существенно зависит от качества поступающего на обеззараживание стока. Основное значение имеет вид и уровень микробного загрязнения, условия внесения дезинфектанта, степень смешивания и время контакта.

3.5.2. Введение рабочего раствора осуществляют после вторичных отстойников перед контактными резервуарами. Максимальные значения физико-химических показателей сточных вод, при которых не снижается эффективность обеззараживания, представлены в таблице 3.

Таблица 3. Максимальные значения физико-химических показателей сточных вод, при которых не снижается эффективность обеззараживания

1	Взвешенные вещества мг/л	10-15
2	Цветность, гр.	80
3	pH	6,5—9,5
4	ХПК, мгO_2/л	50
5	БПК$_5$, мгO_2/л	10

3.5.3. Оптимальную рабочую дозу средства «ДЕЗАВИД концентрат» в зависимости от уровня микробного и химического загрязнения сточных вод определяют экспериментальным путем. Вводимая доза рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» и время контакта должны обеспечить соответствие качества сточных вод по микробиологическим показателям требованиям таблицы 4.

Таблица 4. Критерии эффективности обеззараживания сточных вод в зависимости от условий их отведения и использования (по СанПиН 2.1.5.980-00, МУ 2.1.5.800-99, МУ 2.1.5.1183-03)

Показатели	Допустимые остаточные уровни				
	Сточные воды				Шахтные воды, используемые для технологических и хозяйственно-бытовых целей
	отводимые в водные объекты	используемые для орошения	используемые в техническом водоснабжении		
			Системы		
			Закрытые	Открытые	
Общие колиформные бактерии (КОЕ/100 мл), не более	500	1000	500	20	10
Колифаги (БОЕ/100 мл), не более	100	–	100	10	–
Термотолерантные колиформные бактерии (КОЕ/100 мл), не более	100	–	100	10	–
Фекальные стрептококки (КОЕ/100 мл), не более	10	–	–	–	–
Патогенные микроорганизмы	отс.	отс.	отс.	отс.	отс.

3.5.4. Рекомендуемая ориентировочная доза рабочего раствора – 0,22 мг/л (по ПГМГ-ГХ). Время контакта не менее 30 минут.

3.5.5. Контроль за микробиологическими показателями сточных вод осуществляют перед их сбросом в водные объекты или поступлением на вторичное использование (для орошения, технического водоснабжения).

3.5.6. Производственный контроль и государственный надзор за остаточной концентрацией средства в очищенной и обеззараженной сточной воде осуществляют фотоколориметрическим методом (п.6.8 настоящей Инструкции). При проведении расширенных исследований качества воды, при возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям в качестве арбитражного метода для определения ПГМГ-ГХ может быть применен метод ВЭЖХ с флюориметрическим и масс-спектрометрическим детектированием (6.7 настоящей Инструкции).

3.5.7. Контроль за остаточной концентрацией препарата «ДЕЗАВИД концентрат» в очищенной и обеззараженной сточной воде следует осуществлять не менее 1 раза в сутки.

3.6. Обеззараживание природной воды в системах технического водоснабжения

3.6.1. Для обеззараживания природной воды, используемой ***в системах технического водоснабжения***, рекомендуемая ориентировочная доза рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» составляет 0,22 – 0,27 мг/л (по ПГМГ-ГХ), при времени контакта не менее 30 мин. Остаточная концентрация средства после обеззараживания в закрытых системах технического водоснабжения должна быть не менее, а в открытых системах – не более 0,1 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

Качество воды в открытых и закрытых системах технического водоснабжения должно соответствовать требованиям МУ 2.1.5.1183-03 (таблица 4).

3.7. Обеззараживание оборотной воды в системах охлаждения оборудования

3.7.1. Дозирование рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» следует производить в приемную камеру охлажденной воды (допускается рассредоточенный ввод в нескольких точках системы) из расчёта:

1) вносится единовременная (шоковая) доза рабочего раствора 0,27 мг/л (по ПГМГ-ГХ) на общий объём воды в системе.

2) 0,27 мг/л (по ПГМГ-ГХ) – на объём подпиточной воды.

3) 1 раз в сутки добавляется рабочий раствор в дозе 0,054 мг/л (по ПГМГ-ГХ) на общий объем воды в системе.

3.7.2. В зависимости от качества подпиточной воды и характеристик самой системы количества вводимого реагента могут меняться, но при этом остаточное количество препарата в воде должно быть не менее 0,11 мг/л (по ПГМГ-ГХ), что обеспечит эпидемическую безопасность воды и предотвратит биообрастание.

3.7.3. Контроль за эффективностью обеззараживания воды должен осуществляться в соответствии с МУ 2.1.5.1183-03.

3.8. Обеззараживании воды в системах горячего водоснабжения

3.8.1. При ***обеззараживании воды в системах горячего водоснабжения*** дозирование раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» осуществляется непосредственно в систему, после нагревателей (бойлеров) из расчёта 0,11 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.8.2. Обеззараживание воды в открытых системах горячего водоснабжения с использованием дезинфицирующего средства «ДЕЗАВИД концентрат» необходимо проводить с учетом требований СанПиН 2.1.4.2496-09 и СанПиН 2.1.4.1074-01 по микробиологическим показателям: ТКБ – отсутствие в 100 мл, ОКБ – отсутствие в 100 мл, ОМЧ – не более 50 КОЕ/мл, колифаги – отсутствие в 100 мл, споры сульфитредуцирующих клостридий – отсутствие в 20 мл, цисты лямблий – отсутствие в 50 л.

3.8.3. Допустимая остаточная концентрация средства в воде открытых системах горячего водоснабжения, подаваемой населению, – не более 0,1 мг/л по ПГМГ-ГХ.

3.8.4 Производственный контроль и государственный надзор за остаточной концентрацией средства «ДЕЗАВИД концентрат» в очищенной и обеззараженной воде осуществляют фотоколориметрическим методом (п.6.8 настоящей Инструкции). При проведении расширенных исследований качества воды, при возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям в качестве арбитражного метода для определения ПГМГ-ГХ может быть применен метод ВЭЖХ с флюориметрическим и масс-спектрометрическим детектированием (6.7 настоящей Инструкции).

3.9. Обеззараживание воды в плавательных бассейнах и аквапарках

3.9.1 При ***обеззараживании воды в плавательных бассейнах и аквапарках*** необходимо учитывать особенности, связанные с эксплуатацией этих объектов. Эффективность обеззараживания напрямую зависит от качества работы системы фильтрации и циркуляции, а также от качества проведения мероприятий по водоподготовке. Очистку и обеззараживание воды осуществляют в соответствии со следующим алгоритмом.

3.9.2. Заполнить бассейн водой, соответствующей требованиям СанПиН 2.1.41074-01.

3.9.3. Включить систему водоочистки на 24 часа для удаления возможного механического загрязнения воды.

3.9.4. Произвести замер уровня pH воды, он должен быть в пределах 7,2–7,6. При необходимости провести коррекцию разрешёнными для применения в плавательных бассейнах реагентами.

3.9.4. Произвести замер связанного и свободного хлора, в случае его наличия провести его нейтрализацию химическим путём.

3.9.5. Рассчитать объём бассейна (длина × ширина × глубина), для более точного определения количества вводимого препарата.

3.9.6. Введение рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» (таблица 1) осуществляется непосредственно в ванну бассейна или через дозатор системы водоочистки.

3.9.7. Начальная доза рабочего раствора средства составляет не менее 0,22 мг/л (по ПГМГ-ГХ), но не более 0,4 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.9.8. Включить систему рециркуляции на 24–48 часов для полного перемешивания раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» с водой.

3.9.9. В процессе эксплуатации бассейна концентрацию препарата необходимо поддерживать на уровне 0,1 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.9.10. Использование средства «ДЕЗАВИД концентрат» для обеззараживания воды в плавательных бассейнах и аквапарках должно обеспечивать соответствие качества воды требованиям СанПиН 2.1.2.1188-03 и СанПиН 2.1.2.1331-03 по микробиологическим показателям: ОМЧ – не более 100 КОЕ/мл, ОКБ – не более 1 КОЕ/100 мл, ТКБ – отсутствие в 100 мл, колифаги – отсутствие в 100 мл, золотистый стафилококк – отсутствие в 100 мл, синегнойная палочка – отсутствие в 100 мл, возбудители кишечных инфекций – отсутствие в 1 л, легионелла – отсутствие в 100 мл.

3.9.11. Периодичность внесения рабочего раствора средства «ДЕЗАВИД концентрат» в воду бассейна или аквапарка должна определяться по результатам полуколичественного анализа с использованием микролаборатории «АГФ-полисепт» (п.6.6 настоящей Инструкции).

3.9.12. Доза препарата в воде сохраняется в течение 7–14 суток. Контроль за содержанием препарата в воде бассейна производится 1-2 раза в неделю фотометрическим методом. При необходимости следует добавить недостающее количество средства.

3.9.13. При осуществлении государственного надзора, при возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям должно осуществляться определение концентрации действующего вещества (ПГМГ-ГХ) арбитражным методом (п. 6.7 настоящей Инструкции).

3.10. После сброса в водный объект всех видов вод (сточных вод, воды из систем промышленного водоснабжения и охлаждения, из систем горячего водоснабжения, из плавательных бассейнов и аквапарков), обеззараженных с использованием средства «ДЕЗАВИД концентрат, концентрация ПГМГ-ГХ в этом объекте не должна превышать 0,03 мг/л по ПГМГ и ПДК алкилдиметилбензиламмоний хлорида – 0,3 мг/л

.

4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ

4.1. К работе со средством «ДЕЗАВИД концентрат» допускаются лица не моложе 18 лет.

4.2. При работе со средством необходимо избегать прямого попадания на кожу и в глаза.

4.3. При проведении работ со средством следует строго соблюдать правила личной гигиены, после работы вымыть лицо и руки с мылом.

4.4. Средство и его рабочие растворы негорючи, пожаро- и взрывобезопасны.

4.5. Средство несовместимо с мылами и анионными поверхностно-активными веществами, окислителями.

4.6. При случайной утечке или разливе средства следует использовать индивидуальную защитную одежду, сапоги и резиновые перчатки. При уборке пролившегося средства следует разбавить его большим количеством воды или адсорбировать удерживающим жидкость веществом (песок, силикагель, опилки).

5. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПРИ ОТРАВЛЕНИИ

5.1. Вероятность острого отравления средством «ДЕЗАВИД концентрат» ничтожно мала.

5.2. При попадании средства на кожу его необходимо смыть водой.

5.3. При попадании средства в глаза следует промыть их под струей воды в течение 10–15 мин, при появлении гиперемии закапать 30 % раствор сульфацила натрия. При необходимости обратиться к врачу.

5.4. Ингаляционное отравление (пары) маловероятно вследствие низкой летучести средства.

6. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

6.1. Средство «ДЕЗАВИД концентрат» характеризуют по следующим показателям качества: внешний вид, цвет, pH 1 % водного раствора, массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида и полигексаметиленгуанидина (таблица 5).

Таблица 5. Показатели качества дезинфицирующего средства «ДЕЗАВИД концентрат»

Показатели	Норма
Внешний вид	Прозрачная жидкость от бесцветного до желтого цвета, допустимо наличие небольшого осадка при хранении
Показатель концентрации водородных ионов 1 % водного раствора средства (pH)	7,5±1,0
Массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида, %	7,8±0,78
Массовая доля полигексаметиленгуанидина гидрохлорида, %	42,2±4,22

Методы анализа предоставлены фирмой-производителем.

6.2. ***Определение внешнего вида средства***. Внешний вид средства «ДЕЗАВИД концентрат» определяют визуально. Для этого в пробирку из бесцветного прозрачного стекла с внутренним диаметром 30-32 мм наливают средство до половины и просматривают в отраженном или проходящем свете.

6.3. ***Определение показателя концентрации водородных ионов (pH)***. pH средства определяют в соответствии с ГОСТ 22567.5-93 «Средства моющие синтетические и вещества поверхностно-активные. Методы определения концентрации водородных ионов».

6.4. ***Определение массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида в средстве.***

6.4.1. Оборудование и реактивы.

Весы лабораторные общего назначения 2 класса по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1 -1 -2-25-0,1 по ГОСТ 29251-91.

Колба Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336-82 со шлифованной пробкой.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Хлороформ по ГОСТ 20015-88.

Додецилсульфат натрия по ТУ 6-09-64-75; 0,004 н. водный раствор.

Натрия сульфат десятиводный, ч.д.а. по ГОСТ 4171-76.

Метиленовый голубой по ТУ 6-09-29-78.

Цетилпиридиний хлорид 1-водный с содержанием основного вещества не менее 99 % производства фирмы «Мерк» (Германия) или реактив аналогичной квалификации по действующей нормативной документации; 0,004 н. водный раствор. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

6.4.2. Приготовление растворов индикатора, цетилпиридиний хлорида и додецилсульфата натрия.

а) Для получения раствора индикатора берут 30 $см^3$ 0,1 % водного раствора метиленового синего, 7,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 110 г натрия сульфата десятиводного и доводят объем дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

б) 0,004 н. раствор цетилпиридиний хлорида готовят растворением навески 0,143 г цетилпиридиний хлорида 1-водного, взятой с точностью до 0,0002 г, в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с доведением объема воды до метки.

в) Раствор додецилсульфата натрия готовят растворением 0,116 г додецилсульфатата натрия в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^2$ с доведением объема воды до метки.

6.4.3. Определение поправочного коэффициента раствора додецилсульфата натрия. Поправочный коэффициент приготовленного раствора додецилсульфата натрия определяют двухфазным титрованием его 0,004 н. раствором цетилпиридиний хлорида. Для этого к 10 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия прибавляют 40 см дистиллированной воды, затем 20 $см^3$ раствора индикатора и 15 $см^3$ хлороформа. Образовавшуюся двухфазную систему титруют раствором цетилпиридиний хлорида при интенсивном встряхивании колбы с закрытой пробкой до обесцвечивания нижнего хлороформного слоя.

Титрование проводят при дневном свете. Цвет двухфазной системы определяют в проходящем свете.

6.4.4. Проведение анализа.

Навеску средства «ДЕЗАВИД концентрат» от 7,0 г до 10,0 г, взятую с точностью до 0,0002 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и объем доводят дистиллированной водой до метки.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 5 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия, прибавляют 45 см дистиллированной воды, 20 $см^3$ раствора индикатора и 15 $см^3$ хлороформа. После взбалтывания получается двухфазная жидкая система с нижним хлороформным слоем, окрашенным в синий цвет. Ее титруют приготовленным раствором анализируемой пробы средства «ДЕЗАВИД концентрат» при интенсивном встряхивании в закрытой колбе до обесцвечивания нижнего слоя.

Титрование проводят при дневном свете. Цвет двухфазной системы определяют в проходящем свете.

6.4.5. Обработка результатов.

Массовую долю алкилдиметилбензиламмоний хлорида (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0.00143 \cdot V \cdot K \cdot 100 \cdot 50}{m \cdot V_1},$$

где 0,00143 – масса алкилдиметилбензиламмоний хлорида, соответствующая 1 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия концентрации точно С ($C12H_{25}SO_4Na$) = 0,004 моль/$дм^3$ (0,004 н.), г;

V – объем титруемого раствора додецилсульфата натрия концентрации С ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) = 0,004 моль/$дм^3$ (0,004 н.), равный 5 $см^3$;

К – поправочный коэффициент раствора додецилсульфата натрия концентрации С ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) = 0,004 моль/$дм^3$ (0,004 н.);

50 – коэффициент разведения навески;

V_1 – объем раствора средства «Дезавид концентрат», израсходованный на титрование, $см^3$;

m – масса анализируемой пробы, г;

За результат анализа принимают среднее арифметическое 3 определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допускаемое расхождение, равное 0,02 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±5,0 % при доверительной вероятности 0,95.

6.5. Определение массовой доли полигексаметиленгуанидина гидрохлорида в средстве

6.5.1.Оборудование и реактивы.

Весы лабораторные общего назначения 2 класса по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-056 или другой марки с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки 4-1-1,6-1-5, 6-1-10 по ГОСТ 20292-74.

Полигексаметиленгуанидин гидрохлорид – стандартный образец ОСО-ИЭТП с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Эозин-Н (индикатор) по ТУ 6-09-183-73; 0,05 % водный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

6.5.2. Подготовка к анализу.

6.5.2.1. Приготовление 0,05 % раствора эозина

50 мг эозина растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с доведением объема воды до метки.

6.5.2.2. Приготовление основного градуировочного раствора.

Навеску стандартного образца полигексаметиленгуанидина гидрохлорида, содержащую 100 мг полигексаметиленгуанидина гидрохлорида, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в объеме дистиллированной воды, доведенном до метки.

Затем 1 $см^3$ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят дистиллированной водой объем раствора до метки.

1 $см^3$ такого раствора содержит 10 мкг полигексаметиленгуанидин гидрохлорида.

6.5.3. Построение градуировочного графика и проведение анализа.

Для повышения точности обе эти процедуры проводят параллельно.

Сначала из основного градуировочного раствора готовят рабочие растворы полигексаметиленгуанидина гидрохлорида для построения градуировочного графика, затем – растворы анализируемого препарата. С использованием всех этих растворов готовят образцы для фотомет-

рирования и последовательно (в порядке приготовления образцов) определяют их оптическую плотность.

Рабочие градуировочные растворы с концентрацией 1, 2, 3 и 4 мкг/см^3 готовят внесением в мерные колбы вместимостью 25 см 1, 2, 3 и 4 см основного градуировочного раствора, объемы которых доводят до 10 см^3 прибавлением 9, 8, 7 и 6 см^3 дистиллированной воды соответственно.

Растворы анализируемого средства готовят разведением навесок анализируемого средства массой от 0,40 г до 0,60 г, взятых с точностью до 0,0002 г в мерных колбах вместимостью 100 см^3, с доведением объема дистиллированной водой до метки. Затем 1 см^3 приготовленных растворов переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3 и доводят объем дистиллированной воды до метки.

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 к 10 см^3 приготовленных растворов (рабочих градуировочных и растворов анализируемого средства) прибавляют 1 см^3 раствора эозина и объем содержимого доводят до метки дистиллированной водой. В результате разведения рабочих растворов до 25 см^3 в фотометрируемых образцах концентрация ПГМГ составляет соответственно 0,4, 0,8, 1,2 и 1,6 мкг/см^3.

После перемешивания все эти растворы фотометрируют относительно образца сравнения, приготовляемого прибавлением к 10 см^3 дистиллированной воды 1 см^3 раствора эозина и последующим доведением объема дистиллированной водой до 25 см^3. Концентрация полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в фотометрируемых градуировочных образцах.

Определение оптической плотности выполняют через 5-7 минут после внесения в пробу красителя эозина Н при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

С использованием полученных результатов строят градуировочный график, на оси абсцисс которого откладывают значения концентраций, на оси ординат – величины оптических плотностей. График прямолинеен в интервале концентраций полигексаметиленгуанидина гидрохлорида в фотометрируемых образцах от 0,4 мкг/см^3 до 1,6 мкг/см^3.

По калибровочному графику находят содержание полигексаметиленгуанидина гидрохлорида в фотометрируемом образце.

6.5.2.5. Обработка результатов.

Массовую долю полигексаметиленгуанидина гидрохлорида (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot P \cdot 100}{m \cdot 1000000} = \frac{C \cdot 1.25}{m},$$

где C – концентрация полигексаметиленгуанидина гидрохлорида, обнаруженнная по калибровочному графику в фотометрируемом образце, мкг/см^3;

P – коэффициент разведения, равный для фотометрируемого образца 12500;

m – масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 % .

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±6,5 % при доверительной вероятности 0,95.

6.6. ***Определение содержания средства в воде*** проводится с применением микролаборатории «АГФ-полисепт» (Индикаторный набор)

6.6.1. Микролаборатория «АГФ-полисепт» предназначена для экспрессного полуколичественного определения содержания дезинфицирующего средства в диапазоне концентраций от 0 до 10 мг/л по 6,4 %-ному рабочему раствору.

6.6.2. Комплектность.

В комплект поставки входят: индикаторный раствор – 15,0 мл; буферный раствор – 2 по 15,0 мл; инструкция по применению – 1 шт.; элемент сравнения – 1 шт.; упаковочная коробка – 1 шт.

6.6.3. Проведение анализа – подробно изложено в Инструкции к микролаборатории.

6.7. ***Арбитражный метод определения полигексаметиленгуанидина гидрохлорида в воде.*** Поскольку ведущим по содержанию в препарате является полигексаметиленгуанидина гидрохлорид, контроль, за содержанием препарата «ДЕЗАВИД концентрат», следует проводить по полигексаметиленгуанидин гидрохлориду.

6.7.1. Методика предназначена для определения концентрации полигексаметиленгуанидина в воде при его массовой концентрации от 0,05 мг/дм^3 до 1 мг/ дм^3 методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуорометрическим и масс-спектрометрическим детектированием (Свидетельство об аттестации методики выполнения измерений №242-141-2005 от 16.11.2005 г.)

При анализе проб с массовой концентрацией вещества, превышающей верхний предел данного диапазона, для использования данной методики необходимо разбавление приготовленной пробы водой.

6.7.2. Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2): $\mathbf{U_{отн} = 25\ \%}$ (Границы относительной суммарной погрешности измерений (при доверительной вероятности P = 0,95): $\mathbf{\Delta = \pm 25\ \%}$).

6.7.3. Метод измерения.

Измерение концентрации полигексаметиленгуанидина в диапазоне концентрации от 0,05 мг/дм^3 до 1 мг/дм^3 проводится методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) в обращенном фазовом варианте с флуорометрическим и масс-спектрометрическим детектированием путем анализа производного, образующегося при взаимодействии продукта щелочного гидролиза анализируемого вещества с дансилхлоридом. Идентификацию вещества осуществляют по времени удерживания соответствующего производного и наличию в масс-спектре положительных ионов с величиной m/z 350. Количественный анализ проводят на основе зависимости площади пика соединения от массовой концентрации определяемого вещества в градуировочных растворах. Градуировку проводят с помощью серии растворов анализируемого вещества заданной концентрации.

6.7.4. Средства измерений, реактивы и материалы.

6.7.4.1. Средства измерений и оборудование.

- Высокоэффективный жидкостной хроматограф фирмы Agilent 1100 с флуоресцентным детектором (внесен в Государственный реестр средств измерений утверждённых типов под №18331-02)
- Микроколонка ВЭЖХ ZORBAX SB_C18 2.1x150 мм, размер частиц 3.5 мкм
- Весы аналитические лабораторные типа ВЛА-200М второго класса точности, ГОСТ 24104-88Е или другие весы лабораторные.
- Разновес типа Г01-20, 1 класса, ГОСТ 7328-82Е.
- Колбы мерные: 8-1000-1 по ГОСТ 1770-74 с погрешностью ±0,4 см^3
- Колбы мерные: 1-50-2 по ГОСТ 1770-74 с погрешностью ±0,05 см^3,
- Пипетки градуированные: 2-2-1; 2-2-2; 2-2-10 и 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 с погрешностью ± 0,015; ± 0,02; ± 0,04 и ± 0,06 см^3, соответственно.
- Цилиндры мерные 2-500, 2-100, 2-50, 2-25 по ГОСТ 1770-74.

- Склянки из темного стекла вместимостью до 2000 см^3 для отбора проб воды. ТУ 6-19-45
- Стаканчик для взвешивания СВ 19/9 по ГОСТ 25336-82.
- Устройство для фильтрования, включающее в себя фильтр стеклянный № 2 (по ГОСТ 9775); колбу Бунзена на 1,5 л (по ТУ 25-11-1173) насос водоструйный (по ГОСТ 10696)
- Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» ТУ 6-09-1678-83
- Испаритель ротационный ИР-1М2 или аналогичный по ТУ 25-1173.102-84
- Термостат (точность температуры 2°С)
- Колбы стеклянные круглодонные на шлифах на 10 мл со стеклянными пробками.

Допускается применение других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в п. 6.7.4.1.

6.7.4.2. Реактивы и материалы.

- Полигексаметиленгуанидина гидрохлорид
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Метанол чистоты для ВЭЖХ.
- Гексаметилендиамин
- Дансилхлорид
- Карбонат натрия
- Гидрооксид натрия
- Соляная кислота, хч
- Ацетон, хч
- Толуол хч

Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в п. 6.7.4.2.

6.7.5. Требования безопасности.

6.7.5.1. Соединение в пробах вод анализируется с соблюдением требований безопасности, установленных в «Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета», Л.: Гидрометеоиздат, 1983.

6.7.5.2. При проведении работ по отбору проб следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76.

6.7.5.3. Эксплуатация ВЭЖХ и проведение измерений требует соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.7.6. Требования к квалификации персонала.

6.7.6.1. К отбору и обработке проб воды и приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера– или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

6.7.6.2. К выполнению анализа на хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящей методики.

6.7.6.3. Весь персонал должен пройти проверку знаний по технике безопасности, в том числе при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, пожарной безопасности и промышленной санитарии.

6.7.7. Условия выполнения измерений.

6.7.7.1. Отбор проб, хранение и обращение с ними.

- Отбор и хранение проб выполняют в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05, ИСО 5667/1-4-82 и РД 52.24.476-95. Объем отбираемой пробы должен составлять не менее 1000 $см^3$.

- Пробы отбирают в чистые склянки из темного стекла. Склянки с пробами воды снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора.

- В каждой точке отбора отбирают не менее двух параллельных проб воды.

- Законсервированные пробы можно хранить до 3 суток при температуре от 0 до 5 °С.

- Подготовку проб и приготовление растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха 18 -22 °С.

- Отобранную пробу перед проведением обработки выдерживают не менее 1 часа при температуре окружающего воздуха 18 – 22 °С, после чего фильтруют.

6.7.7.2. Подготовка к выполнению измерений

6.7.7.2.1 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха (20$\pm$5) °С; атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.); относительная влажность воздуха ниже 85 % при 25 °С; напряжение в сети питания переменного тока 220 $\pm$22 В; концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

6.7.7.2.2. Подготовка посуды.

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

6.7.7.2.3. Приготовление растворов.

6.7.7.2.3.1. Приготовление раствора дансилхлорида.

В мерную колбу емкостью 50 $см^3$ помещают 50 мг дансилхлорида и доводят до метки ацетоном. Раствор может храниться в темноте в течение недели.

6.7.7.2.3.2. Исходный раствор анализируемого (с массовой концентрацией 50 мг/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 50 мг анализируемого полимера и растворяют в 20 мл дистиллированной водой и разбавляют до метки дистиллированной водой. Раствор следует готовить непосредственно переда анализом

6.7.7.2.3.3. Раствор гексаметилендиамина.

В колбу вместимостью 1000 мл помещают 0,1 мл гексаметилендиамина и доводят до метки дистиллированной водой

6.7.7.2.3.4. Градуировочные растворы.

Градуировочные растворы готовят непосредственно перед каждой серией анализов в мерных колбах вместимостью 1000 $см^3$ методом последовательного разбавления из исходного раствора. (Под серией понимают измерения, выполненные в течение одного рабочего дня.) В таблице 5 указаны данные для приготовления градуировочных растворов с заданным значением массовой концентрации определяемого вещества. Указанные аликвоты отбирают соответствующими цилиндрами или пипетками по п. 6.7.4.1. Объем градуировочных растворов доводят

до метки дистиллированной водой. Время хранения градуировочных растворов не может превышать 1 дня.

Таблица 5. Характеристика градуировочных растворов

№	Исходный раствор, мг/дм^3	Объем исходного раствора, см^3	Объем колбы, мл	Концентрация, мг/дм^3
1	10	100	1000	1
2	10	60	1000	0,6
3	10	40	1000	0,4
4	10	30	1000	0,3
5	10	20	1000	0,20
6	10	10	1000	0,1
7	10	5	1000	0,05

Относительная погрешность приготовления градуировочных растворов не превышает ±4 %.

6.7.7.2.4. Подготовка хроматографа к выполнению измерений.

Включают и настраивают хроматограф и детекторы в соответствии с “Инструкцией по эксплуатации” и описанием, прилагаемым к приборам. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений (п.6.7.7.3.2). После этого, в зависимости от выбранного диапазона концентраций, колонку стабилизируют в рабочем режиме не менее 0,5 часа. Рабочие параметры хроматографа сохраняются постоянными при измерении во всем диапазоне концентраций.

6.7.7.3. Проведение градуировки

6.7.7.3.1. Приготовленный исходный раствор по п. 7.2.3.3. вводят в реакцию с дансилхлоридом согласно п.8.2. В аналогичную реакцию вводят аналогичный объем дистиллированной воды. Полученные экстракты используют для определения времени удерживания образующихся производных при сравнении полученных хроматограмм. Идентификацию производного осуществляют по наличию в масс– спектре соответствующего пика положительно заряженного иона с массой 350 а.е.м. Далее приготовленные градуировочные растворы обрабатывают в соответствии с п. 6.7.8.1-6.7.8.2 и полученные экстракты вводят в инжектор в последовательности: 7,6,5,4,3,2,1 с помощью автоматической системы ввода. Объем вводимой пробы – 50 мкл. Хроматограммы регистрируют для всех растворов. Используя систему компьютерной обработки, определяют на них площади соответствующих пиков

6.7.7.3.2. Условия измерения.

Подвижная фаза:

0 минут – 70 % метилового спирта, 30 % воды

4минут – 70 % метилового спирта, 30 % воды

5 минут – 100 % метилового спирта, 30 % воды

9 минут – 100 % метилового спирта, 30 % воды

10 минут – 70 % метилового спирта, 30 % воды

18 минут – 70 % метилового спирта, 30 % воды

Колонка – ZORBAX SB_C18 2.1x150 мм, размер частиц 3.5 мкм

Скорость потока 0.5 мл/мин

Длина волны возбуждающего излучения – 245 нм

Длина волны поглощающего излучения – 500 нм

Усиление до 6 минуты – 10, далее – 15

6.7.7.3.3. Для каждого из градуировочных растворов и каждого диапазона по трём параллельным измерениям определяют средние значения площади S в мкВ*с как среднее арифметическое площадей, полученных при каждом из измерений. Далее при компьютерной обработки данных измерений проводят вычисление коэффициентов линейной регрессии для определения градуировочной зависимости для данного диапазона вида C= $a\times$ S + b, где a и b – эмпирические коэффициенты. Коэффициенты a и b определяются по следующим формулам:

$$a = \frac{\sum S_i^2 \times \sum C_i - \sum S_i \times \sum C_i \times S_i}{n\sum S_i^2 - \left(\sum S_i\right)^2} \quad (1)$$

$$b = \frac{n\sum C_i \times S_i - \sum C_i \times \sum S_i}{n\sum S_i^2 - \left(\sum S_i\right)^2} \quad (2)$$

где S_i – среднее значение площади пиков для i-го градуировочного раствора, мкВ*с в данном диапазоне;

C_i – величина концентрации определяемого вещества в i-ом градуировочном растворе согласно таблице 1;

n – количество градуировочных растворов в данном диапазоне.

Коэффициенты a и b и статистические характеристики могут определяться с помощью специального или стандартного программного обеспечения. В условиях автоматической обработки данных с помощью приборного программного обеспечения градуировочная зависимость может определяться и другими статистическими и математическими методами, например, методом наименьших квадратов с весовыми коэффициентами или с использованием математической аппроксимации площади пиков

При определении градуировочной зависимости проводят оперативный контроль точности измерений для всего диапазона в соответствии с разделом 6.7.11 (п. 6.7.11.1-6.7.11.2). В случае невыполнения требований по нормативам контроля точности проводят дополнительные измерения. Если и в этом случае не выполняется хотя бы один из нормативов, то необходимо выявить и устранить причины, приведшие к неудовлетворительным результатам.

6.7.8. Выполнение измерений.

6.7.8.1. Отбирают 25 мл пробы и отгоняют досуха. Остаток растворяют в 5 мл дистиллированной воды, переносят в круглодонную колбу, добавляют к нему 0.5 г гидроксида натрия и нагревают в термостате при 80°С в течении 4 часов. Затем полученный раствор охлаждают, добавляют к нему 1.5 мл соляной кислоты.

6.7.8.2. Из полученного по п.6.7.8.1 раствора отбирают 2 мл, добавляют к ним 300 мг карбоната натрия и 0,5 мл раствора дансилхлорида. Смесь интенсивно встряхивают и выдерживают в термостате в течение 80 мин при температуре 70°С, после чего полученное производное экстрагируют 1 мл толуола.

6.7.8.3. Количественный анализ методом ВЭЖХ осуществляют в том же порядке и в тех же условиях, в которых проводилась градуировка (п. 6.7.7.3), используя полученный после модификации раствор и определяя площадь пика, соответствующего производному, для трёх параллельных измерений как и в случае проведения градуировки (п.6.7.7.3.2)

Для каждого анализа проводят повторные параллельные измерения массовой концентрации по двум или трем пробам, определяя площади пиков для трех параллельных измерений в каждом случае. При выполнении серии анализов (количество проб более 10 – 20 штук) проводят процедуру рандомизации: очередность анализа проб определяют с помощью ряда случай-

ных чисел, таким образом, чтобы параллельные пробы анализировались в разное время и в разной последовательности.

6.7.8.4. В случае возможного наличия в пробе гексаметилендиамина в количествах, сравнимых с анализируемым веществом, после концентрирования и до гидролиза к пробе добавляется 1.5 мл воды и проводится модификация 1 мл полученного раствора согласно п.8.2. Анализ методом ВЭЖХ осуществляют в том же порядке и в тех же условиях, в которых проводилась градуировка (п. 7.3), используя полученный после модификации раствор и определяя площадь пика, соответствующего производному, для трёх параллельных измерений, как и в случае проведения градуировки

6.7.9. Обработка результатов измерений.

По двум или трём найденным значениям площадей пиков вещества j-ой параллельной пробы вычисляют среднее арифметическое (S_j , см^3) и по градуировочной характеристике находят массовую концентрацию вещества – C_j (мг/дм^3).

Результат измерения (анализа) вычисляют по формуле:

$$C_k = \frac{\sum_{j=1}^{k} C_j}{k} \qquad (3)$$

где k – количество параллельных проб воды (k ≥ 2).

В случае возможного наличия в пробе гексаметилендиамина по двум или трём полученным в результате анализа согласно п. 6.7.8.4. находят значения площадей пиков гексаметилендиамина в j-ой параллельной пробе и вычисляют среднее арифметическое (S_j , см^3), находя по градуировочной характеристике массовую концентрацию гексаметилендиамина – C_j(мг/дм^3)

Результат измерения (анализа) вычисляют по формуле:

$$C_o = \frac{\sum_{j=1}^{k} C_j}{k} \qquad (4)$$

где k – количество параллельных проб воды (k ≥ 2).

Конечный результат получают, вычитанием Со из Ск: $C=C_к-C_о$

6.7.10. Оформление результатов измерений.

Результат измерения массовой концентрации анализируемого вещества представляют в следующей форме:

$$(C \pm 0{,}25 \times C) \text{ мг/дм}^3;$$

6.7.11.Контроль погрешности (неопределенности) измерений.

6.7.11.1. Проверка приемлемости выходных аналитических сигналов.

Проверка приемлемости выходных аналитических сигналов выполняется в ходе трех параллельных измерений площади пиков на хроматограммах для каждой пробы анализируемой воды и каждого градуировочного раствора. Данная операция контроля необходима для отслеживания погрешности, обусловленной кратковременными изменениями условий измерения, а также погрешности, связанных с эффектом матрицы, чистотой петли инжектора, процедурой ввода пробы, колебаниями скорости потока и т.д.

Выходные сигналы при коэффициенте охвата 2 признают приемлемыми при выполнении следующего условия:

$$\frac{S^{\max} - S^{\min}}{S} \times 100 \le A \qquad (5)$$

где S_{max}, S_{min} и S – соответственно наибольшее, наименьшее и среднее значение площади в мВ*с; А=20 %

При невыполнении этого условия необходимо выявить причины низкой сходимости результатов измерений, устранить их, после чего повторить операции по п. 6.7.11.1.

6.7.11.2. Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости выполняют в ходе каждой градуировки. Проверяют выполнение условий:

$$\frac{\left|S_i - S_i^{рас}\right|}{S_i^{рас}} \times 100 \le B \qquad (6),$$

где $S_i^{рас}$ – площадь пика определяемого вещества, полученная расчетным путем по градуировочной характеристике, исходя их известного значения массовой концентрации определяемого вещества в *i*-том градуировочном растворе C_i (мг/дм^3); В= 20 %

6.7.11.3. Контроль приемлемости сходимости результатов измерений массовой концентрации анализируемого вещества в параллельных пробах.

Проверка проводится при каждом шаге анализа. Результат признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{C^{\max} - C^{\min}}{C} \times 100 \le d_n \qquad (7),$$

где C^{max} и C^{min} – максимальное и минимальное значение массовой концентрации анализируемого вещества в параллельных пробах (мг/дм^3),

d_n – норматив контроля (для коэффициента охвата 2) %.

Для двух проб d_n = 20 %; для трех – 30 %

6.7.11.4. Контроль правильности измерений методом добавок.

Контроль правильности измерений проводится с целью оценки возможности применения настоящей методики для вод, ранее не подвергавшихся анализу, а также при сомнении в результатах измерений, но не реже одного раза в неделю

Для контроля отбирается удвоенное количество воды (4 пробы). Две пробы анализируют согласно п.п. 8-10, получая результат измерений С. В две другие пробы вносят одинаковые количества исходного раствора анализируемого вещества, формируя добавки Д (мг/дм^3), размер которых должен быть в интервале (0,8-1,2) С. Получают результат измерений для проб с добавкой Сд.

Результат контроля признается удовлетворительным (для Р = 0,90) при выполнении условия :

$$100\left|C_Д - C - Д\right| / Д \le R \qquad (8)$$

R= 25 %

6.8. ***Арбитражный метод определения массовой концентрации полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в воде фотоколориметрическим методом.***

6.8.1. Методика предназначена для применения при контроле содержания ПГМГ-гидрохлорида в пробах природных, сточных и питьевых вод. Методика может быть использована для любых типов вод, БПК которых не превышает 5 мг/дм^3 и не может применяться для

окрашенных вод. Диапазоны измерений и метрологические характеристики указаны в таблице 6.

6.8.2. Отбор и хранение проб выполняют в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ Р 51592-2000, ГОСТ Р 51593-2000, Объем отбираемой пробы должен быть не менее 1000 см^3. Пробы отбирают в чистые стеклянные банки. Склянки с пробами воды снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора. Фотоколориметрическое определение ПГМГ-гидрохлорида должно быть выполнено в течение 1 суток после отбора пробы.

6.8.3. При сомнении в возможном применении методики для конкретных типов сточных и природных вод проводят оценку пригодности методики методом добавок (см. п. 6.8.19).

6.8.4. Характеристики погрешности измерений.

Таблица 6

Диапазон измерений массовой концентрации полигексаметиленгуанидин гидрохлорида (ПГМГ-гидрохлорида), мг/дм^3	Границы абсолютной суммарной погрешности измерений, ± Δ*, мг/дм^3 при P = 0,95
От 0,005 до 0,05 (концентрирование)	0,0013 + 0,29·C
От 0,05 до 0,6 (прямое определение)	0,003 + 0,22·C
Св. 0,6 до 2,0 (разбавление)	

Примечание:

** – Соответствуют абсолютной расширенной неопределённости измерений, U, при коэффициенте охвата k =2, мг/дм^3*

6.8.5. Метод измерений.

6.8.5.1. Измерения массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в пробах природной, питьевой и сточной воды выполняют фотоколориметрическим методом.

6.8.5.2. Для диапазона массовых концентраций от 0,005 до 0,05 мг/дм^3 применяется концентрирование пробы воды, в диапазоне массовых концентраций от 0,05 до 0,6 мг/дм^3 выполняются прямые определения, в диапазоне массовых концентраций от 0,6 до 2,0 мг/дм^3 – разбавление пробы.

6.8.5.3. При взаимодействии ПГМГ-гидрохлорида с Эозин-Н (индикатором) при pH = 2,8 образуется окрашенное в красно-оранжевый цвет комплексное вещество. Оптическая плотность раствора измеряется на фотоколориметре при длине волны λ = 545 нм и кювете с шириной поглощающего слоя 50 мм.

6.8.5.4. Вычисление массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида проводят с использованием градуировочной характеристики, представляющую линейную зависимость оптической плотности анализируемого раствора от массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в этом растворе.

6.8.6. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

6.8.6.1. Фотоколориметр КФК-3, ГОСТ 15150-69. Допускается применение других фотоколориметров, позволяющих провести измерение оптической плотности раствора при λ = 545 нм.

6.8.6.2. Колбы мерные 25 см^3 по ГОСТ 1770-74.

6.8.6.3. Колбы мерные 50, 100; 200; 500; 1000 см^3 по ГОСТ 25336-82.

6.8.6.4. Пипетки градуированные 2-2-1; 2-2-2; 2-2-5; 2-2-10 по ГОСТ 29169-91 с погрешностью ±0,015; ±0,02; ±0,04 и ±0,06 $см^3$ соответственно.

6.8.6.5. Цилиндры мерные 2-200; 2-100 по ГОСТ 1770-74.

6.8.6.6. Колбы конические 250 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

6.8.6.7 Стакан лабораторный 250 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

6.8.6.8 Весы аналитические ВЛР-200 специального класса точности по ГОСТ 24104 или другого типа, равноценные по точности.

6.8.6.9. Разновес типа Г 01-20, 1 класса по ГОСТ 7328-82Е.

6.8.6.10. pH-метр или иономер со стеклянным и хлорсеребряным электродами.

6.8.6.11. Допускается применение других типов средств измерения, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

6.8.6.12. Полигексаметиленгуанидин гидрохлорид (ПГМГ-гидрохлорид) – твёрдая форма по ТУ 9392-001-32963622-99 (Полисепт).

6.8.6.13. Эозин-Н, ЧДА по ТУ 6-09-183-85.

6.8.6.14. Соляная кислота 0,1 моль/$дм^3$, фиксанал по ТУ 6-09-2540-72.

6.8.6.15. Лимонная кислота, ЧДА по ГОСТ 3652-51.

6.8.6.16. Гидроксид натрия, ЧДА по ГОСТ 4328-77.

6.8.6.17. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

6.8.6.18. Водяная баня ТУ 46-22-606-75

6.8.6.19. Фильтры бумажные белая лента по ГОСТ 12026-76

6.8.7. Требования безопасности

6.8.7.1. При измерениях массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в пробах природной, питьевой и сточной воды соблюдаются требования безопасности, установленные в ПНД Ф 12.13.1-03 «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)».

6.8.7.2. При проведении работ по отбору проб следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1007-76.

6.8.7.3. Эксплуатация фотоколориметра и проведение измерений требует соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.8.8. Требования к квалификации операторов

6.8.8.1. К отбору, обработке проб воды и приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

6.8.8.2. К выполнению измерений на фотоколориметре допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника-химика или химика, прошедшие соответствующее обучение или стажировку в лабораториях, выполняющих соответствующие измерения.

6.8.8.3. Персонал должен пройти инструктаж по технике безопасности при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, пожарной безопасности и промышленной санитарии.

6.8.9. Подготовка к выполнению измерений

Приготовление растворов.

6.8.9.1. Эозин Н, 0,01 % раствор

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 0,0500 г Эозина Н и доводят до метки дистиллированной водой. Используют после полного растворения вещества. Срок хранения раствора 0,5 года.

6.8.9.2. 0,5 моль/дм^3 раствор соляной кислоты

Фиксанал соляной кислоты с массовой концентрацией 0,1 мг/дм^3 количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 1 год

6.8.9.3. Раствор цитрата натрия.

Предварительно в стеклянный стакан помещают 8,0 г гидроксида натрия, при помощи цилиндра приливают 150 см^3 дистиллированной воды и полностью растворяют. Затем, в мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 21,02 г лимонной кислоты и приливают раствор гидроксида натрия. После растворения доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

6.8.9.4 Цитратный буферный раствор.

В стакан объемом 250 см^3 вносят 80 см^3 полученного по п.7.1.3 раствора цитрата натрия и добавляют при перемешивании 0,5 моль/дм^3 раствор соляной кислоты, приготовлено по п.7.1.2 до pH = 2,80±0,02, контролируя pH с помощью pH-метра. Буферный раствор годен для использования в течение суток.

6.8.9.5 Растворы для приготовления градуировочных растворов.

6.8.9.5.1 Основной раствор ПГМГ-гидрохлорида с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят 1,000 г ПГМГ-гидрохлорида и 200 см^3 дистиллированной воды. После растворения навески доводят раствор дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация раствора соответствует 1000 мг/дм^3. Раствор ПГМГ-гидрохлорида устойчив в течение 12 месяцев при хранении при t 5-7 ^{0}С.

6.8.9.5.2. Рабочий раствор ПГМГ-гидрохлорида с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 (Рабочий раствор).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,0 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 7.1.5.1, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 10 мг/дм^3. 10 см^3 этого раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 1,0 мг/дм^3 (1,0 мкг/см^3). Раствор готовят перед использованием.

6.8.10. Подготовка приборов.

Включают и настраивают фотоколориметр в соответствии с «Инструкцией по эксплуатации» и описанием, прилагаемым к прибору. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений. После установки рабочих параметров фотоколориметр прогревают не менее 1 часа.

6.8.11. Подготовка посуды.

Вся посуда, используемая для измерений, должна быть тщательно вымыта хромовой смесью и тщательно ополоснута дистиллированной водой.

Градуировка фотоэлектроколориметра

6.8.12. Приготовление градуировочных растворов.

6.8.12.1. Для построения градуировочной характеристики готовят три серии градуировочных растворов, используя мерные колбы вместимостью 25 см^3. В каждую колбу, в соответствии с табл. 2, вносят заданный объем рабочего раствора, дистиллированную воду и буферный раствор.

Градуировочные растворы для диапазона массовой концентрации от 0,05 до 0,6 мг/дм^3

Таблица 7

Номер ГР	Хол.	1	2	3	4	5
Объём рабочего раствора, см^3	–	1,25	2,5	5	10	15
Масса ПГМГ-гидрохлорида, внесенная в колбу, мкг	–	1,25	2,5	5	10	15
Объём дистиллированной воды, см^3	15	до 15 см^3				
Объём буферного раствора, см^3	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Объём эозина Н, см^3	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Соответствует массовой концентрации, ПГМГ-гидрохлорида мг/дм^3	–	0,05	0,10	0,20	0,40	0,60

ВНИМАНИЕ! РАСТВОР ЭОЗИНА– Н В ГРАДУИРОВОЧНЫЕ РАСТВОРЫ ПРИЛИВАЮТ ПРИ СОБЛЮДЕНИИ УСЛОВИЙ, ИЗЛОЖЕННЫХ В ТАБЛИЦЕ 8.

6.8.12.2. Включают секундомер и последовательно с интервалом в 2 минуты в соответствии с Таблицей 3 в колбы №1-5 вносят по 5 см^3 0,01 % раствора эозина Н, непосредственно после введения эозина доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.8.12.3. Через 16 мин (по секундомеру) после внесения раствора эозина-Н в колбу, последовательно, с интервалом в 2 минуты, в соответствии с Таблицей 3, измеряют оптическую плотность (D) растворов, по отношению к холостому раствору в кювете сравнения с толщиной поглощающего слоя 50 мм и при длине волны λ = 545 нм получая три значения оптической плотности (D_i^1, D_i^2, D_i^3). При смене анализируемого раствора кювету ополаскивать 1-2 см^3 вновь вносимого для измерения раствора.

Результаты измерений оптические плотности растворов по трёх сериям усредняют, получая значение оптической плотности ($\overline{D}_i$), где индекс i соответствует номеру градуировочного раствора.

6.8.12.4. Результаты измерения оптической плотности раствора признают приемлемыми при выполнении условия (1):

$$\frac{D_i^{j_{\max}} - D_i^{j_{\min}}}{\overline{D}_i} \cdot 100 \le r_D \qquad (1)$$

где $D_i^{j_{\max}}, D_i^{j_{\min}}$ – максимальная и минимальная оптическая плотность раствора, е.о.п.;

r_D – норматив, в %, при Р = 0,95;

r_D = 80 % – для первого и второго градуировочного раствора;

r_D = 50 % – для остальных градуировочных растворов;

j – индекс, соответствующий номеру анализируемого раствора.

Таблица 8. Показания секундомера, при которых проводятся внесение раствора эозина и измерение оптической плотности

№ колбы	Время внесения раствора эозина, мин	Время измерения оптической плотности

1	0	16
2	2	18
3	4	20
4	6	22
5	8	24
6	10	26
7	12	28
8	14	30

6.8.13. **Построение градуировочной характеристики.**

6.8.13.1. Градуировочная характеристика представляет собой линейную зависимость оптической плотности раствора от массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида этого раствора.

$$D = a + b \cdot C \qquad (2)$$

где D – оптическая плотность раствора, измеренная относительно холостого раствора, е.о.п

C – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, мг/дм^3,

a и b – коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов с помощью специального или стандартного программного обеспечения по формулам (3) и (4):

$$a = \frac{\sum C_i^2 \sum \overline{D}_i - \sum C_i \sum C_i \overline{D}_i}{n \sum C_i^2 - \left(\sum C_i\right)^2} \qquad (3)$$

$$b = \frac{n \sum C_i \overline{D}_i - \sum C_i \sum \overline{D}_i}{n \sum C_i^2 - \left(\sum C_i\right)^2} \qquad (4)$$

где $\overline{D}$ – оптическая плотность i-го градуировочного раствора (среднее арифметическое по трем сериям градуировочных растворов), е.о.п.;

i – номер градуировочного раствора;

C_i – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, приписанная i-му градуировочному раствору,мг/дм^3

n – количество градуировочных растворов, n = 5

6.8.13.2. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность (D) – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в анализируемом растворе (C, мг/дм^3). Масштаб графика: по оси ординат – оптическая плотность раствора, 1,0 е.о.п. соответствует 200 мм, по оси абсцисс – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, 0,1 мг/дм^3, соответствует 30 мм.

6.8.13.3. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если относительное отклонение среднего арифметического значения оптической плотности раствора для i-го градуировочного раствора, от значения рассчитанного по градуировочной характеристике для этого градуировочного раствора не превышает:

20 % – для первого и второго градуировочного раствора;

12 % – для остальных градуировочных растворов.

6.9.4. Градуировочную характеристику устанавливают при освоении методики, при использовании новой партии продукта по п. 4.1.12, а также при получении отрицательных результатов контроля по п.12.

6.8.14. Пробоподготовка

6.8.14.1. Отобранную пробу перед проведением обработки выдерживают не менее 1 часа при температуре воздуха 18-22 ^{0}С, при наличии механических примесей – отстаивают в течение 2 ч, если проба остается мутной её фильтруют через фильтр белая лента.

6.8.14.2. Концентрирование (для диапазона измерений от 0,005 до 0,05 мг/дм^3).

Из подготовленной по п.9.1 пробы воды (объем не менее 1,5 дм^3) при помощи цилиндра вместимостью 500 см^3 отбирают 3 пробы объемом 300 см^3. Каждую пробу воды небольшими порциями, примерно по 20 ÷ 30 см^3, приливают в стеклянный стакан, который устанавливают на кипящую водяную баню для концентрирования (упаривания). Объём упаренной аликвоты пробы воды, должен быть примерно 10 – 20 см^3. Каждую упаренную аликвоту пробы воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, объем колбы доводят до метки дистиллированной водой. Масса ПГМГ-гидрохлорида в мерной колбе от 1,5 мкг до 15 мкг, что соответствует массе ПГМГ-гидрохлорида в 15 см^3 этого раствора от 0,9 до 9 мкг.

6.8.14.3. Разбавление (для диапазона измерений св. 0,6 до 2,0 мг/дм^3).

Из подготовленной по п.9.1 пробы воды при помощи пипетки на 10 см^3 отбирают по 10 см^3 аликвоты пробы и помещают в три мерные колбы вместимостью 50 см^3, объём колбы доводят до метки дистиллированной водой. Масса ПГМГ-гидрохлорида в мерной колбе св. 8 мкг до 10 мкг, что соответствует массе ПГМГ-гидрохлорида в 15 см^3 этого раствора от 2,4 до 6 мкг.

6.8.15. Выполнение измерений

6.8.15.1. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробах вод определяют по трем растворам, параллельно приготовленным из одной пробы воды.

6.8.15.2. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида от 0,05 до 0,6 мг/дм^3(прямое измерение).

Из пробы воды пипеткой вместимостью 15 см^3 отбирают три аликвоты по 15 см^3, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Во все колбы приливают по 2,0 см^3 буферного раствора и по 5 см^3 раствора эозина-Н, доводят дистиллированной водой до метки и выполняют измерения оптической плотности каждого раствора (D', D'', D'''), соблюдая условия таблицы 3. Рассчитывают среднее арифметическое значение ($\overline{D}$) и проверяют приемлемость полученных результатов измерения по формуле (5):

$$\frac{D^{j_{\max}} - D^{j_{\min}}}{\overline{D}} \cdot 100 \le R_D \qquad (5)$$

где R_D – норматив, при Р = 0,95, %;

$R_D = 80$ % – для массовой концентрации в пробе воды от 0,05 до 0,10 мг/дм^3;

$R_D = 50$ % – для массовой концентрации в пробе воды св. 0,10 до 0,60 мг/дм^3;

J – индекс, соответствующий обозначению раствора.

При невыполнении условия (5) измерения повторяют.

6.8.15.3. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида от 0,005 до 0,05 мг/дм^3.

Из растворов, приготовленных по п.9.2 пипеткой, вместимостью 15 см^3 отбирают три аликвоты по 15 см^3, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Подготовку анализируемых растворов и измерения проводят в соответствии с п..10.2. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия (6).

$$\frac{D^{j_{\max}} - D^{j_{\min}}}{\overline{D}} \cdot 100 \le R_D^* \qquad (6)$$

где R_D^* – норматив, при Р = 0,95, %.

R_D^* = 135 % – для массовой концентрации в анализируемом растворе от 0,06 до 0,10 мг/дм^3;

R_D^* = 80 % – для массовой концентрации в анализируемом растворе св. 0,10 до 0,6 мг/дм^3.

6.8.15.4. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида св. 0,6 до 2,0 мг/дм^3

Из растворов, приготовленных по п.9.3 пипеткой вместимостью 15 см^3 отбирают три аликвоты по 15 см^3, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Подготовку анализируемых растворов и измерения проводят в соответствии с п..10.2. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия (5).

R_D = 50 % – для массовых концентраций в анализируемом растворе св. 0,16 до 0,40 мг/дм^3.

6.8.16. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробах вод определяют по трем растворам, параллельно приготовленным из одной пробы воды.

6.8.16.1. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробе воды в диапазоне от 0,05 до 0,6 мг/дм^3 рассчитывают по формуле (7).

$$C = \frac{\overline{D} - a}{b} \qquad (7)$$

где $\overline{D}$ – оптическая плотность раствора, среднее арифметическое трех измерений, е.о.п.;

a и b – градуировочные коэффициенты, установленные при градуировке.

6.8.16.2. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в воде в диапазоне от 0,005 до 0,05 мг/дм^3 рассчитывают по формуле (8).

$$C = \frac{\overline{D} - a}{b \cdot K_k} \qquad (8)$$

где K_k – коэффициент, учитывающий концентрирование пробы воды.

$$K_k = \frac{V_1}{V_2} = \frac{300}{25} = 12$$

где V_1 – объем аликвоты пробы воды, взятой для концентрирования, см^3; V_1 = 300 см^3;

V_2 – вместимость мерной колбы, взятой для приготовления раствора для анализа, см^3; V_2 = 25 см^3.

6.8.16.3. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробе воды в диапазоне св. 0,6 до 2,0 мг/дм^3 рассчитывают по формуле (9).

$$C = \frac{\overline{D} - a}{b} \cdot K_p \qquad (9)$$

где K_p – коэффициент, учитывающий разбавление пробы воды.

$$K_p = \frac{V_2}{V_1} = \frac{50}{10} = 5$$

где V_1 – объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см^3; V_1 =10 см^3;

V_2 – вместимость мерной колбы, взятой для приготовления раствора для анализа, см^3; V_2 = 50 см^3.

6.8.17. Оформление результатов измерений

Результат измерений округляют следующим образом:

– для диапазона массовых концентраций от 0,0050 до 0,0099 результат округляют до четвертого знака после запятой.

– для диапазона массовых концентраций от 0,010 до 0,099 результат округляют до третьего знака после запятой.

– для диапазона массовых концентраций от 0,10 до 0,99 результат округляют до двух знаков после запятой.

– для диапазона массовых концентраций от 1,0 до 2,0 результат округляют до одного знака после запятой.

Результат измерений в полной форме записывают следующим образом:

$$(C \pm \Delta),\ \text{мг/дм}^3 \text{ при } P = 0{,}95$$

где Δ – абсолютная суммарная погрешность измерений, рассчитывают по уравнению, см. табл. 5.

Примеры записи:

(0,0053±0,0028); (0,015±0,006); (0,17±0,04); (1,3±0,3)

6.8.18. Контроль точности измерений

6.8.18.1. Контроль градуировочной характеристики

Контроль проводят в соответствии с внутрилабораторным планом. Рекомендуется проводить контроль перед началом измерений партии проб воды.

Для контроля применяются контрольные растворы (КР2 и КР3) с массовой концентрацией аналогичной градуировочным растворам РГ2 и РГ5. Контрольные растворы готовят и анализируют в соответствии с п.6.8.12, проверяя выполнение условия (1). Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе вычисляют по формуле (7).

Результаты контроля признаются пригодными при выполнении условия (10):

$$\frac{\left| C_{2(5)} - C^*_{2(5)} \right|}{C^*_{2(5)}} \cdot 100 \le K_{ГХ} \qquad (10)$$

где $C_{2(5)}$ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе, измеренная при контроле, мг/дм^3;

$C^*_{2(5)}$ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе, приписанная этому раствору, мг/дм^3;

$K_{ГХ}$ – норматив, в %;.

$K_{ГХ} = 25$ % – для КР2;.

$K_{ГХ} = 15$ % – для КР5;.

При невыполнении условия (10) градуировочную характеристику устанавливают заново.

6.8.18.2. Контроль правильности измерений

Контроль проводят в соответствии с внутрилабораторным планом.

Образцом для контроля служит образец, приготовленный из основного раствора, приготовленного по п. 6.8.9.5.1 с массовой концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 1000 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 пипеткой на 1 см^3 отбирают 1,0 см^3 основного раствора, объем колбы доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация полученного раствора равна 1,0 мг/дм^3. Пипеткой на 10 см^3 отбирают 8,0 см^3 полученного раствора и помещают в мерную колбу вместимость 1000 см^3. Массовая концентрация полученного раствора равна 0,008 мг/дм$^{3.}$ Пробоподготовку (концентрирование) раствора для контроля проводят в соответствии с п.6.8.15.5, выполнение измерений проводя в соответствии с п. 6.8.16.2, расчет массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в образце для контроля проводят по п. 6.8.16.2. Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие (11).

$$\left| C_k - C_k^* \right| \le 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (11)$$

где C_k – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, измеренная при контроле мг/дм^3;

C_k^* – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, приготовленная для контроля (приписанное значение), мг/дм^3;

$0{,}84 \cdot \Delta$ – норматив, при Р = 0,90, мг/дм^3;

Δ – рассчитывается по уравнению, указанному в табл. 6.

6.8.19. Оценка пригодности методики

При оценке пригодности методики применяют метод добавок. При этом, объем отобранной пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений по методике.

6.8.19.1. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых готовят и анализируют в соответствии с п.п. 6.8.14, 6.8.15 настоящей методики.

6.8.19.2. Из второй части готовят пробу с добавкой в мерной колбе вместимостью 500 см^3. Массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой должна быть приблизительно в два раза больше массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида исходной пробы.

6.8.19.3. Для приготовления пробы с добавкой проводят предварительные оценки и расчёты.

6.8.19.3.1 Выбирают раствор, приготовленный из основного раствора, который используют для добавки.

Объём раствора для добавки не должен быть больше 5 см^3. Диапазоны измерений массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида и рекомендуемые растворы для добавок представлены в таблице 9.

Таблица 9. Рекомендуемые растворы элементов для добавки

Диапазон измерений массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида, мг/дм^3	Массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в растворе, используемом для добавки, С, мг/дм^3	Объём раствора для добавки, $V_д$ см^3	Масса добавки ПГМГ-гидрохлорида, мкг
От 0,005 до 0,01	1,0	От 2,5 до 5,0	От 2,5 до 5
От 0,010 до 0,10	10,0	От 0,5 до 5,0	От 5 до 50
От 0,10 до 1,0	100	От 0,5 до 5,0	От 50 до 500
От 1,0 до 2,0	1000	От 0,5 до 1,3	От 500 до 1000

6.8.19.3.2. Рассчитывают массу ПГМГ-гидрохлорида в 500 см^3 исходной пробы по формуле:

$$m_1 = \frac{C_1 \cdot V_к}{1000} \qquad (1.А)$$

где C_1 – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в исходной пробе, мг/дм^3;

m_1 – масса ПГМГ-гидрохлорида в исходной пробе в колбе вместимостью 500 см^3, мг;

V_k – объём мерной колбы, см^3; V_k =500 см^3

6.8.19.3.3. Принимают массу добавки элемента $m_{ä} \approx m_1$

6.8.19.3.4. Рассчитывают объём раствора, используемого для добавки ($V_д$, см^3) по формуле:

$$V_д = \frac{m_д \cdot 1000}{C} \qquad (2.А)$$

где C – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в растворе, приготовленном для добавки, мг/дм^3 (таблица 1А);

$m_{ä}$ – масса добавки ПГМГ-гидрохлорида, мг.

В мерную колбу вместимостью V_k =500 см^3 приливают рассчитанный объём, раствора $V_д$, затем доливают колбу до метки анализируемой водой, перемешивают.

Примечание: пипетку для внесения добавки, выбирают так, чтобы объём раствора добавки занимал не меньше половины её вместимости.

6.8.19.3.5. Рассчитывают массовую концентрацию добавки ($\tilde{N}_{ä}$, мг/дм^3) по формуле:

$$\tilde{N}_{ä} = \frac{m_{ä} \cdot 1000}{V_k} \qquad (3.А)$$

6.8.19.4. Проводят измерения массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой (C_2 , мг/дм^3) в соответствии с п.9, 10 настоящей методики.

6.8.19.5. Проверяют пригодность методики

Методика пригодна к применению при выполнении условия:

$$| C_2 - C_1 - C_д | \leq 0{,}8\sqrt{\Delta_{C_2}^2 + \Delta_{C_1}^2} \qquad (4.А)$$

где C_1 – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе без добавки (результат измерения), мг/дм^3

C_2 – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой (результат измерения), мг/дм^3;

$C_д$ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида добавки (результат расчёта по п.3.5 Приложения А), мг/дм^3;

$\Delta_{C_1}, \Delta_{C_2}$ – границы абсолютной суммарной погрешности измерений C_1 , C_2 соответственно, при Р = 0,95, мг/дм^3;

значения $\Delta_{C_1}, \Delta_{C_2}$ вычисляют по формулам, приведённым в табл.1. методики.

Примечание. Погрешность приготовления и дозирования раствора добавки мала по сравнению с $\Delta_{C_1}, \Delta_{C_2}$ *, поэтому в выражении (4) её не учитывают.*

6.9. Методика определения гексамеленимина в полигексаметиленгуанидине гидрохлориде

6.9.1. Методика предназначена для определения гексаметиленимина методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии в кристаллических полимерах на основе полигексаметиленгуанидина при содержании гексаметиленимина в полимере в диапазоне $1 \cdot 10^{-3}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ масс. %.

6.9.2. При анализе проб с концентрацией вещества, превышающий верхний предел данного диапазона, необходимо разбавление рабочего раствора полимера дистиллированной водой.

6.9.3. Характеристики погрешности измерений. Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2): $\mathbf{U_{отн} = 40\ \%}$[1]

6.9.4. Метод измерения

Измерения массовой концентрации гексаметиленимина выполняют методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии. Предварительно полимер растворяют в дистиллированной воде. Содержащийся в растворе гексаметиленимин подвергают дериватизации – превращению в N-бензоилгексаметиленимин. Это производное экстрагируют гексаном, и затем проводят идентификацию N-бензоилгексаметиленимина по времени удерживания и масс-спектру. Количественный анализ проводят методом добавок. Берут четыре равных объёма раствора полимера и вносят равные количества внутреннего стандарта - пердейтерофенантрена. Во вторую, третью и четвертую пробы добавляют известные количества гексаметиленимина. Проводят дериватизацию всех растворов, экстракцию гексаном и хроматографируют экстракты. Измеряют площадь пика S на масс-хроматограмме, построенной по току характеристического фрагментного иона N-бензоилгексаметиленимина с m/z=202 в масс-спектре. Аналогично измеряют площадь пика (S^{is}) внутреннего стандарта на масс-хроматограмме, построенной по току молекулярного иона пердейтерофенантрена с m/z=188. Находят отношение этих величин $E = S/S^{is}$. В координатах “X - добавка гексаметиленимина” – “У – отношение $E = S/S^{is}$ ” строят прямую вида $\boldsymbol{E = aD + в}$. С помощью параметров ***a*** и ***b*** определяют концентрацию гексаметиленимина в анализируемой пробе.

6.9.5. Средства измерений, реактивы и материалы

6.9.5.1. Средства измерений

6.9.5.1.1. Хроматомасс-спектрометр SSQ 7000 фирмы Finnigan (внесен в Государственный реестр средств измерений утверждённых типов под №14681-95) с хроматографом 3400 фирмы Varian. Допускается применение других хроматомасс-спектрометров, ионных ловушек или хроматографов с масс-селективными детекторами, позволяющих проводить измерения в диапазоне масс от 40 до 500 m/z в режиме электронной ионизации при 70 эВ; других хроматографических колонок, позволяющих провести разделение исследуемой смеси. При этом может потребоваться адаптация настоящей методики к применяемому оборудованию.

6.9.5.1.2. Колонка хроматографическая капиллярная SGE Forte 30 м * 0,25 мм с неподвижной жидкой фазой BPX-5 0.25 мкм.

6.9.5.1.3. Система обработки данных MSD ChemStation или аналогичная.

6.9.5.1.4. Шприцы аналитические вместимостью 1, 10 и 500 мкл фирмы “Hamilton” или аналогичные.

---

[1] *Соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (при доверительной вероятности P = 0,95):* ***Δ = ± 20 %***

6.9.5.1.5. Весы аналитические ВЛР-200 2 класса точности по ГОСТ 24104 или другого типа, равноценные по точности.

6.9.5.1.9. Шкаф сушильный с терморегулятором типа СНОЛ, ТУ 16-531-299-78 или другой с аналогичными характеристиками.

6.9.5.1.11. Колбы мерные 2-50-2 ГОСТ 1770-74.

6.9.5.1.12. Пробирки стеклянные с крышками вместимостью 1,5 – 2 мл.

6.9.5.1.13. Центрифуга лабораторная СМ-6 (ELMI), или аналогичная.

Допускается применение других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в п. 6.9.5.1.

6.9.5.2. Реактивы и материалы

6.9.5.2.1. Гексаметиленимин, 99% (Acros, номер в каталоге 1205900)
6.9.5.2.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
6.9.5.2.3. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, чда
6.9.5.2.4. Бензоилхлорид по ТУ 6-09-4114-83 ч
6.9.5.2.5. Гексан по ТУ 2631-002-05807999-98 хч
6.9.5.2.6. Дейтерофенантрен, производство Sigma-Aldrich, 99+%
6.9.5.2.7. Дихлорметан о.с.ч., ТУ 6-09-3716-74

Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в п. 6.9.5.2.

6.9.6. Требования безопасности

6.9.6.1. Соединение в пробах природных вод анализируется с соблюдением требований безопасности, установленных в «Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета» Л. Гидрометеоиздат. 1983

6.9.6.2. Эксплуатация хроматомасс-спектрометра и проведение измерений требует соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.9.7. Требования к квалификации персонала

6.9.7.1. К процедуре пробоподготовки и приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера- или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

6.9.7.2. К выполнению анализа на хроматомасс-спектрометре допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящей методики.

6.9.7.3. Весь персонал должен пройти проверку знаний по технике безопасности, в том числе при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, пожарной безопасности и промышленной санитарии.

6.9.8. Подготовка к выполнению измерений

6.9.8.1. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха 20 $\pm 5^0$С; атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.); относительная влажность воздуха ниже 85% при 25^0С; напряжение в сети питания переменного тока 220 $\pm$22 В; концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

6.9.8.2. Подготовка посуды

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

6.9.8.3. **Приготовление растворов**

6.9.8.3.1. Исходный раствор определяемого (с массовой концентрацией 1 г/дм^3) вещества.

В мерной колбе на 50 см^3 с притертой пробкой взвешивают на аналитических весах 50 мг гексаметиленимина. Затем растворяют навеску в 20 мл дистиллированной воды, после чего доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

6.9.8.3.2. Раствор внутреннего стандарта – пердейтерофенантрена (с массовой концентрацией 1 г/дм^3).

В мерной колбе на 50 см^3 с притертой пробкой взвешивают на аналитических весах 50 мг дейтерофенантрена. Затем растворяют навеску в 20 мл дихлорметана, после чего доводят объем раствора дихлорметаном до метки. Плотно закрывают. Хранят в холодильнике.

6.9.8.3.3. Раствор гидроксида натрия (7 моль/л).

В мерной колбе на 50 см^3 с притертой пробкой взвешивают на весах 14 г гидроксида натрия. Затем растворяют навеску в 30 мл дистиллированной воды, охлаждая колбу холодной водой, после чего доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

6.9.8.3.4. Рабочий раствор полимера (с массовой концентрацией 5 г/дм^3).

В мерной колбе на 50 см^3 с притертой пробкой взвешивают на аналитических весах 250 мг рандомизованного образца анализируемого полимера. Затем растворяют навеску в 20 мл дистиллированной воды, после чего доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

6.9.8.4. Подготовка хроматомасс-спектрометра к работе

Включают и настраивают хроматомасс-спектрометр в соответствии с “Инструкцией по эксплуатации” и описанием, прилагаемым к прибору. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений (пп. 8.1.). После установки рабочих параметров хроматографа (температуры инжектора и колонки, потока газа-носителя) колонку кондиционируют в рабочем режиме не менее 0,5 часа.

6.9.9. Выполнение измерений.

6.9.9.1. Для измерения концентрации гексаметиленимина в полимере в четыре стеклянных пробирки шприцем вносят по 500 мкл исходного раствора полимера, содержащего гескаметиленимин, и по 1 мкл раствора внутреннего стандарта[2]. Во вторую, третью и четвертую пробирки вносят также известные количества гексаметиленимина из исходного раствора (пп. 6.9.8.3.1). Величина добавки (в мкг) должна в 1-3 раза превышать содержание гексаметиленимина в пробе полимера и определяется согласно пп. 6.9.9.2. После внесения добавок растворы перемешивают. Затем во все пробирки добавляют по 50 мкл раствора гидроксида натрия и взбалтывают содержимое пробирок. К образовавшейся белой суспензии приливают по 10 мкл бензоилхлорида. Пробирки закрывают крышками и энергично встряхивают не менее 10 минут. Затем в пробирки приливают по 500 мкл гексана и вновь тщательно встряхивают около 5 минут. Далее пробирки 3 минуты центрифугируют при 400 g. Отбирают верхний органический экстракт и переносят в новую серию из четырех пробирок. В каждую добавляют по 500 мкл воды и промывают органическую фазу от остатков щелочи. Отделяют верхний слой и далее снимают хроматограммы полученных экстрактов в последовательности 1,2,3,4.

Условия измерения

---

[2] *При содержании гексаметиленимина в полимере, близком к границам диапазона измеряемых концентраций (п.1) может потребоваться кратное количество внутреннего стандарта. При концентрации порядка 10^{-1}% вносят 10 мкл стандарта, ниже $5\cdot10^{-3}$ % – 0,1 мкл.*

Объем закалываемой пробы - 1 мкл

Время регистрации хроматограммы – 16 мин.

Параметры масс-спектрометрического детектора

Энергия электронов – 70 эВ

Диапазон масс 29-500 а.е.м.

Температура в источнике 230°С

Время задержки растворителя – 150 с

Скорость сбора данных – 10 спектров/с

Параметры хроматографа

Температура инжектора – 280°С

Скорость потока гелия 1 мл/мин

Температурная программа: 80°С(1 мин) – 300°С (2 мин), скорость нагрева 15°С/мин.

6.9.9.2. Для каждого раствора измеряют площадь пика S_i на масс-хроматограмме, построенной по току характеристического фрагментного иона N-бензоилгексаметиленимина с m/z=202. Аналогично измеряют площадь пика (S_i^{is}) внутреннего стандарта на масс-хроматограмме, построенной по току молекулярного иона пердейтерофенантрена с m/z=188. Находят отношение этих величин для *i*-го раствора $E_i = S_i / S_i^{is}$. Производят два параллельных измерения для каждого раствора. Вычисляют средние значения величины $\overline{E}_i$ для каждого раствора, как среднее арифметическое результатов двух измерений. Величина добавки считается правильной в том случае, если величины $\overline{E}_1, \overline{E}_2, \overline{E}_3$ лежат в диапазоне $1{,}5\overline{E}_0 \le \overline{E}_i \le 4\overline{E}_0$, где $\overline{E}_0$ - среднее значение величины *E* для исходного раствора полимера без добавки.

Результаты параллельных измерений отношения $E_i = S_i / S_i^{is}$ признают приемлемыми при выполнении для каждого раствора условия:

$$\frac{E_i^{\max} - E_i^{\min}}{\overline{E}_i} \times 100 \le K_D \qquad (1)$$

где E_i^{max}, E_i^{min} и $\overline{E}_i$ – соответственно наибольшее, наименьшее и среднее значения параметра E_i;

K_D – норматив (соответствующий вероятности P=0,95), %.

K_D = 10 %.

При невыполнении этого условия необходимо выявить причины низкой сходимости результатов измерений, устранить их, после чего повторить измерения.

Далее при компьютерной обработке данных измерений проводят вычисление коэффициентов линейной регрессии для зависимости вида $E = a \times D + b$, где *a* и *b* - эмпирические коэффициенты, D – величина добавки (*D=0* для исходного раствора полимера). Коэффициенты *a* и *b* определяются по следующим формулам:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n}(D_i - \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} D_i) \times (\overline{E}_i - \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} \overline{E}_i)}{\sum_{i=1}^{n}(D_i - \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} D_i)^2} \qquad (2)$$

$$b = \sum_{i=1}^{n} \overline{E}_i - a \times \sum_{i=1}^{n} D_i \qquad (3)$$

где $\overline{E}_i$ - среднее значение площади пика для *i*-го раствора;

D_i – величина добавки в i-ом растворе (*D=0* для исходного раствора полимера);

n=4 □ количество анализируемых растворов.

Коэффициенты *a*, *b* и статистические характеристики могут определяться с помощью специального или стандартного программного обеспечения. В условиях автоматической обработки данных с помощью приборного программного обеспечения градуировочная зависимость может определяться и другими статистическими и математическими методами, например, методом наименьших квадратов с весовыми коэффициентами или с использованием математической аппроксимации площади пиков.

6.9.10. Обработка результатов измерений

По коэффициентам *a* и *b* зависимости вида $E = a \times D + b$ находят количество гексаметиленимина (мкг) в рабочем растворе полимера:

$$m = \frac{b}{a} \qquad (5),$$

или, делая перерасчет на массовую долю гексаметиленимина в исходном полимере,

$$\omega = \frac{b}{25 \cdot a} \ (\%)$$

Зная величину m из уравнения (5) проводят второе измерение концентрации гексаметиленимина в полимере согласно п.8, используя добавки 1m, 2m и 3m. Вновь вычисляют концентрацию гексаметиленимина в полимере ω_2. Вычисляют среднее значение массовой доли определяемого вещества для 2 измерений:

$$\overline{\omega} = \frac{\omega_1 + \omega_2}{2} \ (6)$$

Результат измерений $\overline{\omega}$ признают приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|\omega_1 - \omega_2|}{\overline{\omega}} \times 100 \le d_n \qquad (7),$$

где d_n – норматив (соответствующий вероятности P=0,95), %.

Для двух измерений d_n = 25 %.

6.9.11. Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации определяемого вещества представляют в следующей форме:

$$(\overline{C} \pm 0{,}40 \times \overline{C}) \text{ мг/дм}^3; \qquad (8)$$

8. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ, ХРАНЕНИЕ, УПАКОВКА

8.1. Дезинфицирующее средство «ДЕЗАВИД концентрат» транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на этих видах транспорта.

8.2. Препарат хранят в складских помещениях, вдали от нагревательных приборов и открытого огня при температуре 0^0 до $+35^0$С. После размораживания потребительские свойства средства сохраняются.

8.3. Средство и его рабочие растворы следует хранить отдельно от лекарственных средств и пищевых продуктов, в местах, недоступных детям.

8.4. Средство выпускается в канистрах полиэтиленовых вместимостью 1дм^3, 3 дм^3, 5 дм^3 с плотно завинчивающимися крышками, в бочках полимерных полиэтиленовых с навинчивающейся крышкой вместимостью 40 дм^3, 65 дм^3, 227 дм^3, стально-сварных вместимостью 200 и 250 дм^3.

9. МЕРЫ ЗАЩИТЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

9.1. Не допускать попадания неразбавленного продукта в сточные, поверхностные или подземные воды и в канализацию.

9.2. После сброса в водный объект всех видов вод (сточных вод, воды из систем промышленного водоснабжения и охлаждения, из систем горячего водоснабжения, из плавательных бассейнов и аквапарков), обеззараженных с использованием средства «ДЕЗАВИД концентрат, концентрация ПГМГ-ГХ в этом объекте не должна превышать 0,03 мг/л.

10. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

1. СанПиН 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. . Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения: Санитарные правила и нормы. М., 2002.
2. СанПиН 2.1.5.980-00. Гигиенические требования к охране поверхностных вод: Санитарные правила и нормы. М., 2000.
3. МУ 2.1.5.800-99. Организация Госсанэпиднадзора за обеззараживанием сточных вод: Методические указания. М., 2000.
4. МУ 2.1.5.1183-03. Санитарно-эпидемиологический надзор за использованием воды в системах технического водоснабжения промышленных предприятий: Методические указания. М., 2003.
5. СанПиН 2.1.4.2496-09. Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения: Санитарные правила и нормы. М., 2009.
6. СанПиН 2.1.2.1188-03. Плавательные бассейны. Гигиенические требования к устройству, эксплуатации и качеству воды. Контроль качества: Санитарные правила и нормы. М., 2003.
7. СанПиН 2.1.2.1331-03. Гигиенические требования к устройству, эксплуатации и качеству воды аквапарков: Санитарно-эпидемиологические правила и нормы. М., 2003.

СОГЛАСОВАНО

Должность

Ведущий специалист проекта

ООО «Адекватные технологии» А.С. Щерба