



«УТВЕРЖДАЮ»  
Генеральный директор  
ООО «ДеФлок»

  
М.А.Субботин

« 29 » марта 2013 г.

## ИНСТРУКЦИЯ № 1

по применению дезинфицирующего средства «ДеФлок»  
(ООО «ДеФлок», Россия)

для очистки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, горячего водоснабжения, технического водоснабжения предприятий, оборотных вод в системах охлаждения оборудования, сточных вод, воды плавательных бассейнов и аквапарков, а также для предотвращения биообрастания

«СОГЛАСОВАНО»

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

  
Ю.А. Рахманин

2013 г.



Москва  
2013 год



## ИНСТРУКЦИЯ № 1

по применению дезинфицирующего средства «ДеФлок»  
(ООО «ДеФлок», Россия)

для очистки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, горячего водоснабжения, технического водоснабжения предприятий, оборотных вод в системах охлаждения оборудования, сточных вод, воды плавательных бассейнов и аквапарков, а также для предотвращения биообрастания

Инструкция разработана в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Научно-исследовательский институт экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина» Министерства здравоохранения Российской Федерации; в ООО «ДеФлок».

Авторы: д.м.н., проф. З.И. Жолдакова, к.б.н. Е.А. Тульская (ФГБУ «НИИ ЭЧ и ГОС им. А.Н. Сысина Минздрава РФ»); А.С. Щерба (ООО «ДеФлок»).

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 «ДеФлок» 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) 41,4 мас. % и алкилдиметилбензиламмоний хлорид 8,6 мас. %, а также воду, рН 1 % водного раствора средства  $7,5 \pm 1,0$ . Содержание гексаметиленмина в средстве – не более 0,7 г/кг ПГМГ-ГХ.

Срок годности средства в невскрытой упаковке производителя составляет 3 года; сохраняет свои свойства при замораживании и размораживании. Срок годности рабочего раствора после приготовления при условии его хранения в соответствии с требованиями – 3 года.

**1.2.** Средство «ДеФлок» обладает следующими свойствами:

- 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 (колифаги), а также альгицидной активностью и флокулирующей способностью.

- не портит обрабатываемые объекты, не обесцвечивает ткани, не фиксирует органические загрязнения, не вызывает коррозии металлов, не горючи, пожаро- и взрывобезопасно.

**1.3.** Средство «ДеФлок» 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. Концентрат и рабочие растворы не оказывают местного раздражающего действия при однократном воздействии на кожу, не обладают кожно-резорбтивным и сенсибилизирующим действием. Концентрат оказывает слабое раздражающее действие на слизистые оболочки глаз.

**1.4.** Для средства «ДеФлок» и его компонентов установлены следующие гигиенические нормативы:

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

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

Допустимая остаточная концентрация в воде систем горячего водоснабжения – 0,1 мг/л по ПГМГ-ГХ;

ПДК средства в воде водных объектов 0,03 мг/л (по ПГМГ-ГХ), общесанитарный признак вредности;

ПДК средства для водных объектов рыбохозяйственного назначения – 0,01 мг/л (по ПГМГ-ГХ);

ПДК ПГМГ-ГХ в воде водных объектов – 0,1 мг/л, лимитирующий показатель вредности – общесанитарный, класс опасности 3;

ПДК алкилдиметилбензиламмоний хлорида в воде водных объектов – 0,3 мг/л, лимитирующий признак вредности – органолептический (запах), класс опасности 3;

ПДК алкилдиметилбензиламмоний хлорида в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м<sup>3</sup> (аэрозоль);

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

## **2. НАЗНАЧЕНИЕ**

**2.1.** Дезинфицирующее средство «ДеФлок» 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, кроме бассейнов медицинского назначения, где проводятся лечебные процедуры или требуется вода специального минерального состава;
- для предотвращения биообрастания.

## **3. СПОСОБ ПРИМЕНЕНИЯ**

**3.1.** Дезинфицирующее средство «ДеФлок» применяют в виде водных растворов. Рабочие водные растворы готовят в ёмкостях из пластика или нержавеющей стали путем его смешивания с очищенной водопроводной водой, отвечающей требованиям СанПиН 2.1.4.1074-01.

В целях оптимизации процесса использования средства рекомендуется применение различных концентраций рабочих растворов:

7% - при объёме очищаемой воды до 15000 м<sup>3</sup>/сут.

14% - при объёме очищаемой воды от 15000 до 70000 м<sup>3</sup>/сут.

25% - при объёме очищаемой воды от 70000 до 200000 м<sup>3</sup>/сут.

35% - при объёме очищаемой воды от 200000 до 500000 м<sup>3</sup>/сут.

50% - при объёме очищаемой воды от 500000 м<sup>3</sup>/сут. и более.

3.2. При приготовлении рабочих растворов следует руководствоваться расчетами, приведенными в таблице 1.

**Таблица 1.** Приготовление рабочих растворов средства «ДеФлок».

Концентрация рабочего раствора, %	Количество средства «ДеФлок» и воды необходимые для приготовления рабочего раствора объемом:					
	1 кг.		500 кг.		1000 кг.	
	Средство, кг.	Вода, кг.	Средство, кг.	Вода, кг.	Средство, кг.	Вода, кг.
<b>7</b>	0,07	0,93	35	465	70	930
<b>14</b>	0,14	0,86	70	430	140	860
<b>25</b>	0,25	0,75	125	375	250	750
<b>35</b>	0,35	0,65	175	325	350	650
<b>50</b>	0,50	0,50	250	250	500	500

3.3. Введение рабочего раствора в воду осуществляется при помощи дозирующих насосов. Расчёт количества вводимого реагента необходимо производить по основному веществу полигексаметиленгуанидин гидрохлориду (ПГМГ-ГХ), в соответствии с данными, приведенными в таблице 2.

**Таблица 2.** Содержание полигексаметиленгуанидин гидрохлорида (ПГМГ-ГХ) в некоторых объёмах рабочего раствора средства «ДеФлок», вводимого в обрабатываемую воду.

Содержание полигексаметиленгуанидин гидрохлорида (ПГМГ-ГХ) в некоторых объёмах рабочего раствора средства «ДеФлок»					
По ПГМГ-ГХ мг/л	По 7 % рабочему раствору мг/л	По 14 % рабочему раствору мг/л	По 25 % рабочему раствору мг/л	По 35 % рабочему раствору мг/л	По 50 % рабочему раствору мг/л
<b>0,04</b>	1,5	0,75	0,42	0,3	0,21
<b>0,07</b>	2,5	1,25	0,70	0,5	0,35
<b>0,10</b>	3,5	1,75	0,98	0,7	0,49
<b>0,13</b>	4,5	2,25	1,26	0,9	0,63
<b>0,16</b>	5,5	2,75	1,54	1,1	0,77
<b>0,20</b>	7	3,5	1,96	1,4	0,98
<b>0,29</b>	10	5	2,80	2	1,4
<b>0,44</b>	15	7,5	4,20	3	2,1

При внедрении дезинфицирующего средства «ДеФлок» на водоочистных сооружениях необходимо провести опытно-промышленные испытания (ОПИ) с использованием всех режимов очистки и обеззараживания. Подготовка программы ОПИ и их проведение осуществляется совместно с фирмой-производителем, при необходимости – с привлечением научных организаций, участвовавших в исследовании и регистрации реагента «ДеФлок», а также других организаций водопроводно-канализационного хозяйства.

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

3.4.1. Дезинфицирующее средство «ДеФлок» обладает свойствами катионного флокулянта, что позволяет значительно улучшить качество питьевой воды при использовании его в процессе очистки и обеззараживания на одноступенчатых и двухступенчатых схемах водоочистных сооружений.

3.4.2. Введение рабочего раствора препарата на одноступенчатых схемах водоочистных сооружений осуществляется в трубопровод общего фильтра после контактных осветлителей перед резервуаром чистой воды (РЧВ).

В двухступенчатых схемах водоочистных сооружений дозирование, как правило, осуществляется в два этапа. На первом этапе введение расчётного количества реагента осуществляется после первой ступени очистки воды перед скорыми фильтрами. Вторичное дозирование рабочего раствора препарата «Дефлок» осуществляется в трубопровод общего фильтрата перед резервуаром чистой воды (РЧВ).

3.4.3. Общая доза средства «ДеФлок» зависит от уровня микробного загрязнения и физико-химических показателей воды, поступающей на обеззараживание. Расчёт количества вводимого реагента в производственных условиях рекомендуется производить по формуле:

$$D = \frac{M}{K}, \text{ где}$$

D – расчётное количество дозы реагента «ДеФлок» по ПГМГ-ГХ.

M – показатель мутности воды, поступающей на обеззараживание.

K – коэффициент равный 3,75.

Вводимая доза рабочего раствора средства «ДеФлок», 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 химической стабильности препарата контроль за остаточными концентрациями следует производить не менее 1 раза в сутки.

3.4.5. Производственный контроль за остаточной концентрацией средства «ДеФлок» в очищенной и обеззараженной воде осуществляется фотокolorиметрическим методом (п.3 Приложения к 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 (п. 2. Приложения к настоящей Инструкции).

### 3.5. Обеззараживание сточных вод

3.5.1. Обеззараживание сточных вод осуществляют на заключительном этапе их очистки, поскольку эффект существенно зависит от качества поступающего на обеззараживание стока. Эффективность действия дезинфицирующего средства «ДеФлок» напрямую зависит от физико-химических показателей обрабатываемой воды, уровня микробного загрязнения, места внесения (точки дозации) реагента, степень смешивания и время контакта.

3.5.2. Введение рабочего раствора осуществляют после вторичных отстойников перед контактными резервуарами. Эффективную дозу средства «ДеФлок» определяют

экспериментальным путем в зависимости от уровня микробного и химического загрязнения сточных вод. Оптимальная эффективность обеззараживания обеспечивается соблюдением требований, представленных в таблице 3.

**Таблица 3.** Требования к качеству сточных вод, поступающих на обеззараживание.

	Показатели	Величина показателя
1	Взвешенные вещества мг/л	10-15
2	Цветность, гр.	не более 80
3	pH	6,5—9,5
4	ХПК, мгО <sub>2</sub> /л	не более 50
5	БПК <sub>5</sub> , мгО <sub>2</sub> /л	не более 10

3.5.3. Индикаторным показателем для определения эффективной дозы является количество взвешенных веществ. Объём вводимого реагента увеличивается или уменьшается во столько раз, во сколько увеличивается или уменьшается количество взвешенных веществ. Рекомендуемая ориентировочная доза по ПГМГ-ГХ – 0,20 мг/л, время контакта не менее 30 минут.

3.5.4. Вводимая доза рабочего раствора и время контакта должны обеспечить соответствие качества сточных вод по микробиологическим показателям требованиям таблицы 4.

**Таблица 4.** Требования к 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	100	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.

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

3.5.6. Производственный контроль за остаточной концентрацией средства в очищенной и обеззараженной сточной воде осуществляют фотоколориметрическим методом (п. 3. Приложения к 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 (п. 2. Приложения к настоящей Инструкции).

3.5.7. Контроль за остаточной концентрацией препарата «ДеФлок» 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 «ДеФлок» составляет 0,20 – 0,29 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). (Расчёт количества вводимого реагента в производственных условиях рекомендуется производить согласно пункту 3.4.3.)

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 «ДеФлок» следует производить в приемную камеру охлаждаемой воды (допускается рассредоточенный ввод в нескольких точках системы) из расчёта:

- 1) единовременно на общий объём воды, находящейся в системе, вносится шоковая доза реагента из расчёта 0,29 мг/л (по ПГМГ-ГХ);
- 2) в поступающую подпиточную воду вносится реагент из расчёта 0,29 мг/л (по ПГМГ-ГХ);
- 3) 1 раз в сутки на общий объём воды, находящейся в системе, дополнительно вносится реагент из расчёта 0,04 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.7.2. В зависимости от качества подпиточной воды и характеристик самой системы количества вводимого реагента могут меняться (расчёт количества вводимого реагента в производственных условиях рекомендуется производить по пункту 3.4.3.), но при этом остаточное количество препарата в воде должно быть не менее 0,10 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. Обеззараживание воды в системах горячего водоснабжения**

3.8.1. При обеззараживании воды в системах горячего водоснабжения дозирование раствора средства «ДеФлок» осуществляется непосредственно в систему после нагревателей (бойлеров) из расчёта 0,10 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.8.2. Обеззараживание воды в открытых системах горячего водоснабжения с использованием дезинфицирующего средства «ДеФлок» 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 систем горячего водоснабжения, подаваемой населению, не более 0,1 мг/л по ПГМГ-ГХ.

3.8.4. Производственный контроль за остаточной концентрацией средства «ДеФлок» в очищенной и обеззараженной воде осуществляют фотоколориметрическим методом (п. 3. Приложения к 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 (п.2. Приложения к 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 2.1.4.1074-01.

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

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

3.9.5. Произвести замер связанного и свободного хлора, в случае его наличия провести нейтрализацию химическим путём до нулевого уровня.

3.9.6. Рассчитать объём бассейна (длина × ширина × глубина) для более точного определения необходимого количества препарата.

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

3.9.8. Начальная доза рабочего раствора средства составляет не менее 0,20 мг/л (по ПГМГ-ГХ), но не более 0,44 мг/л (по ПГМГ-ГХ).

3.9.9. Включить систему рециркуляции на 24–48 часов для полного перемешивания раствора средства «ДеФлок» с водой.

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

3.9.11. Использование средства «ДеФлок» 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.

3.9.12. Периодичность внесения рабочего раствора средства «ДеФлок» в воду бассейна или аквапарка должна определяться по результатам полуколичественного анализа с

использованием микролаборатории (индикаторный набор) (п.1 Приложения к настоящей Инструкции).

3.9.13. Доза препарата в воде сохраняется в течение 7–14 суток.

3.9.14. Ввиду высокой химической стабильности препарата контроль за остаточными концентрациями следует производить не менее 1 раза в сутки полуколичественным анализом с использованием микролаборатории (индикаторный набор) ( п. 1 Приложения к настоящей Инструкции).

3.9.15. Производственный контроль за остаточной концентрацией средства «ДеФлок» в воде осуществляется фотоколориметрическим методом (п.3. Приложения к настоящей Инструкции).

3.9.16. При возникновении спорных ситуаций и по эпидемическим показаниям определение концентрации средства «ДеФлок» (по ПГМГ-ГХ) должно осуществляться арбитражным методом (п. 2. Приложения к 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 «ДеФлок», концентрация ПГМГ-ГХ в этом объекте не должна превышать 0,1 мг/л и алкилдиметилбензиламмоний хлорида – 0,3 мг/л.

#### **4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ**

**4.1.** К работе со средством «ДеФлок» 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 «ДеФлок» 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 «ДеФлок» характеризуют по следующим показателям качества: внешний вид, цвет, рН 1 % водного раствора, массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида и полигексаметиленгуанидина (таблица 5).

**Таблица 5.** Показатели качества дезинфицирующего средства «ДеФлок»

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 (рН)	7,5±1,0
Массовая доля полигексаметиленгуанидина гидрохлорида, %	41,4±4,14
Массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида, %	8,6±0,86
Содержание гексаметиленмина в средстве*, не более, г/кг ПГМГ-ГХ	0,7

Примечание: «\*» - в соответствии с требованиями МУ 2.1.4.1060-01.

Методы анализа предоставлены фирмой-производителем.

**6.2. Определение внешнего вида средства.** Внешний вид средства «ДеФлок» 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 (рН).** рН 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<sup>3</sup> 0,1 % водного раствора метиленового синего, 7,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, 110 г натрия сульфата десятиводного и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора додецилсульфата натрия прибавляют 40 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем 20 см<sup>3</sup> раствора индикатора и 15 см<sup>3</sup> 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 «ДеФлок» от 7,0 г до 10,0 г, взятую с точностью до 0,0002 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и объем доводят дистиллированной водой до метки.

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> раствора додецилсульфата натрия, прибавляют 45 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 20 см<sup>3</sup> раствора индикатора и 15 см<sup>3</sup> хлороформа. После взбалтывания получается двухфазная жидкая система с нижним хлороформным слоем, окрашенным в синий цвет. Ее титруют приготовленным раствором анализируемой пробы средства «ДеФлок» 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<sup>3</sup> раствора додецилсульфата натрия концентрации точно С (C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>SO<sub>4</sub>Na) = 0,004 моль/дм<sup>3</sup> (0,004 н.), г;

V – объем титруемого раствора додецилсульфата натрия концентрации С (C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>SO<sub>4</sub>Na) = 0,004 моль/дм<sup>3</sup> (0,004 н.), равный 5 см<sup>3</sup>;

K – поправочный коэффициент раствора додецилсульфата натрия концентрации С (C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>SO<sub>4</sub>Na) = 0,004 моль/дм<sup>3</sup> (0,004 н.);

50 – коэффициент разведения навески;

V<sub>1</sub> – объем раствора средства «ДеФлок», израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

m – масса анализируемой пробы, г;

За результат анализа принимают среднее арифметическое 3 определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допустимое 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 аналитические типа АДВ-200.
- Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 (или аналогичный).
- Полуавтоматическая микробюретка на 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см.
- Колба мерная по ГОСТ 1770-90, вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.
- Колбы конические по ГОСТ 25336-82, вместимостью 50-150 см.
- Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>.
- Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82, тип СВ, вместимостью 50 см<sup>3</sup>.
- Воронки делительные вместимостью 50-100см<sup>3</sup>.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Ртуть азотнокислая (окисная) по ГОСТ 4520-68, 0,02н. раствор.
- Кислота азотная по ГОСТ 4461-67, 0,5н. раствор.
- Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, «хч».
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, «чда», водный раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 25794.1-83.
- Ацетон по ГОСТ 2603-79, «чда».
- Пиридин по ГОСТ 13647, «чда».
- Дифенилкарбазон, индикатор, 1% раствор в этаноле.
- Фенолфталеин, индикатор, 0,1% раствор в этаноле.
- Этиловый спирт по ГОСТ 5964-82.
- Хлороформ по ТУ 6-09-4263-76.
- Водный раствор гидрохлорида гуанидина с концентрацией ~2мг/см .
- Борно-щелочной буферный раствор с рН=9,0.
- Раствор индикатора бромтимолового синего (0,4% в 20% этаноле).

### 6.5.2. Подготовка к анализу.

6.5.2.1. Проведение анализа должно быть выполнено при соблюдении санитарных правил и правил безопасности, принятых для работы с химическими веществами. Мерная посуда, используемая в работе, должна быть прокалибрована.

6.5.2.2. Приготовление 0,02н. раствора  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$ .

Навеску соли ртути около 3,3г растворяют в 0,5см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты  $\text{HNO}_3$  и 5 см<sup>3</sup> воды, после чего количественно переносят в мерную колбу на 1 дм<sup>3</sup>, доводя в колбе раствор до метки дистиллированной водой. Титр 0,02н. раствора азотнокислой ртути определяют по хлориду натрия. Для этого навеску  $\text{NaCl}$  около 0,1 г, взятую на аналитических весах, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 50 см<sup>3</sup>. Из колбы отбирают пипеткой 5-10 см<sup>3</sup> раствора, приливают 10см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> 0,5н. раствора азотной кислоты, 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до бледно-розового окрашивания.

Действительную концентрацию раствора азотнокислой ртути (N) рассчитывают по формуле:

$$N = \frac{m}{V \cdot 58,45}$$

где m - навеска хлорида натрия в аликвотной части раствора, мг;

V - объём раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование (с учётом поправки на холостое титрование - 1-2 капли), см<sup>3</sup>.

Приготовление борно-щелочного буферного раствора с рН=9,0. Навеску 0,62г борной кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> 0,1н. раствора хлористого калия. К этому раствору приливают 42 см<sup>3</sup> 0,1н. раствора гидроксида натрия и перемешивают.

### 6.5.3. Проведение анализа:

Навеску образца ( $m_1$ ) около 1г, взятую на аналитических весах, помещают в коническую колбу (или бюкс с крышкой) на  $50\text{см}^3$ , приливают  $19\text{см}^3$  дистиллированной воды, которую также взвешивают ( $m_2$ ). После растворения образца (примерно 1 час) рассчитывают концентрацию полимера в раствор

$$C = \frac{m_1}{m_1 + m_2}, \text{ г/г}$$

Раствор используют для анализа.

#### 6.5.3.1. Определение общего хлора

В коническую колбу вместимостью  $100-150\text{ см}^3$  отбирают навеску около 1 г приготовленного раствора полимера, приливают  $20\text{см}^3$  дистиллированной воды, добавляют пипеткой  $1\text{см}^3$  0,5н. раствора азотной кислоты и титруют 0,02н. раствором нитрата ртути в присутствии 5-10 капель индикатора дифенилкарбазона до бледно-розового окрашивания ( $V_0$ ).

В аналогичных условиях проводят холостой опыт ( $V_x$ ).

Массовую долю общего хлора ( $\Sigma Cl$ , %) рассчитывают по формуле

$$\Sigma Cl = \frac{(V_0 - V_x) \cdot N \cdot 35,45}{m \cdot C \cdot 10}$$

где  $V_0$  и  $V_x$  - расход 0,02н. раствора нитрата ртути на титрование соответственно рабочего и холостого опытов,  $\text{см}^3$ ;

$N$  - действительная концентрация раствора нитрата ртути, г-экв/ $\text{дм}^3$ ;

$m$  - навеска раствора полимера, г;

$C$  - концентрация полимера в растворе, г/г.

За результат принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

#### 6.5.3.2. Определение хлора за счёт примесей гидрохлоридов аминов.

В коническую колбу вместимостью  $100-150\text{ см}^3$  отбирают навеску (около 5 г) приготовленного раствора ПГМГ-ГХ, приливают  $15\text{ см}^3$  ацетона,  $5\text{ см}^3$  пиридина,  $1\text{ см}^3$  воды и титруют в присутствии 5-10 капель индикатора фенолфталеина 0,1н. водным раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски ( $V'_0$ ).

Параллельно проводят холостой опыт ( $V'_x$ ).

Массовую долю хлора за счёт примесей гидрохлоридов аминов ( $Cl_{\text{пр.1,2}}$ ) рассчитывают по формуле

$$Cl_{\text{пр.1,2}} = \frac{(V'_0 - V'_x) \times N' \times 35,45}{m' \times C \times 10},$$

где  $V'_0$  и  $V'_x$  - объём 0,1н. раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование соответственно рабочего и холостого опытов,  $\text{см}^3$ ;

$N'$  - действительная концентрация раствора гидроксида натрия, г-экв/ $\text{дм}^3$ ;

$m'$  - навеска раствора полимера, г;

$C$  - концентрация полимера в растворе, г/г.

За результат принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

#### 6.5.3.3. Определение хлора за счёт примеси мономерного гидрохлорида гуанидина (ГХГ)

Отбирают в одну из трёх делительных воронок пипеткой  $0,5\text{ см}^3$  исходного раствора

ПГМГ-ГХ, во вторую - 0,5 см<sup>3</sup> раствора ПГМГ-ГХ и 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гуанидина и в третью - 1 см<sup>3</sup> раствора ПГМГ-ГХ. Во всех воронках объём водной фазы доводят до 2 см<sup>3</sup>. Затем в каждую из делительных воронок приливают по 3 см<sup>3</sup> буферного раствора с рН=9,0, по 1 см<sup>3</sup> раствора индикатора бромтимолового синего и по 3,0 см<sup>3</sup> этилового спирта. Содержимое воронок слегка перемешивают, после чего прибавляют пипеткой по 5 см<sup>3</sup> хлороформа, встряхивают 30 сек и дают отстояться в течение 10-15 мин. После расслаивания фаз нижний (хлороформный) слой сливают в коническую колбу, приливают 0,2 см<sup>3</sup> этанола и фотометрируют на колориметре КФК-2 ( $\lambda = 400$  нм,  $l=10$  мм), получая значения оптических плотностей  $D_{0,5}$ ,  $D_{0,5+d}$  и  $D_{1,0}$ .

После этого рассчитывают оптическую плотность холостого опыта ( $D_x$ ), значение оптической плотности за счёт полимера ( $D_0$ ) и прирост оптической плотности ( $\Delta D$ ) от введённой добавки ГХГ ( $Q$ , мг)

$$\begin{aligned} D_x &= 2D_{0,5} - D_{1,0} \\ D_0 &= D_{0,5(1,0)} - D_x \\ \Delta D &= D_{0,5+d} - D_{0,5} \end{aligned}$$

Отсутствие разности в оптических плотностях  $D_{0,5(1,0)}$  и  $D_x$  свидетельствует об отсутствии данной примеси в полимере. В этом случае опыт с добавкой ГХГ не проводят.

Массовую долю гидрохлорида гуанидина (ГХГ, %) или хлора за счёт этой примеси ( $Cl_{пр.3}$ , %) в полимере рассчитывают по формулам

$$ГХГ = \frac{Q \cdot (D_0 - D_x) \cdot 100}{\Delta D \cdot m},$$

$$Cl_{пр.3} = \frac{ГХГ \cdot 35,45}{95,6},$$

где  $m$  - навеска ПГМГ-ГХ в 0,5 или 1,0 см<sup>3</sup> раствора, мг;

$Q$  - количество ГХГ в 0,5 см<sup>3</sup> раствора (добавка), мг;

другие обозначения - см. выше.

За результат принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений 0,5 и 1,0 см<sup>3</sup> раствора полимера. Погрешность опыта по хлору составляет  $\pm 0,2\%$  абс.

#### 6.5.4. Расчёт количества основного вещества полигексаметиленгуанидин гидрохлорида

6.5.4.1. Массовую долю основного вещества ( $X$ , %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{[\Sigma Cl - (Cl_{пр.1,2} + Cl_{пр.3})] \cdot 177,7}{35,45} = (\Sigma Cl - \Sigma Cl_{пр}) \cdot 5,013$$

где  $\Sigma Cl$  - массовая доля общего хлора в полимере, %;

$Cl_{пр.1,2}$  и  $Cl_{пр.3}$  - массовая доля хлора за счёт примесей в полимере соответственно гидрохлоридов аминов и гуанидина, %;

35,45 и 177,7 - эквивалентные массы соответственно хлора и элементарного звена полигексаметиленгуанидин гидрохлорида.

### 6.6. Методика определения гексамеленимина в полигексаметиленгуанидине гидрохлориде

6.6.1. Методика предназначена для определения гексамеленимина 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. %.

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

**6.6.3.** Характеристики погрешности измерений. Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2):  $U_{отн} = 40\%$ <sup>1</sup>

#### **6.6.4. 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” – “Y – отношение  $E = S/S^{is}$ ” строят прямую вида  $E = aD + b$ . С помощью параметров  $a$  и  $b$  определяют концентрацию гексаметиленимина в анализируемой пробе.

#### **6.6.5. Средства измерений, реактивы и материалы**

##### **6.6.5.1. Средства измерений**

- 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.
- Колонка хроматографическая капиллярная SGE Forte 30 м \* 0,25 мм с неподвижной жидкой фазой ВРХ-5 0.25 мкм.
- Система обработки данных MSD ChemStation или аналогичная.
- Шприцы аналитические вместимостью 1, 10 и 500 мкл фирмы “Hamilton” или аналогичные.
- Весы аналитические ВЛР-200 2 класса точности по ГОСТ 24104 или другого типа, равноценные по точности.
- Шкаф сушильный с терморегулятором типа СНОЛ, ТУ 16-531-299-78 или другой с аналогичными характеристиками.
- Колбы мерные 2-50-2 ГОСТ 1770-74.
- Пробирки стеклянные с крышками вместимостью 1,5 – 2 мл.
- Центрифуга лабораторная СМ-6 (ELMI), или аналогичная.

---

<sup>1</sup>Соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ):  $\Delta = \pm 20\%$

<sup>2</sup> При содержании гексаметиленимина в полимере, близком к границам диапазона измеряемых концентраций (п.1) может потребоваться кратное количество внутреннего стандарта. При концентрации

Допускается применение других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в п. 6.6.5.1.

#### 6.6.5.2. Реактивы и материалы

- Гексаметиленмин, 99% (Acros, номер в каталоге 1205900)
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, чда
- Бензоилхлорид по ТУ 6-09-4114-83 ч
- Гексан по ТУ 2631-002-05807999-98 хч
- Дейтерофенантрен, производство Sigma-Aldrich, 99+%
- 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. 6.6.5.2.

#### **6.6.6. Требования безопасности**

6.6.6.1. 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. Гидрометеиздат. 1983

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

#### **6.6.7. Требования к квалификации персонала**

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

6.6.7.2. 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.

6.6.7.3. 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.

#### **6.6.8. Подготовка к выполнению измерений**

##### 6.6.8.1. 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  $25^{\circ}\text{C}$ ; напряжение в сети питания переменного тока  $220 \pm 22\text{ В}$ ; концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

##### 6.6.8.2. Подготовка посуды

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

##### 6.6.8.3. Приготовление растворов

###### *6.6.8.3.1. Исходный раствор определяемого (с массовой концентрацией $1\text{ г/дм}^3$ ) вещества.*

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

6.6.8.3.2. *Раствор внутреннего стандарта – пердеитерофенантрена (с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>).*

В мерной колбе на 50 см<sup>3</sup> 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.

6.6.8.3.3. *Раствор гидроксида натрия (7 моль/л).*

В мерной колбе на 50 см<sup>3</sup> 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.

6.6.8.3.4. *Рабочий раствор полимера (с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>).*

В мерной колбе на 50 см<sup>3</sup> 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.

6.6.8.4. 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.

### **6.6.9. Выполнение измерений.**

6.6.9.1. Для измерения концентрации гексаметиленимина в полимере в четыре стеклянных пробирки шприцем вносят по 500 мкл исходного раствора полимера, содержащего гексаметиленимин, и по 1 мкл раствора внутреннего стандарта<sup>2</sup>. 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. 6.6.9.2. 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**

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°C

Время задержки растворителя – 150 с

Скорость сбора данных – 10 спектров/с

### **Параметры хроматографа**

Температура инжектора – 280°C

Скорость потока гелия 1 мл/мин

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

---

<sup>2</sup> При содержании гексаметиленимина в полимере, близком к границам диапазона измеряемых концентраций (п.1) может потребоваться кратное количество внутреннего стандарта. При концентрации порядка 10<sup>-1</sup>% вносят 10 мкл стандарта, ниже 5·10<sup>-3</sup>% – 0,1 мкл.

6.6.9.2. Для каждого раствора измеряют площадь пика  $S_i$  на масс-хроматограмме, построенной по току характеристического фрагментного иона N-бензоилгексаметиленмина 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  $\bar{E}_i$  для каждого раствора, как среднее арифметическое результатов двух измерений. Величина добавки считается правильной в том случае, если величины  $\bar{E}_1, \bar{E}_2, \bar{E}_3$  лежат в диапазоне  $1,5\bar{E}_0 \leq \bar{E}_i \leq 4\bar{E}_0$ , где  $\bar{E}_0$  - 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:

$$\frac{E_i^{\max} - E_i^{\min}}{\bar{E}_i} \times 100 \leq K_D \quad (1)$$

где  $E_i^{\max}, E_i^{\min}$  и  $\bar{E}_i$  – 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:

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

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

где  $\bar{E}_i$  – 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.

#### 6.6.10. Обработка результатов измерений

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

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

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

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

Зная величину  $m$  из уравнения (5) проводят второе измерение концентрации гексаметиленмина в полимере согласно п.8, используя добавки  $1m$ ,  $2m$  и  $3m$ . Вновь вычисляют концентрацию гексаметиленмина в полимере  $\omega_2$ . Вычисляют среднее значение массовой доли определяемого вещества для 2 измерений:

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

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

$$\frac{|\omega_1 - \omega_2|}{\bar{\omega}} \times 100 \leq d_n \quad (7)$$

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

Для двух измерений  $d_n = 25$  %.

#### **6.6.11. Оформление результатов измерений**

Результат измерения массовой концентрации определяемого вещества представляют в следующей форме:

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

## **7. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ, ХРАНЕНИЕ, УПАКОВКА**

**7.1.** Дезинфицирующее средство «ДеФлок» транспортируют всеми видами транспорта без специальных ограничений в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на этих видах транспорта.

**7.2.** Препарат хранят в складских помещениях вдали от нагревательных приборов и открытого огня при температуре  $0^0$  до  $+35^0\text{C}$ . После размораживания потребительские свойства средства сохраняются.

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

**7.4.** Средство выпускается в канистрах полиэтиленовых вместимостью  $1\text{дм}^3$ ,  $3\text{дм}^3$ ,  $5\text{дм}^3$ ,  $10\text{дм}^3$ ,  $20\text{дм}^3$  с плотно завинчивающимися крышками, в бочках полимерных полиэтиленовых с навинчивающейся крышкой вместимостью  $40\text{дм}^3$ ,  $65\text{дм}^3$ ,  $227\text{дм}^3$ , пластиковые ёмкости вместимостью  $1000\text{дм}^3$  в обрешётке, стально-сварных бочках вместимостью  $200$  и  $250\text{дм}^3$ .

## **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 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 «ДеФлок», концентрация ПГМГ-ГХ в этом объекте не должна превышать 0,03 мг/л.

## 9. 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.
8. Санитарно-эпидемиологический надзор за использованием синтетических полиэлектролитов в практике питьевого водоснабжения. Методические указания 2.1.4.1060-01. М., 2001.
9. Приказа Росрыболовства от 18 января 2010 г. № 20 "Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения".

**СОГЛАСОВАНО**

Разработчик



Щерба А.С.