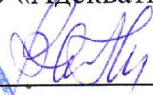


УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ООО «Адекватные технологии»




В. М. Николаев
« 7 » 12 2005 г.
№ 4-5-01

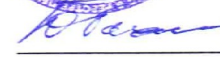
ИНСТРУКЦИЯ

по применению средства «ДЕЗАВИД», производства ООО «Адекватные технологии», Россия, для обеззараживания воды плавательных бассейнов.



СОГЛАСОВАНО

Директор ГУ НИИ ЭЧ и ГОС
им. А.Н. Сысина РАМН,
академик РАМН


Ю.А.Рахманин
« 28 » 11 2005 г.

Москва 2005

ИНСТРУКЦИЯ

по применению средства «ДЕЗАВИД» для обеззараживания воды плавательных бассейнов производства ООО «Адекватные технологии», Россия.

Инструкция разработана ГУ Научно-исследовательским институтом экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина РАМН

Авторы: д.м.н., профессор З.И. Жолдакова, д.м.н., О.О. Сеницына, Е.Е.Одинцов.

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. Средство «ДЕЗАВИД», производства ООО «Адекватные технологии», Россия, предназначенное для обеззараживания воды плавательных бассейнов и предотвращения биообрастания, представляет собой прозрачную жидкость без цвета и запаха.

Химический состав средства «ДЕЗАВИД»:

| | |
|--------------------------------------|----------------|
| Полигексаметиленгуанидин гидрохлорид | 2,7±0,3 мас.% |
| Алкилдиметилбензиламмонийхлорид | 0,5±0,05 мас.% |
| Вода | до 100% |

Гарантийный срок хранения средства составляет 3 года со дня изготовления.

1.2 Средство «ДЕЗАВИД» обладает бактерицидным, вирулицидным, а также фунгицидным действием, флокулирующей способностью.

1.3. Средство «ДЕЗАВИД» по степени воздействия на организм (по ГОСТ 12.1.007-76) относится к 4 классу умеренно опасных веществ при введении в желудок и к 4 классу малоопасных веществ при нанесении на кожу (по ГОСТ 12.1.007-76). Вследствие низкой летучести игаляционно мало опасно, не оказывает местно - раздражающего действия в виде концентрата при однократном воздействии на кожу и слизистую оболочку глаз, не обладает сенсibiliзирующим действием. В используемых дозах не обладает сенсibiliзирующим действием, не оказывает гонадотоксического, иммунотоксического, эмбриотоксического, мутагенного и канцерогенного эффекта.

1.4. Для средства «ДЕЗАВИД», установлена максимальная допустимая концентрация в воде плавательных бассейнов – 15 мг/л (по препарату), органолептический признак вредности (пенообразование).

2. НАЗНАЧЕНИЕ.

2.1. Средство «ДЕЗАВИД», производства ООО «Адекватные технологии», Россия, предназначено для обеззараживания воды плавательных бассейнов и предотвращения биообрастания.

3. СПОСОБ ПРИМЕНЕНИЯ.

3.1. Заполнить бассейн водой.

3.2. Включить систему водоочистки на 24 часа, для удаления возможного механического загрязнения в воде.

3.3. Произвести замер уровня pH воды, оно должно находиться в пределах 7,2 - 7,8. При необходимости провести коррекцию, разрешёнными для применения в плавательных бассейнах реагентами.

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

3.5. Введение препарата «ДЕЗАВИД», осуществляется непосредственно в воду бассейна, или через дозатор системы водоочистки.

3.6. Начальная доза средства составляет 8 г/м³. В процессе эксплуатации бассейна дозу препарата необходимо поддерживать на уровне не менее 4г/м³.

3.7. Включить систему рециркуляции на 24-48 часов, для полного перемешивания средства «ДЕЗАВИД» с водой.

3.8. Необходимо исключить применение препарата «ДЕЗАВИД» совместно с хлором и хлоросодержащими препаратами. В действующих бассейнах где дезинфекция осуществлялась хлором, необходимо провести его нейтрализацию, химическим путём или путём выдержки воды бассейна без хлора, в течении 2-3 дней.

3.9. Доза препарата в воде сохраняется в течении 7-14 суток.

3.10. Периодичность внесения препарата «ДЕЗАВИД» в воду бассейна должна определяться по результатам полуколичественного анализа с использованием микролаборатории «АГФ-полисепт» (п.6.6).

3.11. Контроль за содержанием препарата в воде бассейна производится 1 раз в неделю. При необходимости следует добавить недостающее количество средства.

3.12. При использовании препарата впервые, при осуществлении государственного надзора, при возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям должно осуществляться определение концентрации полигексаметиленгуанидина арбитражным методом (п.6.7).

3.13. Контроль, за эффективностью обеззараживания воды, по микробиологическими показателями, производится, по индикаторным микроорганизмам: ОМЧ, *Pseudomonas aeruginosa*, колифаги.

4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ.

4.1. К работе со средством допускаются лица не моложе 18 лет.

4.2. Средство следует хранить в недоступном детям месте.

5. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПРИ ОТРАВЛЕНИИ.

- 5.1. Вероятность острого отравления средством «Дезавид» ничтожно мала.
- 5.2. При попадании средства на кожу смыть его 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. Качество средства «ДЕЗАВИД» контролируют по следующим показателям:

- внешний вид – прозрачная жидкость без цвета и запаха;
- показатель концентрации водородных ионов (рН) – $6,0 \pm 1,0$;
- массовая доля полигексаметиленгуанидин – гидрохлорида, % - $2,7 \pm 0,3$;
- массовая доля алкилдиметилбензиламмонийхлорида, % - $0,5 \pm 0,05$.

6.2. *Определение внешнего вида.*

Внешний вид средства определяют визуально. Для этого в пробирку из бесцветного стекла с внутренним диаметром 30-32 мм наливают средство до половины и просматривают в отраженном или проходящем свете.

6.3. *Определение концентрации водородных ионов (рН).*

Показатель концентрации водородных ионов измеряют потенциометрически в соответствии с ГОСТ 22567.5-93 «Средства моющие синтетические и вещества поверхностно-активные. Методы определения концентрации водородных ионов».

6.4. *Определение массовой доли полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в препарате.*

Метод основан на реакции полигексаметиленгуанидин гидрохлорида с эозином. Под влиянием гуанидиновых группировок полигексаметиленгуанидин гидрохлорида происходит изменение окраски водного раствора эозина от оранжевого до интенсивно розового цвета. Реакция протекает при рН=3,5. Сущность метода заключается в измерении интенсивности окраски, которая пропорциональна концентрации полигексаметиленгуанидин гидрохлорида, с помощью фотоэлектроколориметра.

6.4.1. *Нормы погрешности измерений.*

Допускаемая относительная суммарная погрешность результатов измерений составляет 30% при концентрации не более 0,5 мг/л и 15% при концентрации свыше 0,5%.

6.4.2. *Средства измерений, материалы, растворы.*

Средства измерений.

- Весы аналитические, например WA - 21, ТУ 25.06.1131-75
- Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083 — 78с кюветами толщиной

слоя 20 - 50 мм.

- рН - метр со стеклянным электродом по ГОСТ 15150 — 69

Стеклянная и мерная посуда.

- Колбы мерные ГОСТ 1.770 - 74, 2-ой класс точности 1000, 100, 50 см куб.

- по ГОСТ 20292 - 74, 2-ой класс точности 10, 5, 1 см куб.

- Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 7148 — 70 СВ 30/45, 40/60.

Материалы и растворы.

- Вода дистиллирования ГОСТ 6709 - 72

- Кислота соляная ГОСТ 3113 - 77, раствор 0,1 N

- Эозин - Н (индикатор) ТУ 6-09-183-73 раствор массовой концентрации 0,057.

- Глицин СН СН СООН ТУ 6-09-3325-74.

- Хлористый натрий NaCl ГОСТ 4233-77.

-Стандартный раствор ПГМГ, приготовляемый из чистого порошкообразного вещества по ТУ 10-09-41-90, концентрации 10 мг/л.

6.4.3. Приготовление стандартных растворов.

Приготовление 0,05% раствора эозина.

50 мг эозина растворяют в дистиллированной воде в 100 мл колбе

Раствор 1.

0,1 N раствор соляной кислоты. В мерную колбу наливают дистиллированную воду, затем медленно добавляют 8 мл концентрированной соляной кислоты и доводят до метки 1л.

Раствор 2.

7,507 г глицина и 5,85 г хлористого натрия растворяют в 1л дистиллированной воды.

Раствор 3 (буферный раствор).

В мерную колбу на 1л наливают 925 мл раствора 2 и доводят до 1л раствором 1. Необходимо проконтролировать рН=3,5 на рН-метре.

Приготовление исходного раствора полигексаметиленгуанидин гидрохлорида концентрации 10 мг/л.

10 мг сухого полигексаметиленгуанидин гидрохлорида растворяют дистиллированной водой в колбе на 100 мл. Затем 10 мл полученного раствора помещают в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки добавлением дистиллированной воды.

6.4.4. Требования безопасности.

При наполнении анализов следует соблюдать правила техники безопасности при работе в химлаборатории, включая правила работы с напряжением до 1000 В.

К выполнению определений допускаются лица, имеющие квалификацию техника или инженера-химика, прошедшие курс обучения, имеющие опыт работы и ознакомленные с инструкцией по эксплуатации фотоэлектроколориметра.

6.4.5. Подготовка и проведение анализа.

В пробу, содержащую полигексаметиленгуанидин гидрохлорид, объемом 10 мл, добавляют 1 мл раствора эозина и 10 мл глицинового буфера. Растворы

перемешивают и оставляют на 5-10 мин. Измерение оптической плотности выполняют в течение 20 минут после внесения в пробу индикатора.

Определение выполняется со светофильтром, длина волны которого = 535 нм.

При содержании полигексаметиленгуанидин гидрохлорида менее 0,2 мг/л пробу необходимо сконцентрировать выпариванием.

При содержании полигексаметиленгуанидин гидрохлорида более 2,5 мг/л необходимо выполнить разведение.

Количественное определение ПГМГ в пробе проводят, используя градуированный график.

6.4.6. Построение градуировочного графика.

Приготовление растворов полигексаметиленгуанидин гидрохлорида стандартных концентраций.

Растворы стандартных концентраций готовят согласно таблице 1 в колбах, помещая в каждую колбу указанное количество исходного раствора полигексаметиленгуанидин гидрохлорида концентрации 10 мг/л и дистиллированную воду.

Таблица 1

| Номер колбы | Количество исходного раствора ПГМГ | Количество воды | Полученная концентрация мг/л |
|-------------|------------------------------------|-----------------|------------------------------|
| 1 | 0 | 10 | 0 |
| 2 | 0,5 | 9,5 | 0,5 |
| 3 | 1,0 | 9,0 | 1,0 |
| 4 | 3,0 | 7,0 | 3,0 |
| 5 | 5,0 | 5,0 | 5,0 |
| 6 | 7,0 | 3,0 | 7,0 |
| 7 | 10,0 | 0 | 10,0 |

После приготовления растворы перемешать и выполнить подготовку в соответствии с подготовкой и проведением анализа.

Выполнить измерение оптической плотности каждой пробы по 3 раза, найти среднее значение оптической плотности для каждого из стандартных растворов, построить график, откладывая на оси абсцисс концентрацию ПГМГ, а на оси ординат значение оптической плотности. Для вновь приготовленного раствора эозина строят новый график.

6.4.7. Обработка результатов.

По найденной разности оптической плотности холостой и рабочей пробы (дельта Д) определяют концентрацию полигексаметиленгуанидин гидрохлорида.

Для определения истинной концентрации полигексаметиленгуанидин гидрохлорида необходимо выполнить пересчет с учетом упаривания или разбавления:

$$C_{\text{И}} = C_{\text{Р}} * K, \text{ где}$$

$C_{\text{И}}$ – истинная концентрация, мг/л,

$C_{\text{Р}}$ – концентрация в упаренной или разбавленной пробе, мг/л,

$K > 1$ - в случае разбавления (кратность разбавления)

$K < 1$ - в случае упаривания (кратность упаривания)

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

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

6.5. Определение массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида

6.5.1. 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.

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

а) Для получения раствора индикатора берут 30 см³ 0,1% водного раствора метиленового синего, 7,0 см³ концентрированной серной кислоты, 110 г натрия сульфата десятиводного и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³.

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 см³ с доведением объема воды до метки.

в) Раствор додецилсульфата натрия готовят растворением 0,116 г додецилсульфата натрия в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ с доведением объема воды до метки.

6.5.3. 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 см³ раствора додецилсульфата натрия прибавляют 40 см³ дистиллированной воды, затем 20 см³ раствора индикатора и 15 см³ хлороформа. Образовавшуюся двухфазную систему титруют раствором цетилпиридиний хлорида при попеременном сильном встряхивании колбы с закрытой пробкой до обесцвечивания нижнего

хлороформного слоя.

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

6.5.4. Проведение анализа.

Навеску средства от 7,0 г до 10,0 г, взятую с точностью до 0,0002 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и объем доводят дистиллированной водой до метки.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 5 см³ раствора додецилсульфата натрия, прибавляют 45 см³ дистиллированной воды, 20 см³ раствора индикатора и 15 см³ хлороформа. После взбалтывания получается двухфазная жидкая система с нижним хлороформным слоем, окрашенным в синий цвет. Ее титруют приготовленным раствором анализируемой пробы средства "ДЕЗАВИД" при попеременном сильном встряхивании в закрытой колбе до обесцвечивания нижнего слоя.

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

6.5.5. Обработка результатов.

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

$$X = \frac{0,00143 \times V \times K \times 100 \times 50}{M \times V_1};$$

где 0,00143 - масса алкилдиметилбензиламмоний хлорида, соответствующая 1 см³ раствора додецилсульфата натрия концентрации точно С (C₁₂H₂₅SO₄Na) = 0,004 моль/дм³ (0,004 н.), г;

V - объем титруемого раствора додецилсульфата натрия концентрации С (C₁₂H₂₅SO₄Na) = 0,004 моль/дм³ (0,004 н.), равный 5 см³;

K - поправочный коэффициент раствора додецилсульфата натрия концентрации С (C₁₂H₂₅SO₄Na) - 0,004 моль/дм³ (0,004 н.); 50 - коэффициент разведения навески;

V₁ - объем раствора средства "Дезавид", израсходованный на титрование, см³;

m - масса анализируемой пробы, г.

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

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

6.6. Определение содержания средства «Дезавид в воде плавательных бассейнов» проводится не реже 1 раза в 7 дней с применением микролаборатории «АГФ-полисепт» (Сертификат соответствия №РОСС RU.ХП12.Н00136 от 12.04.2005 г.)

6.6.1. Микролаборатория «АГФ-полисепт» предназначена для экспрессного

полуколичественного определения содержания дезинфицирующего средства в диапазоне концентраций от 0 до 10 мг/л по препарату.

6.6.2. Комплектность

В комплект поставки входят: индикаторный раствор – 50,0 мл; буферный раствор – 100,0 мл; инструкция по применению – 1 шт.; медицинский шприц (для отбора индикаторного и буферного растворов) – 2 шт.; стакан мерный пластмассовый – 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 полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в воде плавательных бассейнов.

Поскольку ведущим по содержанию в препарате является полигексаметиленгуанидин гидрохлорид, контроль, за содержанием препарата «ДЕЗАВИД», следует проводить по полигексаметиленгуанидин гидрохлориду.

Содержание полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в различных дозах препарата «ДЕЗАВИД»

| № п/п | Используемые дозы, | Содержание полигексаметиленгуанидин гидрохлорида, |
|-------|--------------------|---|
| 1 | 1,5 | 0,0405 |
| 2 | 2 | 0,054 |
| 3 | 3 | 0,081 |
| 4 | 4 | 0,108 |
| 5 | 5 | 0,135 |
| 6 | 6 | 0,162 |
| 7 | 7 | 0,189 |
| 8 | 8 | 0,216 |

Методика предназначена для определения концентрации полигексаметиленгуанидина в воде при его массовой концентрации от 0,05 мг/дм³ до 1 мг/ дм³ 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): $U_{\text{отн}} = 25 \%$ /Границы относительной суммарной погрешности измерений (при доверительной вероятности $P = 0,95$): $\Delta = \pm 25 \%$ /.

6.7.3. Метод измерения

Измерение концентрации полигексаметиленгуанидина в диапазоне концентрации от $0,05 \text{ мг/дм}^3$ 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 $\pm 0,4 \text{ см}^3$
- Колбы мерные: 1-50-2 по ГОСТ 1770-74 с погрешностью $\pm 0,05 \text{ см}^3$,
- Пипетки градуированные: 2-2-1; 2-2-2; 2-2-10 и 2-2-20 по ГОСТ 29169-91 с погрешностью $\pm 0,015$; $\pm 0,02$; $\pm 0,04$ и $\pm 0,06 \text{ см}^3$, соответственно.
- Цилиндры мерные 2-500, 2-100, 2-50, 2-25 по ГОСТ 1770-74.
- Слянки 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°C)
- 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. 4.1.

6.7.4.2. Реактивы и материалы

- Полигексаметиленгуанидин
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Метанол чистоты для ВЭЖХ.
- Гексаметилендиамин
- Дансилхлорид
- Карбонат натрия
- Гидроксид 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. Гидрометеиздат. 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 см³.

- 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 $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$; 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 ± 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 см³ 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/дм³)

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 50 мг анализируемого полимера и растворяют в 20 мл дистиллированной водой и разбавляют до метки дистиллированной водой. Раствор следует готовить непосредственно перед 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 см³ методом последовательного разбавления из исходного раствора. (Под серией понимают измерения, выполненные в течение одного рабочего дня.) В таблице 2 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 2. 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.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

4 минут - 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 обработке 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:

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

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

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°C в течении 4 часов. Затем полученный раствор охлаждают, добавляют к нему 1.5 мл соляной кислоты.

6.7.8.2. Из полученного по п.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°C, 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. 7.3), используя полученный после модификации раствор и определяя площадь пика, соответствующего производному, для трёх параллельных измерений как и в случае проведения градуировки (п.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 случайных 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 , см³) и по градуировочной характеристике находят массовую концентрацию вещества - C_j (мг/дм³).

Результат измерения (анализа) вычисляют по формуле:

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

где k – количество параллельных проб воды ($k \geq 2$).

В случае возможного наличия в пробе гексаметилендиамина по двум или трём полученным в результате анализа согласно п.8.4. находят значения площадей пиков гексаметилендиамина в j -ой параллельной пробе и вычисляют среднее арифметическое (S_j , см³), находя по градуировочной характеристике массовую концентрацию гексаметилендиамина - C_j (мг/дм³)

Результат измерения (анализа) вычисляют по формуле:

$$C_o = \frac{\sum_{j=1}^k C_j}{k} \quad (3)$$

где k – количество параллельных проб воды ($k \geq 2$).

Конечный результат получают, вычитанием C_o из C_k :

$$C = C_k - C_0$$

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:

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

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

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:

$$\frac{|S_i - S_i^{pac}|}{S_i^{pac}} \times 100 \leq B \quad (6),$$

где S_i^{pac} - площадь пика определяемого вещества, полученная расчетным путем по градуировочной характеристике, исходя из известного значения массовой концентрации определяемого вещества в i -том градуировочном растворе C_i (мг/дм³); $B=20\%$

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:

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

где C^{\max} и C^{\min} – максимальное и минимальное значение массовой концентрации анализируемого вещества в параллельных пробах (мг/дм³),

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 C . В две другие пробы вносят одинаковые количества исходного раствора анализируемого вещества, формируя добавки D (мг/дм^3), размер которых должен быть в интервале $(0,8-1,2) C$. Получают результат измерений для проб с добавкой C_d .

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

$$100|C_d - C - D|/D \leq R \quad (8)$$

$$R = 25\%$$

7. ТРАНСПОРТИРОВКА, УПАКОВКА, ХРАНЕНИЕ.

7.1. Транспортирование средства возможно всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на каждом виде транспорта и гарантирующими сохранность тары.

7.2. Средство упаковано:

в полимерные бутылки от 200 до 1000 см^3 с плотно закрывающимися крышками;

в канистры полиэтиленовые вместимостью от 1 до 5 дм^3 с плотно завинчивающимися крышками;

в бочки полимерные, полиэтиленовые с навинчивающейся крышкой, стально-сварные типа 1 вместимостью 200 и 250 дм^3 . По согласованию с потребителем допускается применение других видов тары по действующей нормативной документации, обеспечивающих сохранность упакованного продукта.

7.3. Хранение средства осуществляют в герметично закрытых емкостях производителя, защищенных от попадания прямых солнечных лучей при температуре от 0°C до плюс 35°C , отдельно от лекарственных препаратов, в местах, недоступных детям.

7.4. 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).

8. МЕРЫ ЗАЩИТЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

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

8.2. После сброса в водный объект сточных вод из плавательного бассейна, вода в этом объекте должна соответствовать требованиям СанПиН 2.1.5.980-00:

- полигексаметиленгуанидин-гидрохлорид - не более 0,1 мг/л;
- Алкилдиметилбензиламмонийхлорид - не более 0,3 мг/л.