

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВАЛ-КО»
С. В. Вильямс Ковальчук С.И.
« 23 » апрель 2011 г.



ИНСТРУКЦИЯ 08/11

по применению дезинфицирующего средства «DUTRION» («Дутрион») – 0,2% раствора диоксида хлора (производство Нидерланды), предназначенного для обработки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, в том числе в пищевой промышленности, животноводства и птицеводства, водооборотных и охлаждающих промышленных вод, сточных вод.

«СОГЛАСОВАНО»
Директор ФГБУ «НИИ ЭЧ и ГОС
им. А.Н.Сысина»
Минздравсоцразвития России,
академик РАМН
Ю.А. Рахманин
« 25 » апрель 2011 г.



ИНСТРУКЦИЯ

по применению дезинфицирующего средства «DUTRION» («Дутрион») – 0,2% раствора диоксида хлора (производство Нидерланды), предназначенного для обработки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, в том числе в пищевой промышленности, животноводства и птицеводства, водооборотных и охлаждающих промышленных вод, сточных вод.

Инструкция разработана в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Научно-исследовательском институте экологии человека и гигиены окружающей среды им. А.Н. Сысина» Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации совместно с ООО «ВАЛ-КО» (Россия). Авторы: д.м.н. З.И. Жолдакова, к.б.н. Е.А. Тульская (ФГБУ «НИИ ЭЧ и ГОС им. А.Н. Сысина» Минздравсоцразвития России); Фёдорова Т.К. (ООО «ВАЛ-КО»).

1. Общие сведения

1.1. Описание средства.

Дезинфицирующее средство «DUTRION» получают на месте его применения путем последовательного растворения в определённом объёме воды двух компонентов «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B» или путем растворения таблетки в определённом объёме воды. Средство «DUTRION» имеет желтый цвет и запах похожий на хлор; химический состав средства – жидкий диоксид хлора (CAS № 10049-04-04) – 0,2 % (2 г/л). Растворы дезинфицирующего средства «DUTRION», полученные из «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», а также из «DUTRION таблетки» не являются взрывоопасными.

В таблице 1 приведено описание компонентов для получения дезинфицирующего средства «DUTRION».

Таблица 1.

Описание компонентов А и Б для получения дезинфицирующего средства «DUTRION (0,2 % раствор диоксида хлора)».

Наименование компонента	Описание компонента	Действующее вещество	№ CAS/ EC
«DUTRION Component A»	Порошкообразная смесь	Хлорит натрия 30-60 %	7758-19-2/ 231-836-6
		Хлорат натрия 10-30%	7775-09-9/ 231-887-4
		Карбонат натрия 5-10%	497-19-8/ 207-838-8
«DUTRION Component B»	Порошкообразная смесь	Бисульфат натрия 30-60 %	7681-38-1/ 231-665-7

Компоненты расфасованы в специальные упаковки, в количествах, необходимых для приготовления дезинфицирующего средства «DUTRION» (0,2% раствор диоксида хлора).

Дезинфицирующее средство «DUTRION» готовят строго в соответствии со следующей Инструкцией по приготовлению средства:

1. Перед работой изучить паспорт безопасности для компонента А и компонента Б.
2. Соблюдать осторожность как при работе с отравляющими веществами, никогда не смешивать компоненты в открытых контейнерах и ёмкостях.
3. Использовать индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, перчатки).
4. Обязательно вентилировать помещение во время подготовки раствора и при его хранении.
5. Использовать для приготовления раствора только пригодную для питья воду с температурой не выше 40 °С.

6. Обязательно укажите дату приготовления раствора на этикетке на стенке ёмкости.

7. Выполнять все действия поэтапно для получения правильного состава и количества конечного раствора.

Шаг 1

- По таблице на этикетке выбрать необходимую дозировку.
- В специальный контейнер добавить строго заданное количество питьевой воды в соответствии с указанным на этикетке (0,5 л, 1 л, 10 л и т.д.).
- Оптимальная температура воды в контейнере 20 °С.

Шаг 2

- В контейнер с подготовленной водой медленно добавить «DUTRION порошок Компонент А». ОСТОРОЖНО: не вдыхать пары над контейнером.
- Затем медленно добавить компонент «DUTRION порошок Компонент Б». ОСТОРОЖНО: не вдыхать пары над контейнером.
- Быстро закрыть плотной крышкой контейнер.
- Не размешивать и не встряхивать контейнер.
- Выдержать время согласно инструкции в таблице температуры воды и времени реакции.

Шаг 3

- После прохождения реакции: маленькие контейнеры мягко встряхнуть, если использовались большие контейнеры, медленно размешать (ОСТОРОЖНО при перемешивании).
- Раствор готов к дальнейшему дозированию.
- Дальнейшее хранение осуществлять в закрытых ёмкостях, в прохладном и тёмном месте.

Газ диоксида хлора может концентрироваться в открытом пространстве ёмкости после того как оба порошкообразных ингредиента добавлены в воду. В связи с этим, необходимо разбавлять приготовленный раствор в хорошо вентилируемом помещении.

В таблице 2 указаны основные компоненты, входящие в состав «DUTRION диоксид хлора в таблетках».

Таблица 2.

Химические компоненты дезинфицирующего средства «DUTRION диоксид хлора в таблетках».

Наименование компонента	Содержание, %	№ CAS
Хлорит натрия	24	7758-19-2
Бисульфат натрия	40	7681-38-1

Дезинфицирующее средство «DUTRION диоксид хлора в таблетках» готовят строго в соответствии с Инструкцией по приготовлению средства:

1. Перед работой изучить паспорт безопасности для «DUTRION диоксид хлора в таблетках».
2. Соблюдать осторожность как при работе с отравляющими веществами, никогда не смешивать компоненты в открытых контейнерах и ёмкостях.
3. Использовать индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, перчатки).
4. Обязательно вентилировать помещение во время подготовки раствора и при его хранении.
5. Использовать для приготовления раствора только пригодную для питья воду с температурой не выше 40 °С.
6. Обязательно укажите дату приготовления раствора на этикетке на стенке ёмкости.

7. Выполнять все действия поэтапно для получения правильного состава и количества конечного раствора.

Шаг 1

- По таблице на этикетке выбрать необходимую дозировку.
- В специальный контейнер добавить строго заданное количество питьевой воды в соответствии с указанным на этикетке (0,5 л, 1 л, 10 л и т.д.).
- Оптимальная температура воды в контейнере 20 °С.

Шаг 2

- В контейнер с подготовленной водой медленно добавить все содержимое фольгированного пакета. **ОСТОРОЖНО**: не вдыхать пары над контейнером.
- Быстро закрыть плотной крышкой контейнер.
- Не размешивать и не встряхивать контейнер.
- Выдержать время согласно инструкции в таблице температуры воды и времени реакции.

Шаг 3

- После прохождения реакции: маленькие контейнеры мягко встряхнуть, если использовались большие контейнеры, медленно размешать (**ОСТОРОЖНО** при перемешивании).
- Раствор готов к дальнейшему дозированию.
- Дальнейшее хранение осуществлять в закрытых ёмкостях, в прохладном и тёмном месте.

Таблица температуры воды и времени реакции.

Температура воды	Время реакции	Комментарии
40 °С	< 10 минут	Максимальная температура
30 °С	< 20 минут	-
20 °С	< 30 минут	Оптимальная температура
10 °С	> 60 минут (до 6 часов)	Длительное время реакции

Срок хранения «DUTRION 0,2% раствор диоксида хлора» – не менее 8 недель при соблюдении условий хранения.

Раствор диоксида хлора «DUTRION» содержит 2 г/л диоксида хлора, что не является взрывоопасным веществом на любой стадии изготовления.

1.2. Биологическая активность.

Дезинфицирующее средство «DUTRION» обладает бактерицидной (*Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis*, *Ent. faecalis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis*, *Salmonella enteritidis*, *Salmonella infantis*), вирулицидной (коли-фаги) активностью, а образующиеся при его трансформации в воде хлориты – бактериостатическим действием.

1.3. Токсикологические показатели.

1.3.1. Дезинфицирующее средство «DUTRION» по степени воздействия на организм человека, в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76, относится ко 2 классу высоко опасных веществ (LD₅₀ 140 мг/кг) при введении в желудок. В неразбавленном виде сильный окислитель. В высоких концентрациях обладает раздражающим действием на кожу, слизистые оболочки и дыхательные пути, вызывает химические ожоги; при попадании внутрь повреждает эритроциты, снижает уровень гемоглобина, гематокрита, окисляет гемоглобин до метгемоглобина; угнетает образование гормонов щитовидной железы; обладает эмбриотоксическим действием, оказывает влияние на репродуктивную функцию. Длительное вдыхание приводит к развитию хронического бронхита и отека легких.

1.3.2. В окружающей среде дезинфицирующее средство «DUTRION» в высоких концентрациях может вызывать поражение живых организмов, разрушать растительные

ткани. При попадании в водные объекты вызывает изменение органолептических свойств воды, процессов самоочищения воды водных объектов.

1.3.3. Для дезинфицирующего средства «DUTRION» и продуктов его трансформации установлены следующие гигиенические нормативы:

ПДК_{р.г.} диоксида хлора – 0,1 мг/м³, 1 класс опасности;

ОБУВ_{а.в.} диоксида хлора – 0,01 мг/м³;

ПДК_{в.в.} диоксида хлора – не установлена из-за его полной трансформации в воде до хлоритов и хлоратов;

ПДК_{в.в.} хлоритов – 0,2 мг/дм³, 3 класс опасности;

ПДК_{в.в.} хлоратов – 20 мг/дм³, 3 класс опасности;

2. Назначение

2.1. Дезинфицирующее средство «DUTRION» – 0,2% раствора диоксида хлора (производство Нидерланды), предназначено для обработки и обеззараживания воды в системах хозяйственно-питьевого водоснабжения, животноводства и птицеводства, водооборотных и охлаждающих промышленных вод, сточных вод.

3. Способ применения

Полученный диоксид хлора подается в дозах, зависящих от цели дезинфекции.

3.1. Дезинфицирующее средство «DUTRION», применяется в виде водного раствора. Способ применения – с помощью специальных дозаторов. Дозирование диоксида хлора в воду осуществляется посредством системы разбавления, обеспечивающей эффективный контакт дезинфицирующего средства с водой и автоматизированный контроль над процессом дозирования.

3.2. При подготовке питьевой воды рабочая доза дезинфицирующего средства «DUTRION» и время контакта его с водой должны обеспечивать соответствие качества воды СанПиН 2.1.4.1074-01 и ГН 2.1.5.1315-03:

- по содержанию хлоритов – 0,2 мг/л;
- по микробиологическим показателям – ТКБ – отсутствие в 100 мл, ОКБ – отсутствие в 100 мл, ОМЧ – не более 50 КОЕ в 1 мл, колифаги – отсутствие в 100 мл, споры сульфитредуцирующих клостридий – отсутствие в 20 мл, цисты лямблий – отсутствие в 50 л.

3.3. Максимальная расчётная доза дезинфицирующего средства «DUTRION», вводимая в процессе подготовки воды, должна определяться на основании результатов микробиологических исследований, а также с учетом реальных условий образования хлоритов и наличия методов обработки воды, обеспечивающих уровень хлоритов в очищенной воде – 0,2 мг/л (ГН 2.1.5.1315-03).

3.4. Контроль дозирования средства «DUTRION» в обрабатываемую воду и его остаточного содержания в воде, подаваемой потребителю, должен осуществляться постоянно.

3.5. Применение дезинфицирующего средства «DUTRION» для обеззараживания оборотных вод и систем охлаждения оборудования проводят в соответствии с технологиями, применяемыми на очистных сооружениях. Способ применения средства зависит от состава и свойств оборотных вод, технологии очистки и обеззараживания в конкретных системах охлаждения оборудования.

3.6. Для определения оптимальной рабочей дозы средства «DUTRION» при обеззараживании воды в системах технического водоснабжения и оборотной воды в системах охлаждения оборудования необходимо проводить эмпирические исследования эффективности дезсредства (но не менее 1,0 мг/л и времени контакта не менее 24 часов). При этом необходимо учитывать требования МУ 2.1.5.1183-03: для закрытых систем промышленного водоснабжения – ОКБ – не более 500 КОЕ/100 мл; ТКБ – не более 100 КОЕ/100 мл; колифаги – не более 100 БОЕ/100 мл; для открытых систем промышленного водоснабжения – ОКБ – не более 20 КОЕ/100 мл; ТКБ – не более 100 КОЕ/10 мл; колифаги –

не более 10 БОЕ/100 мл; содержание хлоритов – 0,2 мг/л.

3.7. Для определения оптимальной рабочей дозы средства «DUTRION» при обеззараживании сточных вод необходимо проводить эмпирические исследования эффективности дезсредства (но не менее 1,0 мг/л и времени контакта не менее 24 часов). При этом необходимо учитывать требования МУ 2.1.5.800-99: сточные воды, отводимые в водные объекты – ОКБ – не более 100 КОЕ/100 мл; колифаги – не более 100 БОЕ/100 мл; ТКБ – не более 100 КОЕ/100 мл; фекальные стрептококки – не более 10 КОЕ/100 мл; патогенные микроорганизмы – отсутствие; содержание хлоритов – 0,2 мг/л; сточные воды, используемые для орошения – ОКБ – не более 1000 КОЕ/100 мл; патогенные микроорганизмы – отсутствие; содержание хлоритов – 0,2 мг/л.

3.8. Для использования средства «DUTRION» при применении на птицефабриках и в животноводстве для устранения биопленки из систем снабжения водой необходимо провести предварительную промывку системы в соответствии с «Регламентом применения средства «DUTRION». Способ применения и дозы применения средства зависят от состава и свойств воды.

3.9. После сброса в водный объект всех видов вод (воды из систем промышленного водоснабжения и оборотной воды в системах охлаждения, сточных вод), обеззараженных с использованием средства «DUTRION», вода в этом объекте должна соответствовать требованиям ГН 2.1.5.1315-03 и СанПиН 2.1.5.980-00:

- по содержанию хлоритов – 0,2 мг/л.;
- по содержанию галогенсодержащих соединений - не выше ПДК;
- по микробиологическим показателям – ТКБ – не более 100 КОЕ /100 мл; ОКБ – не более 1000 КОЕ/мл (для питьевого и хозяйственно-бытового водоснабжения) или 500 КОЕ/см (для рекреационного водопользования); колифаги - не более 100 БОЕ/100 мл; жизнеспособные яйца гельминтов (аскарид, власоглав, токсокар, фасциол), онкосферы тениид и жизнеспособные цисты патогенных кишечных простейших – не должны содержаться в 25 л воды; возбудители кишечных инфекций – отсутствие.

4. Меры предосторожности и безопасности

4.1. Проблемы безопасности диоксида хлора связаны с его взрывоопасностью при содержании в воздухе при нормальных условиях выше 10% от объема. Критические концентрации диоксида хлора в воздухе могут ожидать в газовом пространстве над водным раствором диоксида хлора с концентрацией выше 8 г/л (при температуре 20⁰С).

4.2. Все оборудование, соприкасающееся с химически активными веществами (соляная кислота, хлорит натрия, диоксид хлора) должно быть выполнено из химически стойких материалов.

4.3. Помещения для производства и применения дезинфицирующего средства «DUTRION» должны быть оборудованы принудительной приточно-вытяжной вентиляцией, с кратностью обмена не менее 6. Оборудование должно быть герметичным.

4.4. Индивидуальная защита персонала должна осуществляться с применением специальной одежды и индивидуальных средств защиты: противогазов, перчаток резиновых, очков защитных.

4.5. Разлитый рабочий раствор дезинфицирующего средства «DUTRION» необходимо дезактивировать нейтрализующим раствором (5 частей 10%-ного раствора NaOH + 3 части 10%-ного раствора Na₂SO₃), расход которого на 1 л рабочего раствора диоксида хлора составляет 1,6 л. Затем смыть большим количеством воды. Выделившийся при разливе газообразный диоксид хлора необходимо удалить, путем разбрызгивания воды. При удалении утечек необходимо использовать полный комплект защитной одежды, включая противогаз с угольным патроном марки «Б».

5. Меры первой помощи.

5.1. При ингаляционном отравлении (при вдыхании) дезинфицирующего средства

«DUTRION» необходимо вывести пострадавшего из загазованной среды, обеспечить покой в полусидячем положении и согревание. Вдыхание распыленного 2% раствора тиосульфата натрия, щелочных растворов (питьевой соды, буры). Произвести ингаляцию кислородом. При остановке дыхания сделать искусственное дыхание методом «рот в рот».

5.2. При попадании в глаза немедленно промыть глаза обильной струей воды в течение 15 – 20 минут, затем ввести в конъюнктивный мешок 1 – 2 капли 2% раствора новокаина, а также 30% раствора альбумида. Немедленно направить пострадавшего к врачу.

5.3. При попадании на кожу поврежденный участок промывать проточной водой не менее 15 минут. Загрязненную одежду промыть большим количеством воды и удалить. При необходимости обратиться к врачу.

5.4. При отравлении пероральным путем (при проглатывании) промыть желудок водой с яичным белком, не вызывать рвоту. Противоядием является 1% раствор тиосульфата натрия. Немедленно направить пострадавшего к врачу.

5.5. Для оказания немедленной помощи на рабочем месте должны быть установлены восходящие фонтанчики, раковины самопомощи, аварийные души.

6. Физико-химические и аналитические методы контроля качества дезинфицирующего средства «DUTRION» - 0,2% раствор диоксида хлора, «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», «DUTRION таблетки».

6.1. Контролируемые физико-химические показатели дезинфицирующего средства «DUTRION»: внешний вид, запах и цвет, содержание (массовая концентрация) диоксида хлора (таблица 3).

Контролируемые физико-химические показатели «DUTRION Component A»: внешний вид, запах и цвет, pH водного раствора (ок. 100 г/л) (таблица 3).

Контролируемые физико-химические показатели «DUTRION Component B»: внешний вид, запах и цвет, pH водного раствора (ок. 30 г/л) (таблица 3).

Таблица 3.

Контролируемые показатели качества дезинфицирующего средства «DUTRION (0,2% раствор диоксида хлора)», «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», «DUTRION таблетки».

Контролируемые показатели	Нормативы
«DUTRION (0,2% раствор диоксида хлора)»	
Внешний вид, цвет и запах	Жидкость желтого цвета с запахом похожим на хлор
Содержание диоксида хлора, % (мг/л)	0,2% (2000 мг/л)
Стабильность	не менее 8 недель
«DUTRION Component A»	
Внешний вид, цвет и запах	Порошок/гранулы белого цвета почти без запаха
Показатель активности водородных ионов (pH) водного раствора (ок. 100 г/л)	2-10
«DUTRION Component B»	
Внешний вид, цвет и запах	Мелкие кристаллы белого/желтого цвета без запаха
Показатель активности водородных ионов (pH) водного раствора (ок. 30 г/л)	2
«DUTRION таблетки»	
Внешний вид, цвет и запах	Таблетки белого цвета без запаха или со слабым запахом хлора
Показатель активности водородных ионов (pH) водного раствора (ок. 100 г/л)	6

6.2. Определение внешнего вида, цвета и запаха.

Внешний вид и цвет определяется визуальным осмотром. Запах оценивается органолептически.

6.3. Определение показателя активности водородных ионов.

Водородный показатель измеряют потенциометрически по ГОСТ Р 50550-93 «Метод определения показателя активности водородных ионов (рН)».

6.4. Определение массовой концентрации диоксида хлора йодометрическим титрованием.

6.4.1. Приготовить 1 литр раствора дезинфицирующего средства «DUTRION» из двух компонентов или таблеток в соответствии с Инструкцией по приготовлению. Из средства «DUTRION» - 0,2% раствор диоксида хлора приготовить рабочий раствор с концентрацией ~ 200 мг/л: взять мерную колбу на 1000 мл, промыть её три раза дистиллированной водой и наполнить её такой же водой до половины, после этого внести 200 мл средства «DUTRION», затем довести содержимое колбы до отметки 1000 мл дистиллированной водой.

6.4.2. Принцип йодометрического титрования: в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 2 г калия йодистого. Приливают 10 мл фосфатного буферного раствора и затем 50 мл рабочего раствора диоксида хлора. Выделившийся йод титруют 0,1 N раствором тиосульфата натрия до слабо желтого окрашивания, после чего прибавляют 1 мл 0,5 %-ного раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски индикатора.

Концентрацию основного раствора диоксида хлора вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot N \cdot K \cdot 67,5 \cdot 1000}{V}$$

где a - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

N - нормальность раствора тиосульфата;

K - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точной нормальности;

V - объем анализируемой пробы, мл;

67,5 - количество диоксида хлора, эквивалентное 1 мл 0,1 моль/л раствора тиосульфата натрия, мг.

Результаты измерения C могут быть представлены в виде $C \pm m$, при $p = 0,95$.

6.5. Определение массовой концентрации диоксида хлора в воде.

6.5.1. Сущность метода.

Метод основан на мгновенной реакции диоксида хлора с индикатором N, N диэтил-р-фенилендиамином (DPD) с образованием окрашенного в красный цвет соединения. Реакция осуществляется при рН 6,9. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации диоксида хлора. Количественное определение диоксида хлора проводят методом стандартных серий по градуировочному графику. Предел обнаружения метода - 0,05 мг/л диоксида хлора. Метод позволяет определять от 0,05 до 2,0 мг/л диоксида хлора без разбавления.

6.5.2. Метод отбора проб.

Пробы воды, содержащей диоксид хлора, отбирают по ГОСТ 24481- 80. Для отбора проб используют посуду из темного стекла с притертой пробкой. Заполнение посуды производят медленно, избегая дегазации диоксида хлора. Объем пробы для определения диоксида хлора должен быть не менее 100 мл. Определение диоксида хлора проводят как можно скорее, непосредственно на месте отбора проб. Пробы предохраняют от прямого воздействия солнечного света, нагревания и сотрясений.

6.5.3. Мешающие влияния.

Определению мешают: железо, медь, свободный хлор. Влияние железа менее 20 мг/л и меди менее 8 мг/л устраняют добавлением ЭДТА к буферному раствору или раствору индикатора DPD. Влияние свободного хлора устраняют добавлением глицина (аминоуксусной кислоты) к пробе.

6.5.4. Аппаратура, реактивы, растворы.

– Весы лабораторные общего назначения, 2 класса, с наибольшим пределом взвешивания 200 г (ГОСТ 24104 - 88 Е), погрешность $\pm 0,3$ мг.

- Спектрофотометр КФК - 3, длина волны 515 нм, кюветы - 5 см.
- Посуда мерная стеклянная лабораторная (ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 20292-74), вместимостью, мл:

колбы мерные	100, 1000
пипетки с делениями 0,01 мл	1, 2, 5, 10
пипетки без делений	1, 2, 5, 10, 25, 50, 100
цилиндры измерительные	50, 100.
- Колбы конические (ГОСТ 25336 - 82), вместимостью 100 - 250 мл.
- Натрий фосфорнокислый двузамещенный (ГОСТ 4172 - 76).
- Калий фосфорнокислый однозамещенный (ГОСТ 4198 - 75).
- Этилендиаминтетрауксусной кислоты динатриевая соль (ГОСТ 10652 - 73).
- Индикатор N, N-диэтил-р-фенилендиамин (DPD).
- Глицин (аминоуксусная кислота).
- Кислота серная (ГОСТ 4204 - 77), пл. 1,83 г/см³
- Кислота соляная (ГОСТ 3118 - 77), пл. 1,19 г/см³
- Натрия хлорит 24,5%-ный раствор, DIN 19617 «Растворы хлорита натрия для водоподготовки: Технические условия поставки».
- Калий йодистый (ГОСТ 4232 - 74).
- Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) (ГОСТ 27068 - 86), стандарт-титр 0,1 моль/л (фиксанал) (ТУ 6 - 09 2540 - 87).
- Крахмал растворимый (ГОСТ 10163 - 76).
- Калий двуххромовокислый (калия бихромат) (ГОСТ 4220 - 75), стандарт-титр 0,1 моль /л (фиксанал) (ТУ 6 - 09 - 2540 - 87).
- Вода дистиллированная (ГОСТ 6709 - 72).

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

6.2.5. Подготовка к анализу.

– Приготовление фосфатного буферного раствора с ЭДТА, рН 6,9. Растворяют 24,0 г безводного Na₂HPO₄ (или 60,5 г двенадцативодного двузамещенного фосфата натрия) и 46 г KН₂PО₄ в 500 мл дистиллированной воды. Добавляют 100 мл дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе.

– Приготовление 40 %-ной серной кислоты.

302 мл серной кислоты осторожно по частям прибавляют к 741 мл дистиллированной воды. Охлаждают.

– Приготовление раствора N, N-диэтил-р-фенилендиамина (DPD).

Смешивают 250 мл воды, 8 мл 40 %-ного раствора серной кислоты. В этой смеси растворяют 1,1 г безводного DPD сульфата, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе. Хранят раствор в темной стеклянной емкости, в защищенном от дневного света месте. При стоянии раствора его окраска постепенно ослабевает. Раствор обновляют через месяц хранения или после его обесцвечивания.

– Приготовление 10 %-ного раствора глицина (аминоуксусной кислоты). Растворяют 10 г глицина в 100 мл дистиллированной воды. Хранят раствор в темной стеклянной емкости в холодильнике. Раствор должен быть прозрачным. При появлении мутности приготавливают свежий раствор.

– Приготовление 9 %-ной соляной кислоты.

Разбавление соляной кислоты с плотностью 1,19 г/см³. К 100 мл дистиллированной воды прибавляют 24 мл соляной кислоты пл. 1,19 г/см³.

– Приготовление 7.5 %-ного раствора хлорита натрия.

Раствор готовят, прибавляя 7,5 мл 24,5 %-ного товарного раствора хлорита натрия к 17,5 мл дистиллированной воды.

– Приготовление 0,1 моль/л раствора тиосульфата натрия.

Приготавливают 0,1 моль/л раствор тиосульфата натрия, используя стандарт-титр

(фиксанал). Хранят раствор в темной емкости без доступа атмосферной CO_2 не более 1 месяца. Поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точно 0,1 моль/л устанавливают в день определения.

В коническую колбу с пришлифованной пробкой помещают 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 2 г калия йодистого, 5 мл серной кислоты, разбавленной 1:4, и 20 мл 0,1 моль/л раствора калия двуххромовокислого. После перемешивания закрывают колбу пробкой и оставляют стоять раствор 5 минут в темноте. Затем раствор титруют 0,1 моль/л раствором тиосульфата натрия с 1 - 2 мл 0,5 %-ного раствора крахмала до обесцвечивания синей окраски индикатора. Поправочный коэффициент вычисляют по формуле:

$$K = 20/V,$$

где V - объем тиосульфата, пошедший на титрование, мл.

-Приготовление 0,1 моль/л раствора калия двуххромовокислого.

Приготавливают 0,1 моль/л раствор калия двуххромовокислого, используя стандарт-титр (фиксанал). Раствор хранят в темной емкости не более 3 месяцев.

-Приготовление серной кислоты, разбавленной 1 : 4.

Приливают осторожно по частям 200 мл серной кислоты к 800 мл дистиллированной воды, затем охлаждают.

-Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала.

Смешивают 0,50 г крахмала с 10 мл дистиллированной воды и приливают к 90 мл кипящей дистиллированной воды. Используется всегда свежеприготовленный 0,5 %-ный раствор крахмала.

-Приготовление основного стандартного раствора диоксида хлора примерной концентрации 180 мг/л.

Используемые для приготовления основного раствора диоксида хлора химические реагенты и дистиллированную воду следует предварительно охладить с целью снижения дегазации диоксида хлора. Помещают 5 мл 9 %-ной соляной кислоты в открытый темный стеклянный сосуд, вместимость которого не должна превышать 20 мл. Пипеткой быстро добавляют 5 мл 7,5 %-ного раствора хлорита натрия. Накрывают смесь часовым стеклом и оставляют на 15 минут. В мерную колбу вместимостью 1 л наливают 700 мл дистиллированной воды. После истечения времени реакции в нее приливают 10 мл образовавшейся смеси. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л. Полученный основной раствор диоксида хлора хранят в темной стеклянной емкости с пришлифованной пробкой в холодильнике. Ввиду избыточной кислотности (рН 2) раствор стабилен в течение 2- недель. Точную концентрацию основного раствора диоксида хлора проверяют методом йодо-метрического титрования.

В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 2 г калия йодистого. Приливают 10 мл фосфатного буферного раствора и затем 50 мл рабочего раствора диоксида хлора. Выделившийся йод титруют 0,1 N раствором тиосульфата натрия до слабо желтого окрашивания, после чего прибавляют 1 мл 0,5 %-ного раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски индикатора.

Концентрацию основного раствора диоксида хлора вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a * N * K * 67,5 * 1000}{V},$$

где a - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

N - нормальность раствора тиосульфата;

K - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точной нормальности;

V - объем анализируемой пробы, мл;

67,5 - количество диоксида хлора, эквивалентное 1 мл 0,1 моль/л раствора тиосульфата натрия, мг.

-Приготовление рабочего раствора диоксида хлора концентрацией 0,005 г/л.

Приготовление рабочего раствора диоксида хлора концентрацией 0,005 г/л произво-

дится соответствующим разбавлением после установления точной концентрации основного раствора диоксида хлора.

Пример: Точная концентрация основного раствора диоксида хлора - 180 мг/л. Для приготовления рабочего раствора диоксида хлора концентрацией 0,005 г/л следует внести пипеткой (конец пипетки опускается под слой воды) 27,78 мл основного раствора в 700 мл дистиллированной воды и довести объем раствора дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе.

Рабочий раствор диоксида хлора неустойчив ввиду недостаточной кислотности и всегда приготавливается непосредственно перед использованием.

6.5.6. Ход определения

Проведение анализа начинают с приготовления раствора для холостой пробы. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 5 мл фосфатного буферного раствора с ЭДТА и 5 мл раствора DPD. Содержимое колбы перемешивают. К 100 мл дистиллированной воды добавляют 2 мл раствора глицина. Дистиллированную воду с глицином переносят в коническую колбу. Полученный раствор используют в качестве холостой пробы. Раствор может менять окраску при стоянии под воздействием растворенного кислорода, поэтому его готовят перед каждым определением. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 5 мл фосфатного буферного раствора с ЭДТА и 5 мл раствора DPD. Содержимое колбы перемешивают. К 100 мл анализируемой пробы, содержащей 0,005-0,2 мг диоксида хлора, добавляют 2 мл раствора глицина. Во избежание дегазации диоксида хлора пробу с глицином осторожно переносят в коническую колбу. Немедленно измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 515 нм в кюветах 5 см относительно холостой пробы. Массовую концентрацию диоксида хлора находят по градуировочному графику.

6.5.7. Построение градуировочного графика.

При построении градуировочного графика каждую точку получают последовательно. *Примечание.* Каждый стандартный раствор готовят отдельно, чтобы смесь растворов буфера и реактива не стояла слишком долго и не появлялась красная ложная окраска. Использование ряда мерных колб приводит к погрешности измерений ввиду неустойчивости растворов диоксида хлора.

В мерные колбы вместимостью 100 мл наполовину заполненные дистиллированной водой последовательно вносят, опуская пипетки под слой воды, 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 20,0; 40,0 мл рабочего раствора, содержащего в 1 мл 0,005 мг диоксида хлора и доводят объемы растворов до 100 мл дистиллированной водой. Получают серию стандартных растворов, соответствующих 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0 мг/л диоксида хлора. Стандартные растворы обрабатывают так же, как пробу анализируемой воды. Затем немедленно измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на спектрофотометре относительно холостой пробы.

Построение калибровочного графика повторяют не менее трех раз, каждый раз используя вновь приготовленный рабочий раствор.

6.5.8. Расчет

Массовую концентрацию диоксида хлора X , мг/л, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot 100 / V,$$

где C - массовая концентрация диоксида хлора, найденная по градуировочному графику, мг/л;

V - объем пробы взятой для определения, мл;

100 - объем, до которого разбавлена проба, мл.

6.5.9. Оформление результатов измерений

Результат измерения X может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, P = 0,95, \text{ где}$$

$\Delta x = 0,01 * \delta x * X$ (X - массовая концентрация диоксида хлора в пробе). Значения δx приведены в таблице 3.

Допустимо представлять результат в виде: $X \pm \Delta_p, P = 0,95$, при условии $\Delta_p < \Delta$, где Δ_p -

значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Таблица 3.

Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости.

Диапазон измерения, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta$, %
от 0,05 до 2,0 вкл.	10	13	31	40

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_n = 0,84\Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

6.6. Определение массовых концентраций диоксида хлора, общего активного хлора, хлорит-ионов в воде проводят в соответствии с МВИ № 17-012-2007 «Методика определения массовых концентраций диоксида хлора, общего активного хлора, хлорит-ионов фотометрическим методом с N,N-диэтил-p-фенилендиамином (DPD)».

6.7. При проведении расширенных исследований качества воды, при осуществлении арбитражных определений в рамках государственного надзора и по эпидемическим показаниям определение концентрации хлорит-ионов в воде должно осуществляться методом ионной хроматографии в соответствии с НП 10.1:2:4.67-00.

6.7.1. Для выполнения анализа рекомендовано следующее оборудование: ионный хроматограф Dionex ICS-1000, подаватель Dionex ASRS ULTRA II 4 mm и хроматографическая колонка Dionex AS23, 4x250 mm или любое аналогичное оборудование. Ионы разделяются в хроматографической колонке, а их концентрация измеряется по электропроводности раствора. В качестве элюента используется раствор NaOH с концентрацией 0,01 М. Калибровочные стандарты приготавливаются из раствора хлорита натрия. Для обнаружения хлоритов в пределах до 0,01 мг/л анализируется проба 0,2 мл. Для обнаружения хлоритов в пределах до 0,005 мг/л вводится проба 0,2 мл. Каждый образец также анализируется с добавлением стандартного раствора хлорита для подтверждения правильного определения пика хлорита.

6.8. Осуществление контроля за массовой концентрацией диоксида хлора, свободного хлора и хлорит-ионов в воде при постоянном контроле допускается проводить с помощью средств измерений типа фотометров, основанных на методе DPD колориметрии, с диапазоном измерений не меньше 0,05-10,0 мг/л, зарегистрированных в Государственном реестре средств измерений и допущенных к применению в Российской Федерации.

7. Хранение и транспортирование.

7.1. Дезинфицирующее средство «DUTRION» - 0,2% раствор диоксида хлора, хранят в хорошо закрытой таре в прохладном и темном месте. Срок хранения раствора «DUTRION» – не менее 8 недель.

7.2. Компоненты «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», а также «DUTRION таблетки» хранят в оригинальной упаковке, в прохладном и сухом месте на расстоянии не менее 1 м от нагревательных приборов, предохраняя от влаги и прямых

солнечных лучей. Срок годности неоткрытых упаковок компонентов 3 года при соблюдении условий хранения. Срок годности таблеток в невскрытых упаковках 2 года при соблюдении условий хранения.

7.3. Дезинфицирующее средство «DUTRION», «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», «DUTRION таблетки» не допускается хранить с органическими продуктами, горючими материалами и кислотами.

7.4. Компоненты «DUTRION Component A» и «DUTRION Component B», «DUTRION таблетки» транспортируют всеми видами транспорта (включая воздушный), в закрытых транспортных средствах, в соответствии с правилами перевозки опасных грузов.

СОГЛАСОВАНО

ООО «ВАЛ-КО»

Начальник отдела

 Фёдорова

«  » 2011 г.