



СОГЛАСОВАНО

Директора ФБУН НИИ Дезинфектологии
Роспотребнадзора, д.м.н., профессор

Н.В. Шестопапов

2012 г.



СОГЛАСОВАНО

Директора ФБУН НИИ ВП
Роспотребнадзора, академик РАСХН

А. Оганесянц

« 26 » 2012 г.

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный Директор
ЗАО «Центр Профилактики
«Тилисна-Мел»

В.И. Цыплаков

2012 г.

ИНСТРУКЦИЯ № 70/12

по применению дезинфицирующего средства "Астрадез[®]-НУК 15",
предназначенного для обработки оборудования на предприятиях
по производству вина, пива, безалкогольных напитков и минеральных вод

Москва 2012 г

ИНСТРУКЦИЯ № 70/12

по применению дезинфицирующего средства "Астрадез[®]-НУК 15",
предназначенного для обработки оборудования на предприятиях
по производству вина, пива, безалкогольных напитков и минеральных вод.

Инструкция разработана с Федеральным бюджетным учреждением науки "Научно-исследовательский институт дезинфектологии" Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУН НИИДезинфектологии Роспотребнадзора) совместно с ГНУ ВНИИПБиВП Россельхозакадемии.

Авторы:

от ФБУН НИИДезинфектологии Роспотребнадзора: ведущий научный сотрудник лаборатории токсикологии дезинфекционных средств, к.м.н. Г.П. Панкратова, зав. лабораторией химико-аналитических исследований дезинфицирующих средств, к.х.н. А.Н. Сукиасян;

от ГНУ ВНИИПБиВП, Россельхозакадемии: заведующий отделом «Технологии пивоварения», д.т.н., профессор М.В. Гернет, ведущий научный сотрудник лаборатории брожения и санитарии пивоварения, к.т.н. В.Л. Лаврова, мл.н.с. А.В. Бойков.

от ЗАО Центр Профилактики "Гигиена-Мед", Россия: ведущий химик-технолог А.А. Шанин.

Инструкция предназначена для персонала, выполняющего мойку и дезинфекцию технологического оборудования и коммуникаций на предприятиях по производству вина, пива, безалкогольных напитков и минеральных вод.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Дезинфицирующее средство "Астрадез[®]-НУК 15" (далее средство) представляет собой прозрачную бесцветную жидкость без механических примесей с характерным запахом уксусной кислоты.

В качестве действующих веществ (ДВ) содержит перекись водорода (ПВ) – (14,0 – 20,0)% и надуксусную кислоту (НУК) – (10,0 – 15,0)%; кроме того, в состав средства входят вспомогательные компоненты. Плотность средства при +20°C – (1,11 – 1,15) г/см³.

Средство хорошо смешивается с водой; pH 1% водного раствора средства – (1,0 – 3,0).

Срок годности средства – 12 месяцев.

1.2. Рабочая концентрация средства составляет 0,02% (по НУК). В указанной концентрации средство активно по отношению к бактериям, не образующим спор, в том числе кишечной палочке и к дрожжам-вредителям производства. При выявлении обсемененности производства спорообразующими бактериями (п. 4.2) средство используют в концентрации 0,1% (по НУК) до тех пор, пока микробиологический анализ не покажет их полного отсутствия. После этого допускается использование средства в концентрации 0,02%.

Рабочие водные растворы средства прозрачны, со слабым запахом и стабильны в течение одних суток. При хранении рабочего раствора более одних суток необходимо проконтролировать массовую долю (концентрацию) по ДВ – НУК.

1.3. Средство по параметрам острой токсичности по ГОСТ 12.1.007-76 относится к 3 классу умеренно опасных веществ при введении в желудок и к 4 классу мало опасных при нанесении на кожу; по классификации ингаляционной опасности средств по степени летучести относится ко 2 классу высоко опасных веществ; оказывает выраженное местно-раздражающее действие на кожу (вызывает ожоги) и на слизистые оболочки глаз (повреждает роговицу); не обладает кумулирующим и sensibilizing действием.

Рабочие растворы средства не вызывают раздражения кожных покровов при однократном воздействии.

ПДК в воздухе рабочей зоны: перекись водорода – 0,3 мг/м³; надуксусная кислота – 0,2 мг/м³; уксусная кислота – 5 мг/м³.

1.4. Средство рекомендуется использовать для проведения дезинфекции отдельных единиц оборудования (бродильных резервуаров, танков дображивания, цилиндрико-конических танков, сборников, купажных емкостей, теплообменников, фильтров, сепараторов, пастеризаторов, разливочных автоматов и др.) и обвязывающих оборудование коммуникаций, а также для дезинфекции

неиспользуемой арматуры (клапанов, шлангов, разливочных устройств и др.).

Средство необходимо держать вдали от металлов, щелочей, редуцирующих материалов. Не допускается применение в работе со средством резервуаров или тары из нелегированных и низколегированных сталей, чугуна, меди, латуни, бронзы. Не применять для перекачивания шланги из резины.

Рабочие растворы средства 0,02% и 0,1% (по НУК) не вызывают коррозии нержавеющей стали, цветных металлов, керамики, резины, стекла, эмалей и синтетических материалов, устойчивых к воздействию кислот.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ СРЕДСТВА

2.1. Для проведения общей и частной дезинфекции готовят рабочие растворы средства "Астрадез®-НУК 15" с концентрацией 0,02% и 0,1% по НУК.

2.2. Рабочие растворы средства готовят перед использованием путем внесения отобранного мерником расчетного количества средства в водопроводную воду (при температуре от +10 до +25°C) с последующим перемешиванием раствора в резервуарах, выполненных из нержавеющей стали или кислотоустойчивых пластмасс.

2.3. Объемы средства (V_c , дм^3) и воды (V_v , дм^3), необходимые для приготовления требуемых объемов рабочих растворов с требуемой концентрацией (по НУК) определяют расчетным путем по формулам:

$$V_c = \frac{C_p \cdot V_p \cdot \rho_p}{C_c \cdot \rho_c}, \quad (1)$$

где V_c – объем средства, необходимый для приготовления рабочего раствора, дм^3 ;

C_p – требуемая массовая доля НУК в рабочем растворе, % масс.;

V_p – требуемый объем рабочего раствора, дм^3 ;

ρ_p – плотность рабочего раствора, равная $\sim 1,0 \text{ г/см}^3$;

C_c – массовая доля НУК в средстве, %;

ρ_c – плотность средства, определяемая по п. 7.1.2, г/см^3 .

Для расчёта количества (объёма) водопроводной питьевой воды (V_v) используют следующую формулу:

$$V_v = V_p - V_c, \quad (2)$$

где V_p – требуемый объем рабочего раствора, дм^3 ;

V_c – объем средства, необходимый для приготовления рабочего раствора, рассчитанный по формуле (1), дм^3 .

Объемы средства и воды для приготовления рабочих приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Приготовление рабочих растворов средства "Астрадез®-НУК 15"
(при содержании в средстве 10,0% НУК и плотности его $1,111 \text{ г/см}^3$).

Концентрация рабочего раствора, % (по ДВ – НУК)	Количества компонентов, необходимые для приготовления 100 дм^3 рабочих растворов	
	Средство, дм^3	Вода, дм^3
0,02	0,18	99,82
0,10	0,90	99,10

2.4. При проведении дезинфекции циркуляционным способом или с применением установок безразборной мойки и дезинфекции (СІР) допускается многократное (до появления видимого загрязнения) использование рабочего раствора с восстановлением необходимой концентрации надуксусной кислоты перед последующим использованием.

2.5. Определение объема средства (V_c , дм^3), необходимого для восстановления требуемой концентрации рабочего раствора при повторном использовании, проводят по формуле:

$$V_c = \frac{(C_p - C_{исп.}) \cdot V_p \cdot \rho_p}{C_c \cdot \rho_c} \quad (3)$$

где C_p – требуемая массовая доля НУК в рабочем растворе, %;

$C_{исп.}$ – массовая доля НУК в рабочем растворе после его использования, %;
 V_p – требуемый объём рабочего раствора, дм³;
 ρ_p – плотность рабочего раствора средства, равная ~ 1,0 г/см³;
 C_c – массовая доля НУК в средстве, %;
 ρ_c – плотность средства, г/см³, определяемая по п. 7.1.2.

3. ТЕХНОЛОГИЯ ПРИМЕНЕНИЯ СРЕДСТВА

3.1. Дезинфекцию оборудования и коммуникаций средством "Астрадез[®]-НУК 15" следует проводить после их тщательной предварительной мойки. Дезинфекцию начинают после полного смыва с поверхностей моющего раствора.

3.2. Дезинфекцию с использованием средства можно проводить ручным или механическим способом – путем разбрызгивания рабочего раствора, циркуляции, прокачивания, заполнения им емкостей, трубопроводов, а также погружением в рабочий раствор отдельных частей оборудования и арматуры.

3.3. Технология дезинфекции оборудования и коммуникаций с использованием средства.

3.3.1. Дезинфекция емкостного оборудования (технологических резервуаров).

При дезинфекции технологических резервуаров (бродильных резервуаров, танков дображивания, цилиндрико-конических танков, сборников, купажных резервуаров и др.), снабженных моющими устройствами и системами безразборной мойки и дезинфекции (CIP), обработка стенок резервуаров должна проводиться циркуляционно через моющее устройство не менее 20 мин. После окончания дезинфекции остатки рабочего раствора дезинфектанта сливают и промывают резервуар не менее 7 мин водой, подаваемой через моющее устройство.

При дезинфекции технологических резервуаров, не оборудованных моющими головками, средство наносят на поверхность резервуара сплошным равномерным слоем из расчета 0,3 – 0,5 дм³ на 1 м² поверхности путем распыления рабочего раствора одним из обычно применяемых на предприятии способов.

Раствор средства выдерживают на поверхности оборудования не менее 20 минут, затем остатки раствора средства сливают, а оборудование промывают проточной водой не менее 7 мин.

3.3.2. Дезинфекция неемкостного оборудования.

Дезинфекцию теплообменников, фильтров, сепараторов, пастеризаторов, разливочных автоматов на линиях розлива проводят в течение не менее 20 минут. Обработку наружной поверхности наполнительных трубок разливочного автомата и укупорочного автомата проводят путем разбрызгивания рабочего раствора из разбрызгивающего устройства любого типа.

Смыв остатков средства осуществляют путем подачи проточной воды не менее 7 мин.

Арматуру, имеющую каналы и полости, рекомендуется дезинфицировать в разобранном виде. Каналы и полости полностью заполняют дезинфицирующим раствором и после 20 минутной выдержки тщательно промывают под струей проточной воды в течение 7 мин.

3.3.3. Дезинфекция неиспользуемой арматуры.

Неиспользуемую арматуру (клапана, шланги и др.) хранят в резервуаре из нержавеющей стали в рабочем растворе, который меняют 1 раз в неделю.

3.3.4. Обработка кег.

При автоматической мойке и дезинфекции кег средство используют согласно технической документации на установку.

При ручной дезинфекции средство выдерживают на внутренней поверхности кега в течение 20 минут. Остатки рабочего раствора средства смывают питьевой водой. Промывку питьевой водой осуществляют до полного смыва средства (п. 3.3.7). Рекомендуется смыв остатков средства проводить обеспложенной водой.

3.3.5. Обработка коммуникаций

При дезинфекции трубопроводов их заполняют рабочим раствором средства и выдерживают не менее 20 минут, при возможности осуществляя циркуляцию дезинфицирующего раствора. Затем раствор средства сливают в канализацию.

Остатки рабочего раствора средства смывают водой, подаваемой из водопроводной сети. Промывку проточной водой осуществляют до полного смыва средства.

Не допускается проводить дезинфекцию шлангов из резины методом заполнения более 20

минут.

3.3.6. При получении непастеризованных напитков с биологической стойкостью при хранении более 30 суток и при дезинфекции оборудования и коммуникаций на стадиях после обеспложивающего фильтрования и пастеризации в потоке рекомендуется проводить смыв остатков дезинфицирующего раствора обеспложивенной водой, получаемой на фильтрах фирм "Шенк", "Палл", НПО "ЛИТ" и им аналогичных.

3.3.7. Контроль смываемости средства проводят по качественной йодной реакции. Методика определения остаточных количеств средства в смывных водах в п. 7.3.

4. МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

4.1. Микробиологический контроль качества дезинфекции.

Качество дезинфекции контролируют в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2.

Микробиологический контроль качества дезинфекции.

Объект контроля	Место контроля	Периодичность контроля	Контролируемый параметр	Предельное значение параметра	Метод и средства контроля
Смывные воды	Каждая единица дезинфицированного оборудования и коммуникации	После каждой санитарной обработки	Полнота смыва	Отсутствие средства в смывной воде	п. 3.3.7 данной инструкции
Смывные воды			Эффективность санитарной обработки: при производстве продукта со стойкостью до 30 сут.: Общее микробное число Общие колиформные бактерий	 – не более 50 КОЕ/см ³ – не допускается в 100 см ³ смыва	 СанПиН 2.1.4.1074-01 (*) СанПиН 2.1.4.1074-01
Смывные воды			При производстве продукта со стойкостью более 30 сут.: Общее микробное число Общие колиформные бактерии При использовании обеспложивенной воды	 – не более 20 КОЕ /см ³ – не допускаются в 100см ³ смыва – микроорганизмы не допускаются в 1 дм ³	СанПиН 2.1.4.1074 - 01 ИК10-0531536-97 (**) ИК 10-04-06-140-87 (***) ИК10-04-05-40-89 (****)

Примечание:

* – СанПиН 2.1.4.1074-01 – Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества;

** – ИК 10-0531536-105-97 – Инструкция микробиологического контроля высокостойких напитков;

*** – ИК10-04-06-140-87 – Инструкция санитарно-микробиологического контроля пивоваренного производства;

**** – ИК10-04-05-40-89 – Инструкция санитарно-микробиологического контроля винодельческого производства.

4.2. Определение обсемененности производства посторонними микроорганизмами.

Определение обсемененности производства напитков посторонними микроорганизмами (бактериями группы кишечной палочки, суслowymi, кислотообразующими бактериями и другими бактериями, не образующими спор, а также дикими дрожжами) проводят в соответствии с требованиями ИК 10-04-06-140-87 (Инструкция санитарно-микробиологического контроля пивоваренного и безалкогольного производства), ИК 10-04-05-40-89 (Инструкция санитарно-микробиологического контроля винодельческого производства), ИК 10-0531536-105-97 (Инструкция микробиологического контроля высокостойких напитков).

Для выявления присутствия спорообразующих бактерий должен проводиться ежедневный микробиологический контроль по обрабатываемым объектам, а также производственного воздуха, поступающего на технологические нужды, воды и стеклянных бутылок, ополаскивание которых проводится необеспокоенной водой.

Образцы воздуха отбирают в месте поступления воздуха в технологическое оборудование методом, предусмотренным ИК 10-04-06-140-87 и ИК 10-04-05-40-89. Образцы воды отбирают из линии подачи воды на мойку бутылок и оборудования и из резервуаров для хранения холодной и горячей воды.

Смыв с внутренней поверхности бутылок проводят в соответствии с требованиями ИК 10-04-06-140-87 и ИК 10-04-05-40-89. Готовые напитки отбирают с линии розлива.

Микробиологический контроль осуществляют путем посева исследуемых образцов на питательный и сусловой агар в соответствии с ИК 10-04-06-140-87 и ИК 10-04-05-40-89 с последующим морфологическим анализом колоний и бактерий.

При морфологическом анализе колоний обращают внимание на их общий вид, форму, консистенцию, форму краев.

Все выросшие на питательном агаре колонии микроскопируют и проводят морфологический анализ (форма клетки, образование цепочек).

В таблице 3 приводятся характерные морфологические особенности спорообразующих бактерий, обсеменяющих производство напитков.

Таблица 3.

Морфологические особенности спорообразующих бактерий.

Вид бактерий	Морфология клеток	Вид колоний
<i>Bac. subtilis</i>	Короткие и тонкие палочки с округлыми концами. Одиночные, иногда в виде коротких или длинных цепочек	На питательном агаре – мягкие, сероватые, амебовидные с зубчатым краем; на суслевом агаре – мелкоморщинистые, сухие или зернистые, срастаются с субстратом
<i>Bac. mycoides</i>	Палочки, часто образующие нитевидные клетки	На питательном агаре – плоские, ризоидные или мицелиальные, стелющиеся по поверхности агара. Пучки нитей отходят от края колоний, образуя ложные ветвления
<i>Bac. megaterium</i>	Крупные клетки, одиночные, парами, цепочками	Хорошо растут на суслевом агаре. Гладкие, выпуклые, жирно-блестящие, редко – складчатые. Края колоний – резко обрезанные или волнисто-бахромчатые. Колонии от белого до кремового цвета
<i>Bac. brevis</i>	Клетки одиночные, редко – соединенные в цепочки	Гладкие, выпуклые или плоские, блестящие, круглые, нежные, расплывающиеся или цельные

Вид бактерий	Морфология клеток	Вид колоний
Vac. coagulans	Клетки одиночные и парами или соединены в короткие цепочки	Бесцветные или слегка желтоватые, выпуклые, слизистые
Vac. pumillis	Одиночные тонкие прямые палочки, часто нитевидные	На питательном агаре – жирно-блестящие, широко распространяются по поверхности среды, вязкие, трудно захватываются петлей. На сусловом агаре – слегка складчатые, беловато бурые или серые

5. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. На каждом предприятии санитарную обработку оборудования и тары проводит специально назначенный для этого персонал: цеховые уборщики, мойщики, аппаратчики с соблюдением правил техники безопасности, указанных в типовых инструкциях, и в соответствии с инструкцией по мойке и профилактической дезинфекции на предприятиях пивобезалкогольной и винодельческой промышленности.

5.2. К работе со средством "Астрадез[®]-НУК 15" допускаются лица, не имеющие медицинских противопоказаний к данной работе, не страдающие аллергическими заболеваниями, прошедшие обучение, инструктаж по безопасной работе с моющими и дезинфицирующими средствами и оказанию первой помощи при случайном отравлении.

5.3. Помещения, в которых работают со средством, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией.

5.4. При работе со средством необходимо избегать попадания средства на кожу и в глаза. Приготовление рабочих растворов и все работы со средством проводить в средствах индивидуальной защиты: комбинезон, сапоги резиновые, универсальные респираторы типа РПГ-67 или РУ-60 М с патроном марки "В" (или промышленный противогаз с патроном марки "В"), герметичные очки, перчатки резиновые или из ПВХ.

Канистры со средством оснащают системой полуавтоматического дозирования.

5.5. В непосредственной близости от места работы следует иметь душ и фонтанчики с водой для экстренной промывки глаз.

5.6. Средство едкое, негорючее, но способствующее горению; при несоблюдении правил хранения и перевозки – взрывоопасно! При пожаре тушить водой.

5.7. Следует избегать опрокидывания тары и её резкого наклона. В случае пролива средства необходимо надеть противогаз и смыть средство большим количеством воды. Смыв в канализационную систему средства следует проводить только в разбавленном виде.

5.8. В отделении для приготовления дезинфицирующих растворов должны быть вывешены: инструкции и плакаты по приготовлению рабочих растворов, правила мойки оборудования; инструкции и плакаты по безопасной эксплуатации моечного оборудования; а также оборудована аптечка для оказания первой помощи.

6. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ

6.1. При нарушении мер предосторожности возможно раздражение органов дыхания и глаз (першение в горле, носу, кашель, боль в горле, затрудненное дыхание, удушье, слезотечение, резь в глазах). Пострадавшего выводят из рабочего помещения на свежий воздух или в хорошо проветриваемое помещение. Рот и носоглотку прополаскивают водой, дают теплое питье (молоко или минеральную воду). При необходимости следует обратиться к врачу.

6.2. При попадании концентрата средства на незащищенную кожу **немедленно!** смыть его большим количеством воды с мылом. Смазать смягчающим кремом.

6.3. При попадании средства в глаза существует риск серьезного поражения глаз. Следует **немедленно!** промыть их под проточной водой в течение 10 – 15 минут и сразу обратиться к окулисту.

6.4. При попадании средства в желудок возможны серьезные ожоги слизистой рта и пи-

щевода, сильная боль в горле. Выпить несколько стаканов воды. Рвоту не вызывать! Немедленно обратиться к врачу!

7. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СРЕДСТВА, ЕГО РАБОЧИХ РАСТВОРОВ И КОНТРОЛЯ ПОЛНОТЫ СМЫВАНИЯ СРЕДСТВА

7.1. Контроль качества средства.

По показателям качества средство согласно нормативной документации – техническим условиям (ТУ 9392-055-74666306-2012) должно соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 4.

Таблица 4.

Показатели качества и нормы средства "Астрадез®-НУК 15".

Наименование показателя	Норма по ТУ
Внешний вид, цвет и запах	Прозрачная бесцветная жидкость без механических примесей с характерным запахом уксусной кислоты
Плотность при +20°C, г/см ³	1,111 – 1,115
Показатель активности водородных ионов (pH) 1% водного раствора средства	1,0 – 3,0
Массовая доля перекиси водорода, %	14,0 – 20,0
Массовая доля надуксусной кислоты, %	10,0 – 15,0

7.1.1. Определение внешнего вида.

Внешний вид определяют просмотром пробы средства в количестве 25 – 30 см³ в стакане из бесцветного стекла при дневном свете на фоне листа фильтровальной бумаги. Запах оценивают органолептически.

7.1.2. Определение плотности.

Определение плотности средства при +20°C проводят с помощью ареометра по ГОСТ 18995.1-73 "Продукты химические жидкие. Методы определения плотности".

7.1.3. Определение показателя активности водородных ионов (pH) средства.

Показатель активности водородных ионов (pH) 1% водного раствора средства измеряют потенциометрическим методом по ГОСТ Р 50550-93 "Товары бытовой химии. Метод определения показателя активности водородных ионов (pH)".

Для приготовления 1% водного раствора средства используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72.

7.1.4. Определение массовой доли перекиси водорода.

7.1.4.1. Оборудование, реактивы и растворы:

- весы лабораторные общего назначения 2 класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- бюретка вместимостью 25 см³;
- цилиндр мерный вместимостью 100 см³;
- колбы конические вместимостью 250 см³;
- стандарт-титр калий марганцовокислый 0,1 н.; 0,1 н. водный раствор;
- кислота серная "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 10%;
- вода дистиллированная.

7.1.4.2. Проведение испытания.

Навеску средства от 0,10 до 0,15 г, взятую с точностью до 0,0002 г, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 90 см³ 10% раствора серной кислоты и титруют 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до появления светло-розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях с тем же количеством реактивов, но без средства.

7.1.4.3. Обработка результатов.

Массовую долю перекиси водорода (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0,0017 \cdot (V - V_1) \cdot K}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

где 0,0017 – масса перекиси водорода, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, г/см³;
 V – объём раствора точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;
 V₁ – объём раствора точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;
 K – поправочный коэффициент 0,1 н. раствора марганцовокислого калия;
 m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±2,0% при доверительной вероятности P = 0,95.

7.1.5. Определение массовой доли надуксусной кислоты.

7.1.5.1. Оборудование, материалы и реактивы:

- бюретка вместимостью 10 см³;
- натрий углекислый "ч.д.а." или "х.ч.";
- калий йодистый "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 10%;
- стандарт-титр натрий серноватистоокислый 5-водный 0,1 н.; 0,1 н. раствор;
- крахмал растворимый "ч" или "ч.д.а."; раствор с массовой долей 0,5%;
- вода дистиллированная.

7.1.5.2. Проведение испытания.

После определения содержания перекиси водорода по п. 7.1.4 к оттитрованной перманганатом калия пробе сразу прибавляют 1 г углекислого натрия, интенсивно взбалтывают в течение 2 минут, после чего прибавляют 10 см³ 10% раствора калия йодистого и выдерживают в темноте 10 минут.

Выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором серноватистоокислого натрия до светло-жёлтой окраски, добавляют 1,5 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

7.1.5.3. Обработка результатов.

Массовую долю надуксусной кислоты (X₁) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{0,0038 \cdot V \cdot K}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

где 0,0038 – масса надуксусной кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора серноватистоокислого натрия, г/см³;
 V – объём 0,1 н. раствора серноватистоокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;
 K – поправочный коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия;
 m – масса навески, г.

За результат принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±4,0% при доверительной вероятности P = 0,95.

7.2. Контроль рабочих растворов проводится с определением в них надуксусной кислоты.

7.2.1. Оборудование, реактивы, растворы:

- бюретки вместимостью 10 см³ и 25 см³;
- цилиндр мерный вместимостью 50 см³;
- колбы конические вместимостью 250 см³;
- стандарт-титр калий марганцовокислый 0,1 н.; 0,1 н. водный раствор;
- кислота серная "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 20%;

- натрий углекислый "ч.д.а." или "х.ч.";
- калий йодистый "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 10%;
- стандарт-титр натрий серноватистокислый 5-водный 0,1 н.; 0,1 н. раствор;
- крахмал растворимый "ч" или "ч.д.а."; раствор с массовой долей 0,5%;
- вода дистиллированная.

7.2.2. Проведение испытания.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 45 см³ рабочего раствора, добавляют 45 см³ 20% раствора серной кислоты и титруют 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до появления не исчезающего светло-розового окрашивания, после чего к оттитрованной пробе прибавляют 1 г углекислого натрия, интенсивно взбалтывают в течение 2 минут, после чего вносят 10 см³ раствора калия йодистого и выдерживают в темноте 10 минут.

Выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия до светло-жёлтой окраски, добавляют 1,5 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора. Для титрования 0,01% рабочего раствора используется бюретка вместимостью 10 см³, для 0,1% раствора – бюретка вместимостью 25 см³.

7.2.3. Обработка результатов.

Массовую долю надуксусной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{0,0038 \cdot V \cdot K}{V_1 \cdot \rho} \cdot 100 \quad (6)$$

где 0,0038 – масса надуксусной кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г/см³;

V – объём 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

K – поправочный коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия;

V_1 – объём анализируемой пробы, равный 45 см³;

ρ – плотность рабочего раствора, равная ~ 1,0 г/см³.

7.3. Контроль полноты смывания средства.

Контроль полноты смывания средства с поверхностей технологического оборудования проводят визуальным колориметрическим (йодометрическим) методом.

7.3.1. Оборудование, реактивы и растворы:

- колбы конические вместимостью 250 см³;
- цилиндры мерные вместимостью 10, 25 и 250 см³;
- пипетка 2-1-1-1 по ГОСТ 29227-91;
- калий йодистый "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 10%;
- кислота серная "ч.д.а.", "х.ч."; раствор с массовой долей 10%;
- крахмал растворимый "ч"; раствор с массовой долей 0,5%, приготовленный по ГОСТ 4517-87;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

7.3.2. Проведение испытания.

В две колбы вместимостью 250 см³ наливают по 150 см³ воды, используемой для промывания оборудования (контрольная проба) и анализируемой смывной воды. В каждую колбу последовательно прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты, 10 см³ раствора йодистого калия, 1 см³ раствора крахмала и перемешивают.

Более интенсивное окрашивание смывной воды по сравнению с контрольной пробой свидетельствует о присутствии в ней средства и о необходимости продолжения промывания оборудования.

Промывание оборудования завершают при установлении одинаковой интенсивности окрасок в обеих колбах.