



«УТВЕРЖДАЮ»
Генеральный директор
ООО «ДеФлок»


М.А.Субботин

« 9 » марта 2013 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ

к Инструкции №1 по применению дезинфицирующего средства «ДеФлок»
(ООО «ДеФлок», Россия)

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДЕЗИНФИЦИРУЮЩЕГО СРЕДСТВА «ДЕФЛОК» В ВОДЕ (ПО ПГМГ-ГХ)

«СОГЛАСОВАНО»

Директор ФГБУ «НИИ ЭЧиГОС
им. А.Н.Сысина» Минздрава России,
руководитель ИЛЦ,
академик РАМН


Ю.А. Рахманин

2013 г.



Москва

2013 год



Методы определения остаточных концентраций дезинфицирующего средства «ДеФлок» в воде (по ПГМГ-ГХ)

1. *Определение содержания средства в воде с применением микролаборатории (индикаторный набор)*

1.1. Микролаборатория (индикаторный набор) предназначена для экспрессного полуколичественного определения содержания дезинфицирующего средства в диапазоне концентраций от 0 до 10 мг/л по 7 %-ному рабочему раствору.

1.2. 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.

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

2. *Арбитражный метод определения полигексаметиленгуанидина гидрохлорида в воде.*

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

2.1. 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.

2.2. Характеристики погрешности измерений.

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

2.3. Метод измерения.

Измерение концентрации полигексаметиленгуанидина в диапазоне концентрации от 0,05 мг/дм³ до 1 мг/дм³ 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.

2.4. Средства измерений, реактивы и материалы.

2.4.1. Средства измерений и оборудование.

- Высокоэффективный жидкостной хроматограф фирмы Agilent 1100 с флуоресцентным детектором (внесен в Государственный реестр средств измерений утвержденных 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. 2.

2.4.2. Реактивы и материалы.

- Полигексаметиленгуанидина гидрохлорид

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- Метанол чистоты для ВЭЖХ.

- Гексаметилендиамин

- Дансилхлорид

- Карбонат натрия

- Гидроксид натрия

- Соляная кислота, хч

- Ацетон, хч

- Тoluол хч

Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в п. 2.4.2.

2.4.3. Требования безопасности.

2.4.3.1. 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.

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

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

2.4.4. Требования к квалификации персонала.

2.4.4.1. 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.

2.4.4.2. 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.

2.4.4.3. 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.

2.4.5. Условия выполнения измерений.

2.4.5.1. 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.

2.4.5.2. Подготовка к выполнению измерений

2.4.5.2.1 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха (20±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 ±22 В; концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

2.4.5.2.2. Подготовка посуды.

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

2.4.5.2.3. Приготовление растворов.

2.4.5.2.3.1. 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.

2.4.5.2.3.2. 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.

2.4.5.2.3.3. Раствор гексаметилендиамина.

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

2.4.5.2.3.4. 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 1 указаны данные для приготовления градуировочных растворов с заданным значением массовой концентрации определяемого вещества. Указанные аликвоты отбирают соответствующими цилиндрами или пипетками по п. 2.4.1. Объем градуировочных растворов доводят до метки дистиллированной водой. Время хранения градуировочных растворов не может превышать 1 дня.

Таблица 1. 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 %.

2.4.5.2.4. 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.2.4.5.3.2). 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.

2.4.5.3. Проведение градуировки

2.4.5.3.1. Приготовленный исходный раствор по п. 2.4.5.2.3.3. вводят в реакцию с дансилхлоридом согласно 2.4.6.2. 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. 2.4.8.1-2.4.8.2 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

2.4.5.3.2. 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

2.4.5.3.3. 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 2.4.9 (п. 2.4.9.1-2.4.9.2). 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.

2.4.6. Выполнение измерений.

2.4.6.1. 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.

2.4.6.2. Из полученного по п. 2.4.6.1. 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.

2.4.6.3. Количественный анализ методом ВЭЖХ осуществляют в том же порядке и в тех же условиях, в которых проводилась градуировка (п. 2.4.5.3.), используя полученный после модификации раствор и определяя площадь пика, соответствующего производному, для трёх параллельных измерений как и в случае проведения градуировки (п. 2.4.5.3.2.)

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.

2.4.6.4. 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 2.4.6.2 Анализ методом ВЭЖХ осуществляют в том же порядке и в тех же условиях, в которых проводилась градуировка (2.4.5.3.) используя полученный после модификации раствор и определяя площадь пика, соответствующего производному, для трёх параллельных измерений, как и в случае проведения градуировки

2.4.7. 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. 2.4.7. 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_i (мг/дм³)

Результат измерения (анализа) вычисляют по формуле:

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

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

Конечный результат получают, вычитанием C_o из C_k : $C = C_k - C_o$.

2.4.8. Оформление результатов измерений.

Результат измерения массовой концентрации анализируемого вещества представляют в следующей форме:

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

2.4.9. Контроль погрешности (неопределенности) измерений.

2.4.9.1. 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. 2.4.9.1.

2.4.9.2. 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); $B=20$ %

2.4.9.3. 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/дм^3),

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

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

2.4.9.4. 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. 2.4.6. - 2.4.8., 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 :

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

$R = 25$ %

3. Определение массовой концентрации полигексаметиленгуанидин гидрохлорида в воде фотоколориметрическим методом.

3.1. 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.

3.2. 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. Слянки 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.

3.3. При сомнении в возможном применении методики для конкретных типов сточных и природных вод проводят оценку пригодности методики методом добавок (см. п. 3.20.)

3.4. Характеристики погрешности измерений.

Таблица 2

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

Примечание:

** – Соответствуют абсолютной расширенной неопределённости измерений, U , при коэффициенте охвата $k = 2$, мг/дм³*

3.5. Метод измерений.

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

3.5.2. Для диапазона массовых концентраций от 0,005 до 0,05 мг/дм³ применяется концентрирование пробы воды, в диапазоне массовых концентраций от 0,05 до 0,6 мг/дм³ выполняются прямые определения, в диапазоне массовых концентраций от 0,6 до 2,0 мг/дм³ – разбавление пробы.

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

3.5.4. 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.

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

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

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

- Колбы мерные 25 см³ по ГОСТ 1770-74.

- Колбы мерные 50, 100; 200; 500; 1000 см³ по ГОСТ 25336-82.

- Пипетки градуированные 2-2-1; 2-2-2; 2-2-5; 2-2-10 по ГОСТ 29169-91 с погрешностью $\pm 0,015$; $\pm 0,02$; $\pm 0,04$ и $\pm 0,06$ см³ соответственно.

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

- Колбы конические 250 см³ по ГОСТ 1770-74.

- Стакан лабораторный 250 см³ по ГОСТ 1770-74.

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

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

- рН-метр или иономер со стеклянным и хлорсеребряным электродами.

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

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

- Эозин-Н, ЧДА по ТУ 6-09-183-85.

- Соляная кислота 0,1 моль/дм³, фиксаж по ТУ 6-09-2540-72.

- Лимонная кислота, ЧДА по ГОСТ 3652-51.

- Гидроксид натрия, ЧДА по ГОСТ 4328-77.

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- Водяная баня ТУ 46-22-606-75

- Фильтры бумажные белая лента по ГОСТ 12026-76

3.7. Требования безопасности

3.7.1. 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)».

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

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

3.8. Требования к квалификации операторов

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

3.8.2. 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.

3.8.3. 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.

3.9. Подготовка к выполнению измерений

Приготовление растворов.

3.9.1. Эозин Н, 0,01% раствор

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 0,0500 г Эозина Н и доводят до метки дистиллированной водой. Используют после полного растворения вещества. Срок хранения раствора 0,5 года.

3.9.2. 0,5 моль/дм³ раствор соляной кислоты

Фиксанал соляной кислоты с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 1 год.

3.9.3. Раствор цитрата натрия.

Предварительно в стеклянный стакан помещают 8,0 г гидроксида натрия, при помощи цилиндра приливают 150 см³ дистиллированной воды и полностью растворяют. Затем, в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 21,02 г лимонной кислоты и приливают раствор гидроксида натрия. После растворения доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

3.9.4. Цитратный буферный раствор.

В стакан объемом 250 см³ вносят 80 см³ полученного по п.3.9.3. раствора цитрата натрия и добавляют при перемешивании 0,5 моль/дм³ раствор соляной кислоты, приготовлено по п.3.9.2. до рН = 2,80±0,02, контролируя рН с помощью рН-метра. Буферный раствор годен для использования в течение суток.

3.9.5. Растворы для приготовления градуировочных растворов.

3.9.5.1. Основной раствор ПГМГ-гидрохлорида с массовой концентрацией 1000 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вносят 1,000 г ПГМГ-гидрохлорида и 200 см³ дистиллированной воды. После растворения навески доводят раствор дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация раствора соответствует 1000 мг/дм³. Раствор ПГМГ-гидрохлорида устойчив в течение 12 месяцев при хранении при t 5-7 °С.

3.9.5.2. Рабочий раствор ПГМГ-гидрохлорида с массовой концентрацией 1 мг/дм³ (Рабочий раствор).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1,0 см³ основного раствора, приготовленного по п. 3.9.5.1, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 10 мг/дм³. 10 см³ этого раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Получают раствор с концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 1,0 мг/дм³ (1,0 мкг/см³). Раствор готовят перед использованием.

3.10. 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.

3.11. Подготовка посуды.

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

Градуировка фотоэлектроколориметра

3.12. Приготовление градуировочных растворов.

3.12.1. Для построения градуировочной характеристики готовят три серии градуировочных растворов, используя мерные колбы вместимостью 25 см³. В каждую колбу, в соответствии с табл. 3, вносят заданный объем рабочего раствора, дистиллированную воду и буферный раствор.

Таблица 3 Градуировочные растворы для диапазона массовой концентрации от 0,05 до 0,6 мг/дм³

Номер ГР	Хол.	1	2	3	4	5
Объем 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
Объем дистиллированной воды, см ³	15	до 15 см ³				
Объем буферного раствора, см ³	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Объем 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.

3.12.2. Включают секундомер и последовательно с интервалом в 2 минуты в соответствии с Таблицей 3 в колбы №1-5 вносят по 5 см³ 0,01 % раствора эозина Н, непосредственно после введения эозина доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

3.12.3. Через 16 мин (по секундомеру) после внесения раствора эозина-Н в колбу, последовательно, с интервалом в 2 минуты, в соответствии с Таблицей 4, измеряют оптическую плотность (D) растворов, по отношению к холостому раствору в кювете сравнения с толщиной поглощающего слоя 50 мм и при длине волны $\lambda = 545$ нм получая три значения оптической плотности (D_i^1, D_i^2, D_i^3). При смене анализируемого раствора кювету ополаскивать 1-2 см³ вновь вносимого для измерения раствора.

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

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

$$\frac{D_i^{j_{\max}} - D_i^{j_{\min}}}{\bar{D}_i} \cdot 100 \leq r_D \quad (1)$$

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

r_D – норматив, в %, при P = 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 4. 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

3.13. Построение градуировочной характеристики.

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

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

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

C – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, мг/дм³,
 a и b – коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов с помощью специального или стандартного программного обеспечения по формулам (3) и (4):

$$a = \frac{\sum C_i^2 \sum \bar{D}_i - \sum C_i \sum C_i \bar{D}_i}{n \sum C_i^2 - (\sum C_i)^2} \quad (3)$$

$$b = \frac{n \sum C_i \bar{D}_i - \sum C_i \sum \bar{D}_i}{n \sum C_i^2 - (\sum C_i)^2} \quad (4)$$

где \bar{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/дм³

n – количество градуировочных растворов, $n = 5$

3.13.2. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность (D) – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в анализируемом растворе (C , мг/дм³). 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/дм³, соответствует 30 мм.

3.13.3. 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.

3.13.4 Градуировочную характеристику устанавливают при освоении методики, при использовании новой партии продукта Полигексаметиленгуанидин гидрохлорид (ПГМГ-гидрохлорид) – твердая форма по ТУ 9392-001-32963622-99, а также при получении отрицательных результатов контроля по 3.17.

3.14. Пробоподготовка

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

3.14.2. Концентрирование (для диапазона измерений от 0,005 до 0,05 мг/дм³).

Из подготовленной по п.9.1 пробы воды (объем не менее 1,5 дм³) при помощи цилиндра вместимостью 500 см³ отбирают 3 пробы объемом 300 см³. Каждую пробу воды небольшими порциями, примерно по 20 ÷ 30 см³, приливают в стеклянный стакан, который устанавливают на кипящую водяную баню для концентрирования (упаривания). Объём упаренной аликвоты пробы воды, должен быть примерно 10 – 20 см³. Каждую упаренную аликвоту пробы воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, 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 см³ этого раствора от 0,9 до 9 мкг.

3.14.3. Разбавление (для диапазона измерений св. 0,6 до 2,0 мг/дм³).

Из подготовленной по п.9.1 пробы воды при помощи пипетки на 10 см³ отбирают по 10 см³ аликвоты пробы и помещают в три мерные колбы вместимостью 50 см³, 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 см³ этого раствора от 2,4 до 6 мкг.

3.15. Выявление мешающих влияний

3.15.1. Наличие в анализируемых пробах вод органических загрязнений, образующих с эозином окрашенные комплексы, оказывает влияние на конечный результат измерений.

3.15.2. Для выявления мешающего влияния органики в анализируемых пробах природных и сточных вод необходимо параллельно с анализом исследуемой пробы воды провести анализ воды в соответствии с настоящей методикой, не содержащей ПГМГ-гидрохлорид, аналогичной или близкой по составу анализируемой пробе.

3.15.3. Полученное значение холостой пробы считается «фоновым значением» и учитывается при расчетах в соответствии с п. 3.17. «Обработка результатов измерений» в качестве поправки.

3.15.4. Для выявления мешающего влияния органики в пробах воды питьевой проводят эксперимент, имитирующий технологический процесс подготовки питьевой воды.

Для этого отбирают исходную природную воду, вносят по 1 л в 8 стеклянных цилиндров, после чего вводят коагулянт. Серноокислый алюминий вводится в цилиндры в соответствии с таблицей:

№ цилиндра	1	2	3	4	5	6	7	8
Масса (г) введенного коагулянта в 1л	9	10	11	12	13	14	15	16

После введения коагулянта проводят интенсивное перемешивание раствора в течение 30 сек. при помощи стеклянной палочки, затем в течение 1,5-2 минут – слабое перемешивание. Через час подготовленную воду отфильтровывают через бумажный фильтр «белая лента» и проводят анализ на «цветность», «мутность» и «содержание алюминия». При необходимости воду отфильтровывают несколько раз. Для анализа выбирают воду, отличающуюся по показателям «мутность», «цветность» и «содержание алюминия» не более чем на 25% от воды питьевой.

Выбранный образец подвергают анализу по настоящей методике на содержание ПГМГ-гидрохлорида. Полученное значение холостой пробы считается «фоновым значением» и учитывается при расчетах в соответствии с п. 3.17. «Обработка результатов измерений» в качестве поправки.

3.16. Выполнение измерений

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

3.16.2. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида от 0,05 до 0,6 мг/дм³ (прямое измерение).

Из пробы воды пипеткой вместимостью 15 см³ отбирают три аликвоты по 15 см³, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см³. Во все колбы приливают по 2,0 см³ буферного раствора и по 5 см³ 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 (\bar{D}) и проверяют приемлемость полученных результатов измерения по формуле (5):

$$\frac{D^{j_{\max}} - D^{j_{\min}}}{\bar{D}} \cdot 100 \leq R_D$$

где R_D – норматив, при $P = 0,95$, %;

$R_D = 80$ % – для массовой концентрации в пробе воды от 0,05 до 0,10 мг/дм³;

$R_D = 50$ % – для массовой концентрации в пробе воды св. 0,10 до 0,60 мг/дм³;

J – индекс, соответствующий обозначению раствора.

При невыполнении условия (5) измерения повторяют.

3.16.3. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида от 0,005 до 0,05 мг/дм³.

Из растворов, приготовленных по п. 3.14.2. пипеткой, вместимостью 15 см³ отбирают три аликвоты по 15 см³, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см³. Подготовку анализируемых растворов и измерения проводят в соответствии с п.10.2. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия (6).

$$\frac{D^{j_{\max}} - D^{j_{\min}}}{\bar{D}} \cdot 100 \leq R_D^* \quad (6)$$

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

$R_D^* = 135$ % – для массовой концентрации в анализируемом растворе от 0,06 до 0,10 мг/дм³;

$R_D^* = 80$ % – для массовой концентрации в анализируемом растворе св. 0,10 до 0,6 мг/дм³.

3.16.4. Для диапазона массовых концентраций ПГМГ-гидрохлорида св. 0,6 до 2,0 мг/дм³

Из растворов, приготовленных по п. 3.14.3. пипеткой вместимостью 15 см³ отбирают три аликвоты по 15 см³, и помещают в мерные колбы вместимостью 25 см³. Подготовку анализируемых растворов и измерения проводят в соответствии с п. 3.15.2. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия (5).

$R_D = 50$ % – для массовых концентраций в анализируемом растворе св. 0,16 до 0,40 мг/дм³.

3.17. Обработка результатов измерений

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

2.6.17.1. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробе воды в диапазоне от 0,05 до 0,6 мг/дм³ рассчитывают по формуле (7).

$$C = \frac{\bar{D} - a}{b} \quad (7)$$

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

a и b – градуировочные коэффициенты, установленные при градуировке.

3.17.2. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в воде в диапазоне от 0,005 до 0,05 мг/дм³ рассчитывают по формуле (8).

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

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, см³; $V_1 = 300$ см³;

V_2 – вместимость мерной колбы, взятой для приготовления раствора для анализа, см³; $V_2 = 25$ см³.

3.17.3. Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в пробе воды в диапазоне св. 0,6 до 2,0 мг/дм³ рассчитывают по формуле (9).

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

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, см³; $V_1 = 10$ см³;

V_2 – вместимость мерной колбы, взятой для приготовления раствора для анализа, см³; $V_2 = 50$ см³.

3.18. 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)

3.19. Контроль точности измерений

3.19.1. Контроль градуировочной характеристики

Контроль проводят в соответствии с внутрिलाбораторным 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. 2.5.12., проверяя выполнение условия (1). Массовую концентрацию ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе вычисляют по формуле (7).

Результаты контроля признаются пригодными при выполнении условия (10):

$$\frac{|C_{2(5)} - C_{2(5)}^*|}{C_{2(5)}^*} \cdot 100 \leq K_{ГХ} \quad (10)$$

где $C_{2(5)}$ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе, измеренная при контроле, мг/дм³;

$C_{2(5)}^*$ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в контрольном растворе, приписанная этому раствору, мг/дм³;

$K_{ГХ}$ – норматив, в %;

$K_{ГХ} = 25$ % – для КР2;

$K_{ГХ} = 15$ % – для КР5;

При невыполнении условия (10) градуировочную характеристику устанавливают заново.

3.19.2. Контроль правильности измерений

Контроль проводят в соответствии с внутрिलाбораторным планом.

Образцом для контроля служит образец, приготовленный из основного раствора, приготовленного по п. 3.9.5.1. с массовой концентрацией ПГМГ-гидрохлорида 1000 мг/дм³. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой на 1 см³ отбирают 1,0 см³ основного раствора, объем колбы доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация полученного раствора равна 1,0 мг/дм³. Пипеткой на 10 см³ отбирают 8,0 см³ полученного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Массовая концентрация полученного раствора равна 0,008 мг/дм³. Пробоподготовку (концентрирование) раствора для контроля проводят в соответствии с п. 3.14.2., выполнение измерений проводят в соответствии с п. 3.15.3., расчет массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в образце для контроля проводят по п. 3.16.2. Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие (11).

$$|C_k - C_k^*| \leq 0,84 \cdot \Delta \quad (11)$$

где C_k – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, измеренная при контроле мг/дм³;

C_k^* – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида, приготовленная для контроля (приписанное значение), мг/дм³;

$0,84 \cdot \Delta$ – норматив, при $P = 0,90$, мг/дм³;

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

3.20. 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.

3.20.1. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых готовят и анализируют в соответствии с п.п. 3.14, 3.15. настоящей методики.

3.20.2. Из второй части готовят пробу с добавкой в мерной колбе вместимостью 500 см³. Массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой должна быть приблизительно в два раза больше массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида исходной пробы.

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

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

Объём раствора для добавки не должен быть больше 5 см³. Диапазоны измерений массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида и рекомендуемые растворы для добавок представлены в таблице 5.

Таблица 5. Рекомендуемые растворы элементов для добавки

Диапазон измерений массовой концентрации ПГМГ-ГХ, мг/дм ³	Массовая концентрация ПГМГ-ГХ в растворе, используемом для добавки, С, мг/дм ³	Объём раствора для добавки, V _д см ³	Масса добавки ПГМГ-ГХ, 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

3.20.3.2. Рассчитывают массу ПГМГ-гидрохлорида в 500 см³ исходной пробы по формуле:

$$m_1 = \frac{C_1 \cdot V_k}{1000} \quad (1.A)$$

где C₁ – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в исходной пробе, мг/дм³;
m₁ – масса ПГМГ-гидрохлорида в исходной пробе в колбе вместимостью 500 см³, мг;

V_k – объём мерной колбы, см³; V_k = 500 см³

3.20.3.3. Принимают массу добавки элемента m_д ≈ m₁

3.20.3.4. Рассчитывают объём раствора, используемого для добавки (V_д, см³) по формуле:

$$V_d = \frac{m_d \cdot 1000}{C} \quad (2.A)$$

где C – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в растворе, приготовленном для добавки, мг/дм³ (таблица 1А);

m_a – масса добавки ПГМГ-гидрохлорида, мг.

В мерную колбу вместимостью $V_k = 500$ см³ приливают рассчитанный объём, раствора V_o , 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.

3.20.3.5. Рассчитывают массовую концентрацию добавки (\tilde{N}_a , мг/дм³) по формуле:

$$\tilde{N}_a = \frac{m_a \cdot 1000}{V_k} \quad (3.A)$$

3.20.4. Проводят измерения массовой концентрации ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой (C_2 , мг/дм³) в соответствии с п.п. 3.14, 3.15. настоящей методики.

3.20.5. Проверяют пригодность методики

Методика пригодна к применению при выполнении условия:

$$|C_2 - C_1 - C_o| \leq 0,8 \sqrt{\Delta_{C_2}^2 + \Delta_{C_1}^2} \quad (4.A)$$

где C_1 – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе без добавки (результат измерения), мг/дм³

C_2 – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида в пробе с добавкой (результат измерения), мг/дм³;

C_o – массовая концентрация ПГМГ-гидрохлорида добавки (результат расчёта по п. 3.20.3.5.), мг/дм³;

$\Delta_{C_1}, \Delta_{C_2}$ – границы абсолютной суммарной погрешности измерений C_1, C_2 соответственно, при $P = 0,95$, мг/дм³;

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.