

Міністерство охорони здоров'я України
Національна академія медичних наук України
Державна установа «Інститут медицини праці імені Ю. І. Кундієва
Національної академії медичних наук України»

МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН
У ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ І МИЙНИХ ЗАСОБАХ

Методичні рекомендації

Київ
ВД «Авіцена»
2024

УДК 543.068:648.6(083)

М54

Установа – розробник: Державна установа «Інститут медицини праці імені Ю.І. Кундієва Національної академії медичних наук України»

Укладачі:

І. М. Андрусишина, доктор біологічних наук, старший науковий співробітник

О. Г. Лампека, науковий співробітник

І. О. Голуб, науковий співробітник

Є. Р. Заєць, науковий співробітник

В. Ф. Демченко, кандидат біологічних наук, старший науковий співробітник

Т. М. Пивовар, інженер

М. А. Барикін, молодший науковий співробітник

Рецензенти:

О. П. Яворовський, академік НАМН України, професор, доктор медичних наук

В. І. Назаренко, доктор біологічних наук, старший науковий співробітник

Методи контролю хімічних речовин у дезінфекційних і мийних засобах: методичні рекомендації; укладачі: І. М. Андрусишина, О. Г. Лампека, І. О. Голуб, Є. Р. Заєць, В. Ф. Демченко, Т. М. Пивовар, М. А. Барикін. Київ : ВД «Авіцена», 2024. с.76

ISBN 978-617-7597-44-4

У виданні узагальнено методичні підходи до контролю хімічних речовин у дезінфекційних засобах. Запропоновано сучасні підходи до методів контролю кількісного вмісту хімічних речовин, що входять до складу дезінфекційних засобів. Методичні рекомендації видаються в Україні вперше.

Для працівників науково-дослідних установ, випробувальних лабораторій, лікарів-лаборантів клінічних діагностичних лабораторій, лікарів судово-медичної експертизи, які займаються визначенням хімічних речовин у дезінфекційних засобах.

ISBN 978-617-7597-44-4

ДУ «Інститут медицини праці
імені Ю. І. Кундієва НАМН України», 2023
ТОВ «ВД «Авіцена», 2023

Національна академія медичних наук України
Державна установа «Інститут медицини праці імені Ю.І.Кундієва Національної
академії медичних наук України»

«УЗГОДЖЕНО»

Начальник лікувально-організаційного
управління НАМН України,
професор, д.мед.н.

І.Д. Шкробанець

2023 р.



МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН У ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ І МИЙНИХ ЗАСОБАХ

Методичні рекомендації

Київ 2023

ЗМІСТ

Вступ

1. ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ВМІСТУ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН У ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ ЗАСОБАХ

1.1. Контроль органолептичних показників (запах), візуальний (колір, характер рідини) і сенсорний (вид поверхні)

1.1.1. Контроль зовнішнього вигляду, кольору, запаху речовини, маси

1.1.2. Визначення густини засобу

1.1.3. Визначення маси таблетки

1.1.4. Визначення ферментативної активності

1.2. Контроль водневого показника в дезінфекційних і мийних засобах

1.3. Методи титриметричного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних і мийних засобах

1.3.1. Вимірювання масової частки четвертинних амонійних сполук

1.3.2. Вимірювання масової частки алкілдиметилбензиламонію хлориду

1.3.3. Вимірювання масової частки дидецилдиметиламонію хлориду

1.3.4. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)-додециламіну

1.3.5. Вимірювання масової частки полігексаметиленгуанідину гідрохлориду

1.3.6. Вимірювання масової частки глютарового альдегіду

1.3.7. Вимірювання вмісту глютарового альдегіду

1.3.8. . Вимірювання масової частки тіосульфату натрію в перерахунку на $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

1.3.9. Вимірювання масової частки перекису водню

1.3.10. Вимірювання масової частки кислоти надоцтової

1.3.11. Вимірювання масової частки ортофталевого альдегіду

1.4. Методи потенціометричного титрування для визначення хімічних речовин у дезінфекційних засобах

1.4.1. Вимірювання вмісту алкілдиметилбензиламонію хлориду

1.4.2. Вимірювання вмісту дидецилдиметиламонію хлориду

1.4.3. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)-додециламіну методом потенціометричного титрування

1.5. Методи фотометричного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних і мийних засобах

1.5.1. Вимірювання масової частки полігексаметиленгуанідину гідрохлориду

1.5.2. Вимірювання масової частки суми альдегідів

1.6. Методи хроматографічного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних засобах

1.6.1. Вимірювання масової частки спирту ізопропілового

1.6.2. Вимірювання масової частки 2-феноксіетанолу

1.6.3. Вимірювання масової частки спирту етилового

1.6.4. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну

1.6.5. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну методом газорідинної хроматографії з полум'яно-іонізаційним детектуванням

2. КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН, ЩО ВХОДЯТЬ ДО СКЛАДУ ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ І МИЮЧИХ ЗАСОБІВ

Висновки

Перелік рекомендованої літератури

Додатки

Додаток 1. Метрологічні показники, що контролюються в дезінфекційних і мийних засобах

Додаток 2. Нормативи контролю вимірювань

Додаток 3. Невизначеність вимірювання для окремих дезінфекційних і мийних засобів

Додаток 3 (довідковий). Важливі характеристики валідації для різних типів випробування

Додаток 4 (довідковий). Переваги та недоліки різних груп дезінфікуючих засобів

Додаток 5. Міжлабораторні порівняння результатів випробувань (МІПР)

Перелік умовних скорочень

ГА – глютаровий альдегід

ГРХ – газорідинна хроматографія

ІМ – іонометрія

ОП – оптична густина

ПАР– поверхнево-активні речовини

ПГМГ– полігексаметиленгуанідин

ТМ –титриметрія

ТУ – технічні умови

ФМ –фотометрія

ХР – хімічні речовини

ЧАС – четвертинні амонійні сполуки

ЧНД – чинна нормативна документація

ВСТУП

Хімічні методи дезінфекції широко застосовують на практиці. В основі цих методів лежить використання різних хімічних речовин, які вбивають мікроорганізми. Хімічні речовини, які входять до складу дезінфекційних засобів, чинять різну дію на мікроорганізми, а саме: бактерицидну – здатність вбивати бактерії; бактеріостатичну – пригнічують їхню життєдіяльність; віруліцидну – здатність вбивати віруси; фунгіцидну – здатність вбивати грибки.

Серед хімічних дезінфекційних засобів розрізняють *засоби м'якої дезінфекції*, що використовують для антисептичної обробки шкіри рук, одягу, білизни, які використовують для знезараження дуже забруднених матеріалів (випорожнень, взуття, туалетів тощо).

Слід відзначити, що сучасні дезінфекційні засоби являють собою багатокомпонентні композиції, що складаються з діючих і допоміжних речовин, які забезпечують їхнє цільове призначення. За хімічною природою діючі речовини належать до наступних груп хімічних сполук: альдегідовмісні (формалін, формальдегід, суміш альдегідів та ін.), галоїдвмісні (хлор і його сполуки, розчини хлорного вапна, хлорамін, спиртовий розчин йоду, йоданат, розчин Люголю), кисневмісні (перекис водню, перманганат калію та ін.), ПАР, спиртовмісні (етиловий, метиловий, ізопропіловий спирти), феноловмісні (фенол, лізол), луги, кислоти, барвники, солі токсичних металів (сполуки срібла, міді та інші, включаючи їхні розчини, де метали представлені у формі наночастинок) та інші речовини.

Кожна група дезінфекційних засобів має свої переваги та недоліки, які визначають сферу їхнього ефективного застосування.

Найширше в сучасній дезінфекційній практиці застосовуються ПАР, зокрема ЧАС та галоїдвмісні засоби. Перевагами ЧАС є низька токсичність, сприятливі фізико-хімічні та екологічні характеристики, наявність мийних властивостей, стабільність самих засобів і їхніх робочих розчинів, простота приготування останніх; недоліками є відсутність спороцидної дії, недостатньо виражені віруліцидні та туберкулоцидні властивості. Засоби на основі алкіламінів за спектром протимікробної дії наближаються до альдегідвмісних, мають дещо меншу токсичність для людини та сприятливі фізико-хімічні властивості.

Гуаніди мають низьку токсичність, не леткі, але мають недостатні віруліцидні та туберкуліцидні властивості. Здатність цих сполук утворювати

плівку на об'єктах знезараження, з одного боку, сприяє пролонгації знезаражувальної дії, з іншого, є неприпустимою для високотехнологічних об'єктів знезараження.

Хлорвмісні засоби є найдешевшими, мають широкий спектр протимікробної дії. За несприятливих фізико-хімічних умов зберігання та дозування ці засоби здатні чинити виражену подразнювальну дію на слизові оболонки очей і верхніх дихальних шляхів та дії, що сприяють пошкодженню об'єктів знезараження.

Альдегідовмісні засоби є універсальними за спектром протимікробної дії, стабільними при зберіганні, але досить токсичними.

Кисневмісні засоби мають виражені бактерицидні, віруліцидні, фунгіцидні та спороцидні властивості, але несприятливі для використання через фізико-хімічні властивості, недостатню стабільність при зберіганні.

Спиртовмісні засоби діють швидко, але швидко й випаровуються, тому їх доцільно застосовувати для дезінфекції невеликих за розмірами об'єктів і важкодоступних вузлів обладнання та апаратури. Застосування феноловмісних засобів, кислот, лугів відходить у минуле.

Тож на теперішньому етапі оптимальним є використання дезінфекційних засобів на основі ЧАС та алкіламінів, гуанінів, спиртів, пероксидів, альдегідів.

Особливості застосування дезінфекційних засобів в Україні

Сьогодні в Україні зареєстровано понад 400 дезінфекційних засобів (з них лише 22 % вітчизняного виробництва), які в переважній більшості являють собою багатофункціональні композиції, що складаються з діючих і допоміжних речовин.

Асортимент дезінфекційних засобів є достатнім у кількісному складі та достатньо різноманітним у якісному відношенні. В умовах можливості раціонального вибору дезінфекційних засобів слід відходити від практики не виправдано широкого застосування універсальних за спектром протимікробної дії препаратів і надавати перевагу найпридатнішим за своїм призначенням дезінфектантам.

Упровадження в медичну практику великої кількості дезінфекційних засобів зробило актуальною проблему оптимізації їхнього вибору, який у кожному конкретному випадку має проводитись з урахуванням епідемічної ситуації, особливостей і рівня мікробної контамінації об'єктів знезараження.

Удосконалення дезінфекційних технологій на практиці вимагає оптимального вибору дезінфікуючих засобів залежно від конкретної задачі. З

цією метою має здійснюватися комплексна система оцінки всіх значимих властивостей дезінфекційного засобу, що визначають виконання поставленої мети – забезпечення найвищої ефективності проведення дезінфекційних заходів.

Дезінфекційні засоби в Україні підлягають гігієнічній регламентації та державній реєстрації в порядку, який встановлений законодавством.

Виробництво, зберігання, транспортування, застосування та реалізація дезінфекційних засобів здійснюється з дотриманням вимог відповідних нормативно-правових актів. Застосування дезінфекційних засобів, не зареєстрованих у встановленому порядку в Україні, а також тих, у процесі виготовлення, транспортування чи зберігання яких було порушено вимоги технологічних регламентів та інших нормативно-правових актів, забороняється. Теоретичну та методологічну основу для створення високоефективних у цільовому відношенні й безпечних для людини та довкілля дезінфекційних засобів і розробку оптимальних технологій їхнього застосування забезпечує наука дезінфектологія.

Для визначення вмісту ХР дослідниками застосовуються різноманітні інструментальні методи, переважна більшість яких – молекулярно-абсорбційні, спектральні, електрохімічні, хроматографічні та інші.

У Державній установі «Інститут медицини праці імені Ю.І.Кундієва Національної академії медичних наук України» упродовж багатьох років виконуються дослідження з контролю відповідності ТУ виробника складу дезінфекційних засобів, що виробляються українськими виробниками. Однак частіше контроль вмісту ряду ХР виконується за затвердженими ТУ, де не завжди адекватно прописані методики кількісного контролю ХР.

ТУ потрібно регулярно перевіряти, але не рідше одного разу на п'ять років, після надання їм чинності чи останнього перевіряння, якщо не виникає потреби перевірити їх раніше в разі прийняття нормативно-правових актів, що відповідають національним (міждержавним) стандартам та іншим нормативним документам, якими регламентовано інші вимоги, ніж ті, що встановлено в ТУ.

У даних методичних рекомендаціях узагальнено методичні підходи до контролю ХР у дезінфекційних засобах. Також запропоновані сучасні підходи до методів контролю кількісного вмісту ХР, що входять до складу дезінфекційних засобів.

Дослідження виконано в рамках НДР «Удосконалення методичних підходів до виявлення професійної та екологічної хімічної експозиції», номер державної реєстрації 0122U000650, період виконання 2022–2024 рр.

Методичні рекомендації призначені для працівників науково-дослідних установ, випробувальних лабораторій, лікарів-лаборантів клінічних діагностичних лабораторій, лікарів судово-медичної експертизи, які займаються визначенням ХР у дезінфекційних засобах.

Методичні рекомендації видаються в Україні вперше.

1. ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ВМІСТУ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН У ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ ЗАСОБАХ

1.1. Контроль органолептичних показників (запах), візуальний (колір, характер рідини) та сенсорний (вид поверхні)

Відбір проб продукції для органолептичного та фізико-хімічного контролю здійснюється відповідно до вимог стандарту ДСТУ 17025 2019.

Об'єм проби продукції повинен бути не менше ніж 500 см³.

1.1.1. Контроль зовнішнього вигляду, кольору, запаху речовини

Запах визначають органолептично за температури $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$, колір рідини – візуально, характер поверхні таблетованих, гранульованих засобів – сенсорно. Зовнішній вигляд і колір засобу визначають візуально в прозорій ємності за температури $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Для цього 10 см³ засобу вносять у чисту пробірку діаметром 14мм із прозорого нейтрального скла та розглядають на білому фоні в розсіяному світлі. Якщо засобу недостатньо для якісного визначення зовнішнього вигляду та кольору, то тоді використовують пробірку діаметром 21мм або циліндр для аерометрів без шкали діаметром $(39 \pm 1)\text{мм}$, які заповнюють до половини об'єму.

Для визначення запаху засобів беруть 2 см³ дезінфекційного засобу, наносять на годинникове скло діаметром 60–80мм (у разі наявності летких речовин наносять 0,5 см³ на фільтрувальний папір) і відразу ж на відстані 40–60 мм органолептично перевіряють наявність і характер запаху.

1.1.2. Вимірювання густини засобу

Густина аналізованого засобу в грамах на кубічний сантиметр визначають відповідно до вимог ДСТУ 7261:2012.

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні не нижче 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200г – згідно з ГОСТ 24104;
- Ареометр скляний – згідно з ГОСТ 18481;
- Секундомір механічний будь-якого типу;
- Термостат водяний будь-якої марки, що забезпечує температуру нагрівання $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$;
- Термометр скляний з ціною поділки шкали $0,1^\circ\text{C}$ і діапазоном температур від 0°C до 100°C – згідно з ЧНД;
- Циліндр мірний 1-100 – згідно з ГОСТ 1770.

Проведення вимірювання

Засіб поміщають у циліндр, який встановлюють у термостат. У рідину за температури 20°C обережно занурюють сухий аерометр. Знімають показання аерометра через 3–4 хв після його занурення за поділкою на шкалі відповідно до нижнього меніска рідини.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень. Результати признаються достовірними з 95% ймовірністю, якщо розходження між ними не перевищує 5%.

1.1.3. Вимірювання маси таблетки

Для визначення маси зважують 10 таблеток, що були відібрані випадково, кожену окремо на вагах лабораторних згідно з ДСТУ 7270:2012. За результат приймають середнє арифметичне зважувань.

1.1.4. Визначення ферментативної активності

Визначення ферментативної активності проводять з використанням якісного методу, який заснований на руйнуванні емульсії желатину на смужці фотоплівки ферментами.

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні не нижче 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200г – згідно з ГОСТ 24104;
- Секундомір будь-якого типу з похибкою $\pm 0,1$ с – згідно з ЧНД;

- Термометр рідинний скляний з діапазоном вимірювання температур від 0 °С до 100 °С з ціною поділки шкали 2 °С– згідно з ЧНД;
- Магнітна мішалка – згідно з ЧНД;
- Циліндр мірний 1-500-5 – згідно з ГОСТ 1770;
- Стакан мірний В-1-400 – згідно з ГОСТ 25336;
- Водяна баня, нагрівальна плитка з можливістю регулювання температури розчинів у діапазоні $(47,0 \pm 2,0)^\circ\text{C}$;
- Пінцет – згідно з ЧНД;
- Пробірки діаметром 15 мм, мінімальна висота 25 мм – згідно з ГОСТ 25336;
- Вода питна – згідно з чинними санітарними нормативами (ЧНД);
- Фотоплівка (може бути Кодак 35мм) неекспонована, чорно-біла або кольорова.

Підготовка до випробувань

У стакані місткістю 400 см³ готують 0,5% розчин засобу (не замінюючи питну воду на дистильовану або деіонізовану, оскільки при цьому змінюється рН розчину та може змінюватись ферментативна активність), перемішують отриманий розчин за допомогою магнітної мішалки протягом 5 хв і вимірюють рН. Якщо рН не відповідає діапазону 6,0–8,0, його необхідно відкоригувати за допомогою 0,1 н розчину соляної кислоти або натрію гідроксиду.

Тестові зразки фотоплівки нарізують на смужки шириною 12,7 мм з рулону фотоплівки, утримуючи краї фотоплівки за допомогою пінцета. Невикористану фотоплівку поміщають у футляр і зберігають у прохолодному місці.

Водяну баню розігрівають до температури $(47,0 \pm 2,0)^\circ\text{C}$.

Проведення випробування

У скляні пробірки наливають розчин засобу так, щоб у них можна було занурити $\frac{3}{4}$ довжини смужки фотоплівки. Смужки фотоплівки за допомогою пінцета поміщають у пробірки (у кожену пробірку по одній смужці), які встановлюють у підготовлену водяну баню, нагрівають розчин засобу до температури $(47,0 \pm 2,0)^\circ\text{C}$, використовуючи для перевірки температури термометр, включають секундомір і витримують за цієї температури протягом 30 хв. При використанні чорно-білої плівки занурення може бути зменшене до 15хв.

Через 30 хв смужки виймають з розчину за допомогою пінцета та протирають обидві поверхні кожної смужки тканиною, протягуючи смужки між

пальцями рівномірно і м'яко стискаючи її, зверху вниз для видалення желатинової емульсії, що є на плівці.

Обробка результатів

За результат випробування приймають повноту видалення желатинової емульсії зі смужки фотоплівки двох паралельних визначень. Випробування вважають пройденим, якщо желатинова емульсія повністю зійшла зі смужки фотоплівки. Випробування вважається негативними, якщо желатинова емульсія не повністю зійшла з фотоплівки. Для аналізу використовують не менше 4 пробірок з розчином, для кожної партії тест повторюють двічі.

1.2. Контроль водневого показника в дезінфекційних і мийних засобах

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- рН-метр будь-якої марки з набором електродів;
- Мірний посуд – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Термометр рідинний з інтервалом вимірюваних температур від 0 °С до 100 °С з ціною поділки шкали 1 °С;
- Папір фільтрувальний лабораторний;
- Вода дистильована з рН 5,8–6,0;
- Стандарт-титри для приготування зразків буферних розчинів для рН-метрії.

Допускається застосування апаратури з аналогічними технічними та метрологічними характеристиками, а також реактивів за якістю не нижче, ніж зазначені.

Підготовка до вимірювання

рН визначають як у готовому дезінфекційному засобі, так і в розведеному (для деяких дезінфекційних засобів можлива концентрація 1 або 10 %, це залежить від густини засобу).

рН-метр і електроди готують до роботи відповідно до інструкції, що додається до приладу.

Налаштування приладу здійснюють по буферному розчину, значення рН якого лежить у діапазоні вимірювань, що виконуються.

Проведення вимірювання

Приготований розчин або рідкий продукт поміщають у стакан місткістю 50 см³ або 100 см³, кінці електродів занурюють у досліджувану рідину. Електроди не повинні торкатися стінок і дна склянки. Значення рН знімають за показами приладу.

Обробка результатів

За остаточний результат випробування приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,1 одиниці рН; інтервал сумарної похибки вимірювання $\pm 0,1$ одиниці рН при довірчій імовірності $P=0,95$.

1.3. Методи титриметричного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних і мийних засобах

1.3.1. Вимірювання масової частки четвертинних амонійних сполук

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретка 1-1-2-25-0,1 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Колби мірні 2-100-2 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Колба Кн-1-250-29/32 з шліфованою пробкою – згідно з ГОСТ 9737-93;
- Піпетки 4-1-1, 2-2-5 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Циліндри 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Додецилсульфат натрію – згідно з ЧНД;
- Цетилпіридиній хлорид 1-водний із вмістом основної речовини не менше ніж 99 % виробництва фірми «Merck» (Німеччина) або реактив аналогічної кваліфікації;
- Еозин Н – згідно з ЧНД;
- Метиленовий блакитний (синій) – згідно з ЧНД;
- Кислота оцтова – згідно з ЧНД;
- Спирт етиловий ректифікований технічний – згідно з ДСТУ 4221:2003;
- Спирт ізопропіловий – згідно з ЧНД;
- Хлороформ – згідно з ТУ 6-09-4263-76;
- Кислота сірчана – згідно з ЧНД;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Підготовка до вимірювання

Приготування 0,004 моль/дм³ водного розчину додецилсульфату натрію: 0,115 г додецилсульфату натрію розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ з доведенням об'єму водою до мітки.

Приготування 0,004 н водного розчину цетилпіридинію хлориду: 0,143 г цетилпіридинію хлориду 1-водного розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ з доведенням об'єму дистильованою водою до мітки.

Приготування змішаного індикатора: *Розчин 1* – у мірному циліндрі 0,11 г еозину Н розчиняють у 2 см³ дистильованої води, додають 0,5 см³ кислоти оцтової, об'єм доводять спиртом етиловим або ізопропіловим до 40 см³ і перемішують; *Розчин 2* – 0,008 г метиленового блакитного розчиняють у 17 см³ дистильованої води, додають невеликими порціями 3,0 см³ концентрованої кислоти сірчаної, перемішують і охолоджують; *розчин змішаного індикатора* готують змішуванням Розчину 1 і Розчину 2 в об'ємному співвідношенні 4:1 у кількостях, що необхідні для використання протягом 3-денного терміну. Отриманий розчин зберігають у склянці з темного скла не більше ніж 3 доби.

Визначення поправочного коефіцієнта розчину додецилсульфату натрію

Поправочний коефіцієнт визначають двофазним титруванням розчину додецилсульфату натрію 0,004 н розчином цетилпіридинію хлориду.

До 10 см³ розчину додецилсульфату додають 15 см³ хлороформу, 2 см³ розчину змішаного індикатора і 30 см³ води. Закривають корком і струшують. Уміст колби титрують розчином цетилпіридинію хлориду, інтенсивно струшуючи при титруванні, до переходу синього забарвлення нижнього хлороформного шару у фіолетово-рожеве.

Розраховують значення поправочного коефіцієнта (К) розчину додецилсульфату натрію за формулою:

$$K = \frac{V_m}{V_n},$$

де V_m – об'єм розчину цетилпіридинію хлориду, см³; V_n – об'єм розчину додецилсульфату натрію, який витрачено на титрування, см³.

Проведення вимірювання

Для засобів, що мають високу масову частку ЧАС, необхідно провести розведення. Наважку засобу, що аналізується, від 0,12 г до 0,20 г (взяту з точністю до 0,0002 г) кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см³. Об'єм доводять дистильованою водою до мітки.

Для засобів, що мають *низьку масову частку ЧАС*, розведення не проводиться.

У конічну колбу з притертим корком вносять 5 см³ розчину додецилсульфату натрію, додають 15 см³ хлороформу, 2 см³ змішаного індикатора та 30 см³ дистильованої води. Отриману двофазну систему титрують приготуваним розчином засобу при збовтуванні в закритій колбі до переходу синього забарвлення нижнього хлороформного шару у фіолетово-рожеве.

Обробка результатів

Масову частку ЧАС (X) у відсотках для засобів, що мають *високу масову частку ЧАС і потребують попереднього розведення*, розраховують за формулою:

$$X = \frac{(b \times V \times K \times 100)}{m \times V_1} \times 100$$

де b – маса ЧАС, що відповідає 1,0 см³ розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н), г; V – об'єм розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н), який витрачений для титрування, см³ (5 см³); K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н); 100- об'єм приготованого розчину засобу; m – маса проби, що взята для аналізу, г; V₁ – об'єм розчину засобу, який витрачений на титрування, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Масову частку ЧАС (X) у відсотках для засобів, що мають *низьку масову частку ЧАС*, розраховують за формулою:

$$X = \frac{b \times V \times K \times 100}{d \times V_1}$$

де b – 0,00140 маса ЧАС, що відповідає 1 см³ розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), г; V – об'єм розчину додецилсульфату натрію концентрації точно ,004 моль/дм³ (0,004 н), який витрачений на титрування, см³ (5 см³); K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н); d – густина аналізованого засобу, г/см³, V₁ – об'єм засобу, який витрачений на титрування, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне 3 визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує розбіжність, що допускається рівною 1,0 %. Відносна сумарна похибка результату аналізу, що допускається, становить ± 3 % у разі довірчої ймовірності 0,95.

1.3.2. Вимірювання масової частки алкілдиметилбензиламонію хлориду

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення з похибкою, що не перевищує 0,0002г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретка 1-1-2-25-0.1 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Колби мірні 2-100-2 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Колба КН 1-50 зі шліфованою пробкою – згідно з ГОСТ 9737-93;
- Піпетки 4(5)-1-1-2.-1-5 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Циліндри 1-25, 1-50, 1-100 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Додецилсульфат натрію – згідно з ЧНД;
- Цетилпіридиній хлорид 1-водний із вмістом основної речовини неменше ніж 99 % виробництва фірми «Merck» (Німеччина) або реактив аналогічної кваліфікації;
- Індикатор еозин-метиленовий синій (за Май-Грюнвальдом), ч – згідно з ТУ МЗ 34-51;
- Хлороформ – згідно з ТУ 6-09-4263-76;
- Еозин Н – згідно з ЧНД;
- Метиленовий блакитний (синій) – згідно з ЧНД;
- Кислота оцтова – згідно з ЧНД;
- Спирт етиловий ректифікований технічний – згідно з ДСТУ 4221:2003;
- Спирт ізопропіловий – згідно з ЧНД;
- Кислота сірчана – згідно з ЧНД;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Підготовка до вимірювання

Приготування 0,004моль/дм³ (0,004н) водного розчину додецилсульфату натрію: 0,115 г додецилсульфату натрію розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ з доведенням об'єму водою до мітки.

Приготування 0,004моль/дм³ (0,004н) водного розчину цетилпіридинію хлориду: 0,143 г цетилпіридинію хлориду 1-водного розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ з доведенням об'єму дистильованою водою до мітки.

Приготування змішаного індикатора: розчин 1 – у мірному циліндрі 0,11 г еозину Н розчиняють у 2 см³ дистильованої води, додають 0,5 см³ оцтової кислоти, об'єм доводять спиртом етиловим або ізопропіловим до 40 см³ і перемішують; розчин 2 – 0,008 г метиленового блакитного (синього)

розчиняють у 17 см³ дистильованої води, додають невеликими порціями 3,0 см³ концентрованої кислоти сірчаної, перемішують і охолоджують. Розчин змішаного індикатора готують змішуванням розчину 1 і розчину 2 в об'ємному співвідношенні 4:1 у кількостях, які необхідні для використання протягом 3-денного терміну. Отриманий розчин зберігають у склянці з темного скла не більше ніж 3 доби.

Визначення поправочного коефіцієнта розчину додецилсульфату натрію

Поправочний коефіцієнт визначають двофазним титруванням розчину додецилсульфату натрію 0,004 н розчином цетилпіридинію хлориду.

У конічній колбі для титрування до 10 см³ розчину додецилсульфату додають 15 см³ хлороформу, 2 см³ розчину змішаного індикатора і 30 см³ води. Закривають корком і струшують. Уміст колби титрують розчином цетилпіридинію хлориду, постійно інтенсивно струшуючи в закритій колбі до переходу синього забарвлення нижнього хлороформного шару у фіолетово-рожеве.

Розраховують значення поправочного коефіцієнта (К) розчину додецилсульфату натрію за формулою:

$$K = \frac{V_m}{V_n}$$

де V_m – об'єм розчину цетилпіридинію хлориду, см³; V_n – об'єм розчину додецилсульфату натрію, який витрачений для титрування, см³.

Проведення вимірювання

Для засобів, що мають високу масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду, необхідно провести розведення. Наважку засобу, що аналізується, від 0,12 г до 0,20 г (взяту з точністю до 0,0002 г) кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см³. Об'єм доводять дистильованою водою до мітки. Для засобів, що мають низьку масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду, розведення не проводиться. У конічну колбу з притертою пробкою вносять 5 см³ розчину додецилсульфату натрію, додають 15 см³ хлороформу, 2 см³ змішаного індикатора і 30 см³ дистильованої води. Отриману двофазну систему титрують приготованим розчином засобу при постійному збовтуванні в закритій колбі до переходу синього забарвлення нижнього хлороформного шару у фіолетово-рожеве.

Обробка результатів

Масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду (X) у відсотках для засобів, що мають високу масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду, розраховують за формулою:

$$X = \frac{(b \times V \times K \cdot \times 100)}{m \times V_1} \times 100$$

де b – маса алкілдиметилбензиламонію хлориду, що відповідає 1,0 см³ розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н), г; V – об'єм розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н), який витрачений для титрування, см³ (5 см³); K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н); 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса проби, що взята для аналізу, г; V₁ – об'єм розчину засобу, який витрачений на титрування, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду (X) у відсотках для засобів, що мають низьку масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду, розраховують за формулою:

$$X = \frac{b \times V \times K \times 100}{d \times V_1}$$

де b – 0,00140 – маса алкілдиметилбензиламонію хлориду, що відповідає 1 см³ розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), г; V – об'єм розчину додецилсульфату натрію концентрації точно 0,004 моль/дм³ (0,004 н), який витрачений для титрування, см³ (5 см³); K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н); d – густина аналізованого засобу, г/см³; V₁ – об'єм засобу, який витрачений на титрування, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

За результат вимірювання приймають середнє арифметичне значення 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати допустиму розбіжність, що дорівнює 0,5%. Допустима відносна сумарна похибка результату аналізу ±3,0 % за довірчої ймовірності P=0,95.

1.3.3. Вимірювання масової частки дидецилдиметиламонію хлориду

Коли кількість хлорид-іонів у дезінфекційному засобі еквівалентна кількості дидецилдиметиламоній хлориду, то тоді для вимірювання

дидецилдиметиламоній хлориду використовується метод, що ґрунтується на здатності іонів хлору, що входить до складу засобу, взаємодіяти з розчином нітрату срібла з утворенням хлориду срібла. Кінець реакції визначають візуально за появою рожевого забарвлення в титрованому розчині при використанні індикатора 2,7-дихлорфлуоресцеїну в спирті ізопропіловому.

Приготування реактивів

Приготування індикатора: 0,100г 2,7-дихлорфлуоресцеїну розчиняють в спирті ізопропіловому в мірній колбі на 100 см³ і доводять об'єм до мітки спиртом ізопропіловим.

Приготування розчину спирту ізопропілового: 50 см³ спирту ізопропілового поміщають у мірну колбу на 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування 0,1н розчину нітрату срібла: 1,700г нітрату срібла розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Проведення вимірювань

бг засобу з точністю до 0,01г поміщають у конічну колбу місткістю 250 см³, додають 50 см³ водного розчину спирту ізопропілового, пробу перемішують, вносять 5–6 крапель індикатора і 1 краплю льодяної кислоти оцтової. Розчин титрують 0,1 н розчином нітрату срібла до переходу забарвлення в рожевий колір.

Обробка результатів

Масову частку дидецилдиметиламонію хлориду (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{N \times V \times 361 \times 100}{1000 \times m},$$

де N – нормальність розчину нітрату срібла, що використовується для титрування; V –об'єм розчину нітрату срібла, який використаний на титрування, см³; 361 – молекулярна маса дидецилдиметиламонію хлориду;100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;1000– коефіцієнт перерахунку дм³ в см³; m – маса засобу, яку взято для аналізу, г.

За результатами аналізу приймають середнє арифметичне 3 визначень. Допускається відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 5 \%$ при довірчій вірогідності 0,95.

Коли кількість хлорид-іонів у дезінфекційному засобі не є еквівалентною кількості дидецилдиметиламоній хлориду, то тоді використовується наступний метод вимірювання масової частки дидецилдиметиламоній хлориду. Цей метод ґрунтується на тому, що дидецилдиметиламоній хлорид є складовою ЧАС і вимірювання виконується згідно з методикою визначення ЧАС.

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г –згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретка 1-1-2-25-0,1 –згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Колби мірні 2-100-2 –згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Колба Кн-1-250-29/32 з шліфованою пробкою –згідно з ГОСТ 9737-93;
- Піпетки 4-1-1, 2-2-5 –згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Циліндри 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2 –згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Додецилсульфат натрію –згідно зЧНД;
- Цетилпіридиній хлорид 1-водний із вмістом основної речовини не менше ніж 99 % виробництва фірми «Merck» (Німеччина) або реактив аналогічної кваліфікації;
- Еозин Н –згідно зЧНД;
- Метиленовий блакитний (синій)–згідно зЧНД;
- Кислота оцтова –згідно зЧНД;
- Спирт етиловий ректифікований технічний –згідно з ДСТУ 4221:2003;
- Спирт ізопропіловий згідно з ЧНД;
- Хлороформ –згідно з ТУ 6-09-4263-76;
- Кислота сірчана –згідно зЧНД;
- Вода дистильована –згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Проведення вимірювання

Для засобів, що мають *високу масову частку* дидецилдиметиламоній хлориду, необхідно провести розведення. Наважку засобу, що аналізується, від 0,12 г до 0,20 г (взяту з точністю до 0,0002 г) кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см³. Об'єм доводять дистильованою водою до мітки.

Для засобів, що мають *низьку масову частку* дидецилдиметиламоній хлориду, розведення не проводиться.

У конічну колбу з притертим корком вносять 5 см³ розчину додецилсульфату натрію, додають 15 см³ хлороформу, 2 см³ змішаного

індикатора та 30 см³ дистильованої води. Отриману двофазну систему титрують приготуванням розчину засобу при збовтуванні в закритій колбі до переходу синього забарвлення нижнього хлороформного шару у фіолетово-рожеве.

Обробка результатів

Масову частку дидецилдиметиламонію хлориду (X) у відсотках у дезінфекційному засобі обчислюють за формулою:

$$X = \frac{0,00145 \times 5 \times K \times 100 \times 100}{m \times V},$$

Де 0,00145 – маса дидецилдиметиламонію хлориду, що відповідає 1 см³ розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), г; 5 – об'єм розчину додецилсульфату натрію, який використаний для титрування з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), см³; K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н); 100 – об'єм приготованого розчину засобу, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса аналізованої проби, г; V – об'єм розчину аналізованого засобу, який витрачений на титрування, см³.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне 3 визначень. Допускається відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 3\%$ у разі довірчої вірогідності 0,95.

1.3.4. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламініу

N,N'-біс(3-амінопропіл) додециламін визначається титруванням соляною кислотою (HCl).

Обладнання та реактиви:

- Колба конічна 1-250-29/32 зі шліфованим корком – згідно з ГОСТ 25336;
- Бюретка 1-1-2-25-0,1 – згідно з ГОСТ 29251;
- Індикатор бромфеноловий синій, 1% розчин;
- Стандарт-титр кислоти соляної 0,1н – згідно з ЧНД;
- Спирт етиловий ректифікований – згідно з ГОСТ 18309.

Проведення вимірювання

Наважку засобу 0,5–1,5 г (взяту з точністю до 0,0002 г) поміщають в колбу для титрування на 100 см³. Додають 0,1 см³ 1% розчину індикатора бромфенолового синього, 5,0 см³ спирту етилового та ретельно перемішують.

Титрують 0,1 н розчином кислоти соляної (HCl) до зміни синього забарвлення розчину на жовто-зелене.

Обробка результатів

Масову частку N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну (Y) у відсотках обчислюють за формулою:

$$Y = \frac{C \times V \times 299,54}{1000 \times 3 \times m} \times 100,$$

де C – точна концентрація розчину HCl, моль/дм³; V – об'єм розчину HCl, який витрачений на титрування, см³; 299,54 – молекулярна маса N,N'-біс(3-амінопропіл) додециламіну, г/моль; 1000– коефіцієнт перерахунку дм³ в см³; m – маса аналізованої проби, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

За результатом аналізу приймають середнє арифметичне 2 визначень. Допускається відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 0,5$ % при довірчій вірогідності 0,95.

У випадку, коли до складу дезінфекційного засобу входить дидецилдиметиламонію хлорид, вимірювання масової частки N,N'-біс (3-амінопропіл) додециламіну шляхом титрування соляною кислотою (HCl) не є можливим. Тому для вимірювання масової частки N,N'-біс (3-амінопропіл) додециламіну використовується метод вимірювання загального вмісту жирних амінів та ЧАС у кислому середовищі і метод вимірювання кількості ЧАС у лужному середовищі. Різниця між двома результатами дорівнює концентрації частки N,N'-біс (3-амінопропіл) додециламіну в засобі.

Приготування реактивів

Приготування 0,004 моль/дм³ розчину додецилсульфату натрію: 1,1500 г додецилсульфату натрію розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1 дм³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування 10 % водного розчину спирту етилового: у мірну колбу 500 см³ поміщають 50 г 96 % спирту етилового і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування змішаного індикатора: приготування основного розчину – 0,50 г 3,8-діаміно-5-метил-фенілфенантридініуму броміду розчиняють у 30 см³ 10 % водного розчину спирту етилового в колбі місткістю 100 см³ при нагріванні на водяній бані; 0,25 г дисульфана синього розчиняють у 30 см³ 10 % водного розчину спирту етилового в колбі місткістю 100 см³ при нагріванні на водяній

бані. Обидва розчини об'єднують у мірній колбі місткістю 250 см³, суміш охолоджують і доводять до мітки 10 % водним розчином спирту етилового.

Приготування розчину кислотного індикатора: 200 см³ дистильованої води і 20 см³ основного розчину змішаного індикатора поміщають у мірну колбу місткістю 500 см³, додають 3 см³ кислоти сірчаної та ретельно перемішують. Розчин доводять до мітки дистильованою водою та зберігають у склянці з темного скла.

Приготування розчину бромфенолового синього 0,2 %: 0,2 г бромфенолового синього розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування буферного розчину з рН 11,0: 10,0 г натрію вуглекислого та 100,0 г сульфату натрію послідовно розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі на 1000 см³, доводять об'єм до мітки дистильованою водою та ретельно перемішують.

Визначення загального вмісту N,N'-біс(3-амінопропіл) додециламіну та четвертинних амонійних сполук у кислотному середовищі

Наважку 1,0 г засобу (з точністю 0,001 г) кількісно переносять у мірну колбу на 100 см³, об'єм доводять до мітки дистильованою водою. У конічну колбу 250 см³ вносять 10 см³ розчину засобу, додають 30 см³ хлороформу, 2,0 см³ змішаного індикатора. Суміш ретельно перемішують і титрують 0,004 моль/дм³ розчином додецилсульфату натрію до переходу забарвлення хлороформного середовища від синього до сірувато-рожевого.

Визначення четвертинних амонійних сполук у лужному середовищі

У конічну колбу 250 см³ вносять 10 см³ розчину засобу, додають 50 см³ буферного розчину (рН 11,0), 20 см³ хлороформу та 3 краплі 0,2 % розчину бромфенолового синього. Суміш ретельно перемішують і титрують 0,004 моль/дм³ розчином додецилсульфату натрію до переходу забарвлення верхнього шару у фіолетове.

Обробка результатів

Масову частку N,N'-біс(3-амінопропіл) додециламіну (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times 0,004 \times 299,4 \times 100}{\dots}$$

$$X = \frac{1000 \times m}{V_1 - V_2}$$

де V_1 —об'єм додецилсульфату натрію, який витрачений на титрування в кислому середовищі, см^3 ; V_2 —об'єм додецилсульфату натрію, який витрачений на титрування в лужному середовищі, см^3 ; 0,004 — молярність розчину додецилсульфату натрію; 299,4 — молекулярна маса N,N'-біс(3-амінопропіл) додециламіну; 100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки; 1000— коефіцієнт перерахунку дм^3 в см^3 ; m — маса засобу, який взятий для аналізу, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів 3 паралельних визначень. Результати визначень признаються достовірними з 95% ймовірністю, якщо розходження між ними не перевищує 5%.

1.3.5. Вимірювання масової частки полігексаметиленгуанідину гідрохлориду

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г — згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретка 1-1-2-25-0,1 — згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Колби мірні 2-100-2 — згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Колба Кн-1-250-29/32 з шліфованою пробкою — згідно з ГОСТ 9737-93;
- Піпетки 4-1-1, 2-2-5 — згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Циліндри 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2 — згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Додецилсульфат натрію — згідно з ЧНД;
- Цетилпіридиній хлорид 1-водний із вмістом основної речовини не менше ніж 99 % виробництва фірми «Merck» (Німеччина) або реактив аналогічної кваліфікації;
- Еозин Н — згідно з ЧНД;
- Метиленовий блакитний — згідно з ЧНД;
- Кислота оцтова — згідно з ЧНД;
- Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ДСТУ 4221:2003;
- Спирт ізопропіловий — згідно з ЧНД;
- Хлороформ — згідно з ТУ 6-09-4263-76;
- Кислота сірчана — згідно з ЧНД;
- Вода дистильована — згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Приготування реактивів

Приготування розчину бромфенолового синього 0,05 %: 0,05 г бромфенолового синього розчиняють у 20 см³ спирту етилового в мірній колбі місткістю 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування 0,004 н водного розчину цетилпіридинію хлориду: 0,143 г (з точністю 0,0002 г) цетилпіридинію хлориду 1-водного розчиняють у 30–50 см³ дистильованої води в мірній колбі на 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування 0,004 н водного розчину додецилсульфату натрію: 0,115 г додецилсульфату натрію розчиняють у 30–50 см³ дистильованої води в мірній колбі на 100 см³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Визначення поправочного коефіцієнта розчину додецилсульфату натрію

У конічну колбу на 250 см³ вносять 10 см³ розчину додецилсульфату натрію (0,004 н), додають 40 см³ дистильованої води, 2,0 см³ розчину індикатора та 15 см³ хлороформу. Після збовтування виходить рідка двофазна система з нижнім хлороформним шаром, який забарвлений у синій колір. Її титрують 0,004 н розчином цетилпіридинію хлориду при попереми́нному сильному збовтуванні до знебарвлення хлороформного шару. Розраховують значення поправочного коефіцієнта (К) розчину додецилсульфату натрію згідно з формулою:

$$K = \frac{V_{\text{цп}}}{V_{\text{дод}}},$$

де $V_{\text{цп}}$ – об'єм 0,004 н розчину цетилпіридинію хлориду, який витрачений на титрування, см³; $V_{\text{дод}}$ – об'єм розчину додецилсульфату натрію, см³.

Приготування буферного розчину з рН 11,0: 10 г натрію вуглекислого, 100 г сульфату натрію (з точністю 0,0002 г) послідовно розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі на 1,0 дм³, доводять об'єм до мітки дистильованою водою та ретельно перемішують.

Проведення вимірювань

Наважку засобу 0,8–1,2 г (з точністю 0,0002 г) розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі 100 см³, доводять об'єм до мітки, ретельно перемішують. Поміщають у колбу для титрування на 100 см³ 5,0 см³ отриманого розчину, 10 см³ хлороформу, 0,080 см³ індикатора бромфенолового синього, 25 см³ буферного розчину. Закривають колбу корком і струшують розчин до знебарвлення водного шару. Отриману двофазну систему титрують 0,004 н

розчином додецилсульфату натрію. У кінці титрування розвивається жовто-зелене забарвлення хлороформного шару.

Обробка результатів

Масову частку ПГМГ гідро хлориду (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{0,00089 \times (V - V_{\text{час}}) \times K \times V_1 \times 100}{m \times V_2}$$

де 0,00089 – маса ПГМГ гідрохлориду, що відповідає 1 см³ розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), г; V – об'єм розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004н), який витратили на титрування суми дидецилдиметиламонію хлориду та ПГМГ гідрохлориду, см³; V_{час} – об'єм розчину додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/дм³ (0,004 н), см³, який витратили на титрування дидецилдиметиламонію хлориду, см³; K – поправочний коефіцієнт розчину додецилсульфату натрію ; V₁ – об'єм (100 см³), в якому розчинено наважку засобу; 100-коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – наважка засобу; V₂ – об'єм аліквоти аналізованого розчину (5 см³), який відібрано для титрування.

За результатами аналізу приймають середнє арифметичне 2 визначень. Похибка ± 0,5%.

Припускається відносна сумарна похибка результату аналізу ± 6,0 %, якщо довірча ймовірність становить 0,95.

1.3.6. Вимірювання вмісту глутарового альдегіду

Метод ґрунтується на здатності глутарового альдегіду взаємодіяти з піросульфідом натрію, залишок якого відтитровують стандартним розчином йоду. Уміст глутарового альдегіду розраховують з урахуванням різниці об'ємів розчину йоду, який витрачений на титрування контрольної та дослідної проб.

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012. Допускається застосування інших ваг з аналогічними метрологічними характеристиками;
- Набір гирь 2-го класу точності – згідно з ДСТУ OIML R 111-1:2008;
- Бюретка місткістю 25 см³ – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;

- Колби конічні Кн-1-500 ТХС – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Циліндри 1-5-2 та 1(3)-50-2 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003;
- Стандарт-титр йод 0,1н концентрації $C=0,1$ моль/дм³ – згідно з ЧНД;
- Крохмаль кукурудзяний – згідно з ЧНД;
- Піросульфит натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) – згідно з ЧНД.

Підготовка до вимірювання

Приготування 2 % водного розчину піросульфиту натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$): 2 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі на 100 см³ з доведенням об'єму до мітки дистильованою водою.

Проведення вимірювань

10–20 г засобу, що аналізується (з точністю 0,0002 г), розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі на 100 см³ з доведенням об'єму до мітки. До 1,0 см³ приготованого розчину додають 5,0 см³ 2 % водного розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, збовтують і через 5–7 хв титрують розчином йоду з концентрацією 0,1 моль/дм³ до появи стійкого жовтого забарвлення.

Як контроль паралельно проводять титрування розчину, де замість 1,0 см³ засобу, що аналізується, використовується дистильована вода і 5,0 см³ 2 % водного розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$.

Обробка результатів

Уміст глютарового альдегіду (Y) у відсотках обчислюють за формулою:

$$Y = \frac{0,0025 \times K \times (V_k - V) \times 100}{m}$$

де 0,0025 – маса глютарового альдегіду, що відповідає 1,0 см³ розчину йоду з концентрацією 0,1 моль/дм³, г; K – поправочний коефіцієнт розчину йоду; V_k – об'єм розчину йоду з концентрацією 0,1 моль/дм³, який витрачений на титрування в контрольному досліді, см³; V – об'єм розчину йоду з концентрацією 0,1 моль/дм³, який витрачений на титрування проби розчину, що аналізується, см³; – коефіцієнт розведення; m – маса проби, що аналізується, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне 2 визначень. Похибка становить $\pm 5,0$ %.

1.3.7. Визначення вмісту активного хлору

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Колба мірна 2-250-2 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Колби КН-1-250 з шліфованою пробкою – згідно з ГОСТ 9737-93;
- Циліндр 1-50 чи 3-50 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Склянка скляна СВ-14/08 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Піпетки 6-1-10; 6-15б – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Крохмаль – згідно ГОСТ 10163;
- Кислота сірчана – згідно з ЧНД;
- Калій йодистий – згідно з ГОСТ 4232 готують за ДСТУ 7274;
- Тіосульфат натрію (фіксанал) – згідно з ТУ 6-09-2540-72;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Підготовка до вимірювання

Приготування 0,5 % розчину крохмалю: у склянку вміщують 0,50 г крохмалю та розмішують із 10 см³ дистильованої води до отримання однорідної суміші; суміш повільно вливають з перемішуванням у склянку, де міститься 90 см³ води, що кипить; кип'ятять отриманий розчин 2–3 хв; фільтрують через паперовий фільтр «синя стрічка», що тричі промитий водою за температури 80–90 °С.

Приготування 20% розчину кислоти сірчаної: до 750 см³ дистильованої води невеликими порціями при перемішуванні додають 130 см³ концентрованої кислоти сірчаної; охолоджують, переливають у мірну колбу на 1дм³ і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Приготування 10 % розчину калію йодистого: у склянку вміщують 10 г калію йодистого і 90 см³ дистильованої води; перемішують уміст склянки до розчинення калію йодистого. Використовують щойно приготований розчин. – Розчин натрію тіосульфату 0,1 моль/дм³ готують з фіксаналу.

Проведення вимірювань

Цей аналіз використовують для визначення масової долі суміші сполук активного хлору (хлорновата кислота, гіпохлорит-іон, діоксид хлору) і активного кисню (перекис водню, озон) у перерахунку на активний хлор (сумарно).

Вимірювання масової долі суміші сполук активного хлору для *рідких дезінфекційних засобів*: у конічну колбу з притертим корком вносять 10 см³ аналізованого зразка, 10 см³ 20% кислоти сірчаної та 5 см³ 10% розчину калію йодованого; уміст колби перемішують і поміщають у темне місце на 5 хв. Йод, що виділився, титрують розчином натрію тіосульфату з концентрацією 0,1 моль/дм³ до світло-жовтого забарвлення, потім додають 1 см³ 0,5% розчину крохмалю та продовжують титрування до знебарвлення розчину.

Обробка результатів

Масову долю оксидантів (X) у відсотках у перерахунку на активний хлор в аналізованому зразку розраховують за формулою:

$$X = \frac{0,003545 \times V \times 100}{10},$$

де 0,003545 – маса активного хлору, що відповідає 1 см³ точно 0,1н розчину натрію тіосульфату, г; V – об'єм 0,1 моль/дм³ розчину натрію тіосульфату, який витрачений на титрування, см³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; 10 – об'єм аналіту, який витрачений на титрування, см³.

Вимірювання масової долі суміші сполук активного хлору для *гранульованих дезінфекційних засобів*: гранули аналізованого засобу в кількості близько 1 г переносять у ступку, ретельно подрібнюють і перемішують; 0,12–0,18 г подрібненого засобу (з точністю 0,0002 г) переносять у конічну колбу ємністю 250 см³, додають 20 см³ дистильованої води, 10 см³ розчину калію йодистого, перемішують до повного розчинення наважки, 20 см³ розчину кислоти сірчаної та знову перемішують; колбу закривають корком і поміщають у темне місце. Через 5 хв титрують йод, який виділився, розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення розчину, потім додають 1 см³ 0,5% розчину крохмалю та продовжують титрування до знебарвлення розчину.

Обробка результатів

Масову частку активного хлору (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{V \times 0,003545 \times 100}{m},$$

де V – об'єм розчину сіркуватистокислового натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) концентрації точно $0,1$ моль/дм³, см³; $0,003545$ – маса активного хлору, що відповідає 1 см^3 розчину тіосульфату натрію концентрації точно $0,1$ моль/дм³, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса наважки засобу, г.

За результат аналізу приймають середнє значення 2 паралельних визначень, абсолютне розходження між якими не повинно перевищувати розходження, яке рівне $0,5$ %. Допускна відносна сумарна похибка результату аналізу $\pm 2,0\%$ при довірчій імовірності $0,95$.

1.3.8. Вимірювання масової частки тіосульфату натрію в перерахунку на $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Метод полягає в титруванні розчинів, що мають у складі тіосульфат натрію, розчином йоду відомої концентрації в присутності крохмалю. Необхідно щоб розчин дезінфікуючої рідини для аналізів на вміст тіосульфату був безбарвним, без додавання барвників. Кількість розчину для аналізу розраховується за кількістю тіосульфату натрію на рівні $1,000\text{ г}$ у пробі.

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з 7270:2012. Допускається застосування інших терезів з аналогічними метрологічними характеристиками;
- Набір гирь 2-го класу точності – згідно з ДСТУ OIML R 111-1:2008;
- Стаканчики для зважування;
- Бюретка місткістю 25 см^3 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Колби конічні Кн-1-500 ТХС – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Циліндри 1-5-2 та 1(3)-50-2 – згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018;
- Стандарт-титр йоду концентрації $0,1$ моль/дм³ – згідно з ЧНД;
- Крохмаль – згідно з ГОСТ 10163, розчин з масовою часткою $0,5\%$.
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003;

Проведення вимірювань

Наважку засобу, що аналізується поміщають у конічну колбу місткістю 250 см^3 , розчиняють у 50 см^3 води, додають 1 см^3 розчину крохмалю ($0,5\%$) і титрують розчином йоду до появи синього забарвлення.

Обробка результатів

Масову частку тіосульфату натрію (X) у відсотках у перерахунку на $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ обчислюють за формулою:

$$X = \frac{V \times 0,0248 \times 100}{m},$$

де V –об’єм розчину йоду концентрації точно 0,1 моль/дм³, витрачений на титрування, см³; 0,0248 – кількість тіосульфату натрію $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, що відповідає 1 см³ розчину йоду концентрації точно 0,1 моль/см³, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса наважки, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує 0,3%. Абсолютна сумарна похибка результату аналізу, що допускається, $\pm 0,6\%$ при довірчій імовірності 0,95.

1.3.9. Вимірювання масової частки перекису водню

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2 класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Набір гирь 2-го класу точності – згідно з ДСТУ OIML R 111-1:2008;
- Колби конічні 1-250-29/32 – згідно з ГОСТ 25336;
- Бюретки 1-1-2-10-0,05 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Кислота сірчана, водний розчин (1:4) – згідно з ЧНД;
- Калій марганцевокислий (KMnO_4) за ГОСТ 20490. Розчин концентрації 0,1 моль/дм³ готують відповідно ДСТУ 7259.
- Крохмаль – згідно ГОСТ 10163, розчин з масовою часткою 1%.
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003;

Проведення вимірювання

0,2 г засобу поміщають у конічну колбу на 250 см³ і розчиняють в 25 см³ дистильованої води. Потім додають 25 см³ кислоти сірчаної (1:4). Уміст перемішують, охолоджують до кімнатної температури і титрують розчином

0,1моль/дм³ калію марганцевокислого (KMnO₄) до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв.

Одночасно проводять аналіз холостої проби.

Обробка результатів

Масову частку перекису водню(X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(V-V_1) \times 0,0017 \times 100}{m}$$

де V – об'єм розчину KMnO₄, який витрачений на титрування аналізованого розчину, см³; V₁ – об'єм розчину KMnO₄, який витрачений на титрування контрольної проби, см³; 0,0017 – маса перекису водню, що відповідає 1 см³ розчину KMnO₄ з концентрацією 0,1моль/дм³ (0,1н), г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса проби, г.

За результат приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,10%.

1.3.10. Вимірювання масової частки надощтової кислоти

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретки 1-1-2-10-0,05 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Колби мірні 2-500-2, 2-1000-2 – згідно з ГОСТ 1770;
- Колби конічні 1-250-29/32 – згідно з ГОСТ 25336;
- Піпетки 2-1-2-10 – згідно з ГОСТ 29227;
- Калій марганцевокислий (KMnO₄) за ГОСТ 20490. Розчин концентрації 0,1 моль/дм³ готують відповідно ДСТУ 7259.
- Калій йодистий, – згідно з ГОСТ 4232;
- Тіосульфат натрію (фіксанал), 0,1 моль/дм³ – згідно з ТУ 6-09-2540-72;
- Кислота сірчана, водний розчин (1:4) згідно з ЧНД;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Проведення вимірювань

Зважують 0,1500-0,2000 г дезінфікуючого засобу і кількісно переносять в конічну колбу. Наважку розчиняють в 10 см³ дистильованої води, додають 50

см³ розчину сірчаної кислоти. Отриманий розчин охолоджують до кімнатної температури і титрують розчином 0,1моль/дм³ калію марганцевокислого (KMnO₄) до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв. Таким чином в пробі визначають вміст пероксиду водню. Для визначення масової частки над оцтової кислоти до того ж розчину додають 2г йодистого калію, або 2 см³ насиченого розчину йодистого калію і залишають на 10 хвилин у темному місці. Йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію до знебарвлення. В кінці титрування, коли інтенсивне забарвлення йоду стане слабшим, солом'яно-жовтим, до розчину додають 2-3 см розчину крохмалю і продовжують титрування до повного знебарвлення синього кольору.

Обробка результатів

Масову частку надоцтової кислоти (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{V \times 0.0038 \times 100}{m}$$

де V – об'єм розчину тіосульфату натрію з концентрацією точно 0,1 моль/дм³, який витрачений на титрування розчину, що аналізують, см³; 0,0038 – маса надоцтової кислоти, що відповідає 1 см³ розчину тіосульфату натрію з концентрацією 0,1 моль/дм³; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса проби, г.

За результат приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує розбіжність 1%. Допускається відносна сумарна похибка результату аналізу 8,0% при довірчій імовірності 0,95.

1.3.11.Вимірювання масової частки ортофталевого альдегіду

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270:2012;
- Бюретки 1-1-2-10-0,05 – згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018;
- Колби мірні 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;
- Колби Кн-1-250-29/32 з притертими пробками – згідно з ГОСТ 9737-93;
- Циліндри мірні скляні 1-25-2, 1-509-2, 1-100-2 – згідно з ДСТУ ISO 1042:2005;

- Бромфеноловий синій (індикатор), ч.д.а. – згідно з ЧНД;
- Гідроксиламін солянокислий, ч.д.а. – згідно з ЧНД;
- Спирт етиловий технічний гідролізний ректифікований – згідно з ЧНД;
- Натрію гідроксид, х.ч. – згідно з ГОСТ 43278 або натрію гідроксид, стандарт-титр 0,1 моль – згідно з ЧНД;
- Кислота соляна, стандарт-титр 0,1 моль – згідно з ЧНД;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Приготування розчинів

Приготування розчину гідроксиламіну солянокислого ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) концентрації 1 моль/дм³ (1н): наважку 69,5 г препарату $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, взяту з точністю до 0,1 г, розчиняють в 300 см³ дистильованої води в мірній колбі місткістю 1000 см³, об'єм доводять дистильованою водою до мітки та ретельно перемішують. Отриманий розчин зберігають у склянці з темного скла протягом 6 міс. за кімнатної температури.

Приготування розчину 0,1% бромфенолового синього: наважку 0,1 г бромфенолового синього, взяту з точністю до 0,01 г, розчиняють в 50 см³ спирту етилового в мірній колбі місткістю 100 см³, об'єм колби доводять дистильованою водою до мітки та ретельно перемішують. Отриманий розчин зберігають у склянці з темного скла протягом 6 міс. за кімнатної температури.

Розчин соляної кислоти (HCl) з концентрацією 0,1 моль/дм³ (0,1н) готують у мірній колбі місткістю 1000 см³ із стандарт-титру 0,1н. Отриманий розчин зберігають у скляній щільно закритій тарі в місцях, які захищені від попадання прямих сонячних променів, протягом 6 міс.

Розчин натрію гідроксиду (NaOH) з концентрацією 0,5 моль/дм³ (0,5н) готують із стандарт-титру 0,1н. Для цього вміст ампули кількісно переносять у мірну колбу місткістю 200 см³, доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Дистильовану воду для приготування розчину NaOH спочатку кип'ятять протягом 15 хв для видалення вуглекислого газу. Розчин зберігають у щільно закритій тарі з поліетилену або пропілену протягом 3 міс.

Розчин натрію гідроксиду (NaOH) з концентрацією 0,1 моль/дм³ (0,1н) готують із стандарт-титру 0,1н. Для цього вміст ампули кількісно переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Дистильовану воду для приготування розчину NaOH спочатку кип'ятять протягом 15 хв для видалення вуглекислого газу. Розчин зберігають у щільно закритій тарі з поліетилену або пропілену протягом 3 міс.

Визначення поправочного коефіцієнта розчину натрію гідроксиду з концентрацією 0,5моль/дм³(0,5н)

У конічну колбу вносять 2 см³ розчину NaOH, додають 20 см³ дистильованої води та 5 крапель бромфенолового синього. Уміст колби титрують розчином HCl до зміни забарвлення на жовто-зелене.

Проведення випробувань

Наважку засобу вносять у конічну колбу місткістю 250 см³, додають 20 см³ дистильованої води та 3–4 краплі індикатора бромфенолового синього. До отриманої суміші поступово додають розчин HCl 0,1моль/дм³, доки забарвлення розчину не стане світло-зеленого кольору. Потім до розчину невеликими порціями додають розчин NaOH (концентрація 0,1моль/дм³), поки розчин не стане синього кольору. До отриманої суміші додають 25 см³ розчину NH₂OH • HCl, суміш перемішують, колбу закривають пробкою і залишають на 20 хв за кімнатної температури (забарвлення розчину змінюється на світло-зелене). Суміш титрують розчином NaOH (концентрація 0,5моль/дм³) до зміни світло-зеленого забарвлення на фіолетове (або синє), яке не зникає протягом 1–2 хв.

Обробка результатів

Масову частку ортофталевого альдегіду (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{0,03353 \times V_{\text{NaOH}} \times K_{\text{NaOH}}}{M_{\text{H}}} \times 100,$$

де 0,03353 – маса ортофталевого альдегіду, що відповідає 1см³ розчину NaOH з концентрацією точно 0,5моль/дм³, г; V_{NaOH} – об'єм розчину NaOH з концентрацією точно 0,5моль/дм³, який витрачений на титрування, см³; K_{NaOH} – поправочний коефіцієнт розчину NaOH; M_H – маса аналізованої проби, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Результатом аналізу вважають середнє арифметичне 2 вимірювань, абсолютна розбіжність між якими не перевищує допустиму розбіжність, що дорівнює 1%. Допускається відносна сумарна похибка результату аналізу 4,5% при довірчій імовірності 0,95.

1.4. Методи потенціометричного титрування при вимірюванні хімічних речовин у дезінфекційних засобах

1.4.1. Вимірювання вмісту алкілдиметилбензиламонію хлориду

Вимірювання вмісту алкілдиметилбензиламонію хлориду здійснюється за допомогою методу потенціометричного титрування з використанням додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/л.

Обладнання та реактиви:

- Метанол;
- Буферний розчин, рН якого дорівнює 10,0;
- Водний розчин додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/л;
- Суміш для розчинення А, що складається з 10% (в об'ємному відношенні) буферного розчину рН 10,0 (в об'ємному відношенні 10 мл буфера + 90 дистильованої води);
- Іонний поверхнево-активний електрод;
- Ag/AgCl контрольний електрод;
- Електронний прилад, наприклад, титропроцесор Metrohm.

Проведення вимірювання

У мірну колбу на 50 см³ переносять від 0,25 г до 0,35 г зразка з точністю до 0,1 г і розбавляють метанолом до мітки. Піпеткою відміряють 5 см³ даного розчину та разом з 95 см³ суміші для розчинення А додають у лабораторний стакан, після чого починають процес титрування. Поверхнево-активний електрод допускається до даних умов до 30 с.

Обробка результатів

Масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду (Y) у відсотках обчислюють за формулою:

$$Y = \frac{C \times 0,004 \times 0,1 \times F \times 354}{m},$$

де C – об'єм розчину додецилсульфату натрію з концентрацією точно 0,004 моль/дм³, який витрачений на титрування аналізованого розчину, см³; 0,004 – концентрація додецилсульфату натрію, моль/л; **F – ???; 354 – ???**; m – маса зразка розчину дезінфекційного засобу, що взятий для аналізу, г.

1.4.2. Вимірювання вмісту дидецилдиметиламонію хлориду

Вимірювання вмісту дидецилдиметиламонію хлориду проводять потенціометричним титруванням у водних розчинах з використанням оксидно-нікелевого електрода. Титрантом слугує натрій тетрафенілборат (STPB).

Обладнання та реактиви:

- MetrohrnTitrino 716 DSM зі звичайним (Citizen) принтером;
- Dosimat 665 та комірка 6.3013.223 (із керамічним плоским екраном);
- NIO – електрод 6. 0507. 010;
- Ag/AgCl електрод порівняння 6. 0726. 100(зовнішній електроліт CNaCl = 3 моль/л, внутрішній електроліт KCl = 3 моль/л).
- Натрій тетрафенілборат, ч.д.а.; згідно з ЧНД;
- Буферний розчин рН 10,0 згідно з ЧНД;
- Спирт полівініловий згідно з ЧНД;
- Розчин захисного колоїду; згідно з ЧНД;
- Кислота оцтова конц., ч.д.а. згідно з ЧНД;

Приготування титранту

Для приготування 0,01 моль/дм³ розчину натрію тетрафенілборату зі спиртом полівініловим, концентрація якого в розчині 10 г/дм³, у хімічному стакані зважують 3,4223 г натрію тетрафенілборату та розчиняють його в 300 см³ дистильованої води. У другому стакані при підігріві розчиняють 10 г спирту полівінілового в 300 см³ дистильованої води. Спирт полівініловий необхідно додавати до води дрібними порціями при перемішуванні. Після охолодження обидва розчини змивають дистильованою водою в мірну колбу на 1000 см³, додають 10 см³ буферного розчину з рН 10,0 і доводять дистильованою водою до мітки.

Увага! Розчин захисного колоїду (PV A) перед додаванням до натрію тетрафенілборату повинен бути охолоджений до кімнатної температури. Термін зберігання – 4 тижні.

Встановлення титру

Встановлення титру виконують із застосуванням 0,004 моль/дм³ (0,004н) розчину додецилсульфату натрію. 25 см³ цього розчину за допомогою дозаторів попередньо поміщають у хімічний стакан на 150 см³, додають до об'єму 100 см³

демінералізованої води та перед титруванням 2 краплі кислоти оцтової концентрованої. Титрант: розчин 0,01 моль/дм³ натрію тетрафенілборату.

Проведення вимірювань

Пробу зважують безпосередньо в хімічному стакані і розбавляють демінералізованою водою до 100 см³. Перед титруванням визначають кислотність або лужність проби. Титрувати треба при перемішуванні. Титрант: 0,01 моль/дм³ (М) розчин натрію тетрафенілборату.

Обладнання та реактиви:

- Метанол;
- Буферний розчин, рН якого дорівнює 10,0;
- Водний розчин додецилсульфату натрію з концентрацією 0,004 моль/л;
- Суміш для розчинення А, що складається з 10% (в об'ємному відношенні) буферного розчину рН 10,0 (в об'ємному відношенні 10 мл буфера + 90 дистильованої води);
- Іонний поверхнево-активний електрод;
- Ag/AgCl контрольний електрод;
- Електронний прилад, наприклад, титропроцесор Metrohm.

Проведення вимірювання

У мірну колбу на 50 см³ переносять від 0,25 г до 0,35 г зразка з точністю до 0,1 г і розбавляють метанолом до мітки. Піпеткою відміряють 5 см³ даного розчину та разом з 95 см³ суміші для розчинення А додають у лабораторний стакан, після чого починають процес титрування. Поверхнево-активний електрод допускається до даних умов до 30 с.

Обробка результатів

Масову частку алкілдиметилбензиламонію хлориду (Y) у відсотках обчислюють за формулою:

$$Y = \frac{C \times 0,004 \times 0,1 \times F \times 354}{m},$$

де C – об'єм розчину додецилсульфату натрію з концентрацією точно 0,004 моль/дм³, який витрачений на титрування аналізованого розчину, см³; 0,004 – концентрація додецилсульфату натрію, моль/л; F – це ; 354 – коефіцієнт перерахунку ; m – маса зразка розчину дезінфекційного засобу, що взятий для аналізу, г.

1.4.2. Вимірювання вмісту дидецилдиметиламонію хлориду

Вимірювання вмісту дидецилдиметиламонію хлориду проводять потенціометричним титруванням у водних розчинах з використанням оксидно-нікелевого електрода. Титрантом слугує натрій тетрафенілборат (STPB).

Обладнання та реактиви:

- MetrohrnTitrimo 716 DSM зі звичайним (Citizen) принтером;
- Dosimat 665 та комірка 6.3013.223 (із керамічним плоским екраном);
- NIO – електрод 6. 0507. 010;
- Ag/AgCl електрод порівняння 6. 0726. 100(зовнішній електроліт CNaCl = 3 моль/л, внутрішній електроліт KCl = 3 моль/л).
- Натрій тетрафенілборат, ч.д.а.; згідно з ЧНД;
- Буферний розчин рН 10,0 згідно з ЧНД;
- Спирт полівініловий згідно з ЧНД;
- Розчин захисного колоїду; згідно з ЧНД;
- Кислота оцтова конц., ч.д.а. згідно з ЧНД;

Приготування титранту

Для приготування 0,01 моль/дм³ розчину натрію тетрафенілборату зі спиртом полівініловим, концентрація якого в розчині 10 г/дм³, у хімічному стакані зважують 3,4223 г натрію тетрафенілборату та розчиняють його в 300 см³ дистильованої води. У другому стакані при підігріві розчиняють 10 г спирту полівінілового в 300 см³ дистильованої води. Спирт полівініловий необхідно додавати до води дрібними порціями при перемішуванні. Після охолодження обидва розчини змивають дистильованою водою в мірну колбу на 1000 см³, додають 10 см³ буферного розчину з рН 10,0 і доводять дистильованою водою до мітки.

Увага! Розчин захисного колоїду (PV A) перед додаванням до натрію тетрафенілборату повинен бути охолоджений до кімнатної температури. Термін зберігання – 4 тижні.

Встановлення титру

Встановлення титру виконують із застосуванням 0,004 моль/дм³ (0,004н) розчину додецилсульфату натрію. 25 см³ цього розчину за допомогою дозаторів

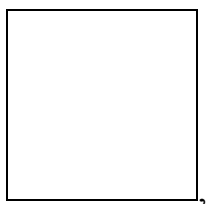
попередньо поміщають у хімічний стакан на 150 см³, додають до об'єму 100 см³ демінералізованої води та перед титруванням 2 краплі кислоти оцтової концентрованої. Титрант: розчин 0,01 моль/дм³ натрію тетрафенілборату.

Проведення вимірювань

Пробу зважують безпосередньо в хімічному стакані і розбавляють демінералізованою водою до 100 см³. Перед титруванням визначають кислотність або лужність проби. Титрувати треба при перемішуванні. Титрант: 0,01 моль/дм³ (М) розчин натрію тетрафенілборату.

Обробка результатів

Визначення масової частки дидецилдиметиламонію хлориду обчислюють за формулою:



де V – витрата натрію тетрафенілборату, мл; M_r – відносна мольна маса; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; E – наважка проби, г; 1000 – коефіцієнт перерахунку дм³ в см³. *Примітка.* При титруванні дидецилдиметиламонію хлориду утворюються 2 кінцевих продукти, що належать до різних четвертинних сполук (RS 1 і RS2). Сума обох результатів дає вміст ЧАС (RS 3).

1.4.3. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додeciламіну методом потенціометричного титрування

Обладнання та реактиви:

- 736 GP Titrino METROHM (CH N103);
- Електроди для вимірювання Sufactrode (Metrohm N6.0507.130);
- Еталонні електроди g/AgCl (Metrohm N6.0507.100), розчин 3М KCl;
- Ваги загального призначення 2-го класу точності – згідно з ДСТУ 7261;
- Бюретка місткістю 10 см³ – згідно з ЧНД;
- Колби конічні – згідно з ЧНД;
- Хлороформ – згідно з ГОСТ 20015;
- Спирт етиловий (денатурований – BRABANT) або аналогічний – згідно з ГОСТ 18300;

- Натрію додецилсульфат –згідно з ЧНД;
- Кислота лимонна –згідно з ЧНД;
- Натрію гідроксид –згідно з ЧНД;
- Вода дистильована –згідно з ГОСТ 676089.

Підготовка до вимірювання

Приготування водного розчину солі додецилсульфату натрію з концентрацією 0,008 моль/дм³ (М): 2,32 г додецилсульфату натрію розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1 дм³ і доводять дистильованою водою до мітки.

Приготування буферного розчину (рН=3): у мірну колбу місткістю 1дм³ вміщують 8,47 г кислоти лимонної з дистильованою водою, додають частинами 20,6 см³ 1моль/дм³ (М) розчину натрію гідроксиду та доводять до мітки дистильованою водою.

Проведення вимірювання

Засіб масою 0,20 г вносять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 20 см³ розчинника –суміш спирту етилового з хлороформом (у пропорції 1:1), доводять до мітки дистильованою водою. Розміщують калібровані електроди в отриману суміш і титрують розчином додецилсульфату натрію.

Параметри титрування:

- Густина в точці виміру – 5;
- Мінімальний крок – 50 мкл;
- Швидкість титрування – 5 мл/хв;
- Сигнал зрушення – відсутній;
- Час встановлення рівноваги – 26 с;
- Тривалість паузи – 60 с.

Обробка результатів

Визначення масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну (А) у відсотках обчислюють за формулою:

$$A = \frac{V \times 0,081}{(PE - X\%) \times 0,277}$$

де V – об'єм 0,008 моль/дм³ (М) розчину додецилсульфату натрію, який витрачений на титрування, мл; 0,081 – коефіцієнт; PE – маса дезінфекційного засобу, що аналізується, г; X – уміст ЧАС, що визначений попередньо методом титриметричного титрування, %.

1.5. Методи фотометричного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних і мийних засобах

1.5.1. Вимірювання масової частки полігексаметиленгуанідину гідрохлориду

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270;
- Колориметр фотоелектричний концентраційний КФК-2 або іншої марки з аналогічними метрологічними характеристиками;
- Колби мірні 2-25-2, 2-100-2 – згідно з ЧНД;
- Колба конічна КН-1-50 – згідно з ЧНД;
- Одноканальний механічний дозатор змінного об'єму з діапазоном дозування 2–10 см³;
- Одноканальний механічний дозатор змінного об'єму з діапазоном дозування 20–200 мкл;
- Пробірка на 10 см³ стерильна градуйована з пробкою;
- Еозин К – згідно з ЧНД;
- Натрій тетраборнокислий десятиводний – згідно з ЧНД;
- Вода дистильована – згідно з ГОСТ 6709;
- Робочий стандартний зразок ПГМГ гідрохлориду – згідно з ЧНД.

Приготування розчинів

Для приготування *основного* градуювального розчину наважку стандартного зразка полігексаметиленгуанідину гідрохлориду, що містить 100 мг полігексаметилен гідрохлориду, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють і доводять до мітки дистильованою водою. Потім 1 см³ отриманого розчину поміщають у мірну колбу місткістю 100 см³ і доводять дистильованою водою об'єм розчину до мітки. 1 см³ такого розчину містить 10 мкг полігексаметиленгуанідину гідрохлориду.

Для приготування 0,05% розчину еозину К 50 мг еозину розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100 см³ з доведенням об'єму до мітки.

Побудова градуювального графіка та проведення вимірювання

Для підвищення точності обидві ці процедури проводять паралельно.

Спочатку з основного градуювального розчину готують робочі розчини полігексаметиленгуанідину гідрохлориду для побудови градуювального графіка, потім – розчини препарату, що аналізується. З використанням усіх цих розчинів готують проби для фотометрування й послідовно (у порядку приготування зразків) визначають їхню оптичну густину.

Робочі градуювальні розчини з концентрацією 1, 2, 3 і 4 мкг/см³ готують внесенням у мірні колби місткістю 25 см³ відповідно 1, 2, 3 і 4 см³ основного градуювального розчину, об'єми яких доводять до 10 см³ додаванням 9, 8, 7 і 6 см³ дистильованої води.

Розчини аналізованого засобу готують розведенням наважок аналізованого засобу масою від 0,40 г до 0,60 г, взятих з точністю до 0,0002 г, у мірних колбах місткістю 100 см³, з доведенням об'єму дистильованою водою до мітки (перше розведення). Потім 1 см³ приготованих розчинів переносять у мірні колби місткістю 50 см³ і доводять об'єм дистильованою водою до мітки (друге розведення).

У мірних колбах місткістю 25 см³ до 10 см³ приготованих робочих градуювальних розчинів і розчинів засобів, що аналізуються, додають 1 см³ розчину еозину К і доводять об'єм до мітки дистильованою водою.

Після перемішування всі ці розчини фотометрують щодо зразка порівняння, який готується додаванням до 10 см³ дистильованої води 1 см³ розчину еозину К з подальшим доведенням об'єму дистильованою водою до 25 см³. Визначення оптичної густини виконують через 5– 7 хв після внесення в пробу барвника еозину К за довжини хвилі 540 нм у кюветах з товщиною поглинаючого шару 50 мм.

За допомогою отриманих результатів будують градуювальний графік. Графік прямолінійний в інтервалі концентрацій полігексаметиленгуанідину гідрохлориду в зразках, що фотометруються, від 0,4 мкг/см³ до 1,6 мкг/см³. За калібрувальним графіком знаходять уміст полігексаметиленгуанідину гідрохлориду в досліджуваних зразках дезінфекційних засобів, що фотометруються.

Обробка результатів

Масову частку полігексаметиленгуанідину гідрохлориду (X) у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C \times P \times 100}{m \times 1000000}$$

де С – концентрація полігексаметиленгуанідину гідрохлориду, що знайдена за калібрувальним графіком, мкг/см³; Р – коефіцієнт розведення для зразка, що фотометрується, рівний 12500; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки; m – маса проби, г; 1 000 000 – коефіцієнт перерахунку.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати допустиме розходження рівне 0,5%.

Ця методика призначена для контролю кількості ПГМГгідрохлориду в діапазоні його концентрацій від 2 до 10 мг/см³ у водних розчинах фотометричним методом.

Суть методу полягає у вимірюванні оптичної густини розчинів, що містять ПГМГгідрохлориду, при додаванні еозину К і визначенні концентрацій ПГМГ гідрохлориду по калібрувальному графіку, що побудований з використанням розчинів ПГМГгідрохлориду з відомою концентрацією.

Підготовка до аналізу

Приготування 0,001 моль/дм³ (М) водного розчину еозину К: 0,073 г еозину К розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі ємністю 100 см³ з доведенням об'єму дистильованою водою до мітки.

Приготування боратного буферного розчину з рН 9,2: 19 г натрію тетраборнокислого розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1 дм³ з доведенням об'єму дистильованою водою до мітки.

Побудова градувального графіка

Спочатку зі стандартного розчину необхідно приготувати еталонні розчини для побудови градувального графіка.

На першому етапі необхідно приготувати робочий розчин шляхом розведення стандарту. Для цього дозатором відбирають 0,2 см³ стандартного розчину ПГМГ гідрохлориду, поміщають у пробірку та додають 7,8 см³ дистильованої води. Для забезпечення точності подальших вимірювань рекомендуємо користуватися механічним дозатором.

У пробірки вміщують 0 см³ (розчин №1), 0,05 см³ (розчин №2), 0,1 см³ (розчин №3), 0,15 см³ (розчин №4), 0,2 см³ (розчин №5), 0,25 см³ (розчин №6)

робочого розчину, додають у кожну пробірку дистильовану воду 10; 9,95; 9,9; 9,85; 9,8; 9,75 см³ відповідно.

Потім у пробірки місткістю 10 см³ поміщають по 0,4 см³ розчинів №1, №2, №3, № 4, № 5, № 6 і додають у кожну пробірку 0,4 см³ буферного розчину, 0,4 см³ розчину еозину та 8,8 см³ дистильованої води та ретельно перемішують.

Таким чином отримують серію градувальних розчинів із концентрацією ПГМГгідрохлориду 2, 4, 6, 8, 10 мг/дм³.

Через 5 хв вимірюють оптичні густини розчинів відносно розчину порівняння (розчин №1 аналітичного стандарту) за довжини хвилі 540 нм у кюветах з товщиною поглинаючого шару 10 см³.

Рекомендуємо при побудові градувального графіка для кожної концентрації ПГМГгідрохлориду приготувати 3 паралельних розчини.

За результат аналізу приймають середнє значення 3 паралельних визначень, допустима відносна розбіжність між якими не повинна перевищувати 8 %.

За отриманими даними будують градувальний графік. Кювету після кожного градувального розчину необхідно обполіскувати дистильованою водою.

Проведення вимірювань

Відбирають 0,05 см³ досліджуваного розчину, який вносять в колбу місткістю 50 см³, та додають за допомогою піпетки-дозатора 49,95 см³ дистильованої води. Потім поміщають у пробірку місткістю 10 см³ 0,4 см³ отриманого розчину, 0,4 см³ боратного буферного розчину, 0,4 см³ розчину еозину К, 8,8 см³ дистильованої води та перемішують.

Розчин порівняння містить 0,4 см³ боратного буферного розчину, 0,4 см³ розчину еозину К і 9,2 см³ дистильованої води.

Через 5 хв вимірюють оптичну густину аналізованого розчину відносно розчину порівняння в тих самих умовах, що й при побудові градувального графіка.

За результат аналізу приймають середнє значення 3 паралельних визначень, допустима відносна розбіжність між якими не повинна перевищувати 8%.

Обробка результатів

За градувальним графіком визначають концентрацію ПГМГгідрохлориду в зразку, що фотометрується, мг/дм³.

Концентрація ПГМГгідрохлориду в дезінфекційному засобі обчислюється з урахуванням проведених розведень.

Для зручності при розрахунку концентрації ПГМГгідрохлориду у досліджуваному дезінфекційному засобі зроблено перехід від міліграм на дециметр кубічний до грам на дециметр кубічний.

$$C_0 = \frac{C \times P1 \times P2}{1000},$$

де C_0 – концентрація ПГМГ гідро хлориду в досліджуваному дезінфекційному засобі, г/дм³; C – концентрація ПГМГгідрохлориду у зразку, що фотометрується, яка визначена за калібрувальним графіком, мг/дм³; $P1$ –перше розведення, яке рівне 1000; $P2$ –друге розведення, яке рівне 25.

Масова частка ПГМГгідрохлориду (X) у відсотках у досліджуваному дезінфекційному засобі розраховується наступним чином:

$$X = \frac{C_0 \times 100}{1000},$$

де C_0 – концентрація ПГМГгідрохлориду в досліджуваному дезінфекційному засобі (концентрат), г/л; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки;1000– коефіцієнт перерахунку дм³ в .см³

1.5.2. Вимірювання масової частки суми альдегідів

У розчинах з додаванням концентрованої кислоти сірчаної формальдегід з кислотою хромотроповою утворює розчин пурпурного кольору з максимумом оптичної густини за довжини хвилі 540 нм. Це дає змогу спектрофотометрично визначати концентрацію формальдегіду за допомогою градуювального графіка, який побудований за стандартними розчинами формальдегіду.

Обладнання та реактиви:

- Аналітичні ваги з ціною поділки 0,001г;
- Фотоелектроколориметр для проведення вимірювань за довжини хвилі 565 нм і кюветою 10 мм;
- Мірні колби;
- Піпетдозатор;
- Кислота хромотропова 1%;
- Кислота сірчана концентрована;
- Стандартний розчин формальдегіду 1 мг/см³. Згідно ЧНД

Підготовка до аналізу

Приготування основного розчину формальдегіду концентрацією 100 мг/дм^3 : у мірну колбу місткістю 50 см^3 вміщують 5 см^3 стандартного розчину формальдегіду з концентрацією 1 мг/см^3 і доводять уміст колби до мітки дистильованою водою. Термін зберігання не більше ніж 1 міс.

Приготування робочого розчину (I) формальдегіду концентрацією 10 мг/дм^3 : у мірну колбу місткістю 25 см^3 вносять $2,5 \text{ см}^3$ основного розчину формальдегіду та доводять уміст колби до мітки дистильованою водою. Робочий розчин готують у день використання.

Приготування робочого розчину (II) формальдегіду концентрацією 1 мг/дм^3 : у мірну колбу місткістю 25 см^3 вносять $0,25 \text{ см}^3$ основного розчину формальдегіду та доводять уміст колби до мітки дистильованою водою. Робочий розчин готують у день використання.

Проведення випробувань

У 6 пробірках готують розчини для побудови шкали стандартів у наступній послідовності: у низку мірних пробірок об'ємом 10 см^3 вносять дистильовану воду піпеткою $2,0$; $0,75$; $1,75$; $1,50$; $1,0$; $0,0 \text{ см}^3$ робочого стандартного розчину в пробірки 3–4 вносять піпеткою об'єм $0,25$; $0,5$; $1,0$; $2,0$ стандартного розчину 10 мг/дм^3 , а в пробірку 2 – $1,25 \text{ мл}$ стандартного розчину $1,25 \text{ мг/дм}^3$, що відповідає вмісту 0 – $0,8 \text{ мг/}$ альдегіду.

У всі пробірки додають $0,4 \text{ см}^3$ 1% розчину кислоти хромотропової, перемішують, потім додають ще $1,7 \text{ см}^3$ концентрованої кислоти сірчаної. Пробірки закривають корками, перемішують уміст і поміщають у киплячу водяну баню на 30 хв. Потім дістають пробірки з бані й залишають їх за кімнатної температури на 40–60 хв.

Після охолодження вміст пробірок кількісно переносять у мірні колби місткістю 25 см^3 і доводять до мітки дистильованою водою.

Визначення концентрації альдегіду в пробах проводять за допомогою фотоелектроколориметра за довжини хвилі 540 нм у кюветі з товщиною поглинаючого шару 50 мм .

Обробка результатів

Для побудови градуовального графіка вимірюють оптичну густину приготованих стандартних розчинів формальдегіду. Уміст альдегіду в пробі знаходять за калібрувальною кривою.

1.6. Методи хроматографічного вимірювання хімічних речовин у дезінфекційних засобах

1.6.1. Вимірювання масової частки спирту ізопропілового

Обладнання та реактиви:

- Хроматограф лабораторний газовий із полум'яно-іонізаційним детектором;
- Колонка хроматографічна металева довжиною 100 см і внутрішнім діаметром 0,3 см;
- Сорбент – полісорб-1 з розміром часток 0,1–0,3 мм – згідно з ТУ 6-09-10-1834-88;
- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270;
- Мікрошприц типу МШ-1;
- Лінійка вимірювальна металева з межею ділення 0,5 мм або 1 мм;
- Азот газоподібний технічний, стислий у балоні – згідно з ГОСТ 9293-74;
- Водень технічний за ГОСТ 3022-88, стислий у балоні або з генератора водню системи СГС-2;
- Повітря, стисле у балоні – згідно з ГОСТ 17433-80 або з компресора;
- Бюкси, що герметично закриваються корками;
- Спирт ізопропіловий – згідно з ТУ 2632-015-1129158 або згідно з ГОСТ 9805-84;
- Вода дистильована – згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

Підготовка до виконання вимірювання

Заповнення колонки насадкою здійснюють згідно з ГОСТ 14618.5. Монтаж, налагодження та вивід хроматографа на робочий режим проводять відповідно до інструкції, що додається до приладу.

Умови хроматографування:

- швидкість подачі газу-носія – 30 см³/хв;
- швидкість подачі водню – 30 см³/хв;
- швидкість подачі повітря – 300 см³/хв;
- температура термостату колонки – 135 °С;
- температура детектора – 150 °С;
- температура випарника – 200 °С;
- об'єм проби, що вводиться – 0,5 мкл;
- чутливість шкали електрометра – $2 \cdot 10^{-8}$;

- швидкість руху діаграмної стрічки – ~ 200 мм/год;
- час утримання спирту ізопропілового – ~ 4 хв.

Приготування стандартного розчину

У бюксі з герметичним корком із точністю до 0,0002 г зважують кількості аналітичного стандарту спирту ізопропілового та дистильованої води, які необхідні для одержання водного розчину з концентрацією спирту ізопропілового близько 60%. Відмічають величини наважок і розраховують уміст спирту ізопропілового в стандартному розчині у масових відсотках.

Проведення вимірювання

Аналізований засіб і стандартний розчин хроматографують не менше ніж 3 рази кожний і розраховують площі хроматографічних піків.

Обробка результатів

Масову частку спирту ізопропілового (X) у відсотках обчислюють згідно з формулою:

$$X = \frac{N_{\text{но}} \times S_x}{S_{\text{но}}}$$

де $N_{\text{но}}$ – концентрація спирту ізопропілового в стандартному розчині, %; S_x – площа піка спирту ізопропілового на хроматограмі засобу, що аналізується; $S_{\text{но}}$ – площа піка спирту ізопропілового на хроматограмі стандартного розчину.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне 3 визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує розбіжність, що допускається, рівну 1,0%. Відносна сумарна похибка результату аналізу, що допускається, $\pm 3\%$ при довірчій імовірності 0,95.

1.6.2. Вимірювання масової частки 2-феноксіетанолу

Якісне та кількісне визначення 2-феноксіетанолу здійснюється методом газорідинної хроматографії. Кількісна оцінка 2-феноксіетанолу визначається за допомогою методу внутрішнього стандарту. Як стандарт використовується зразок, що відповідає вимогам внутрішнього стандарту.

Обладнання та реактиви:

- Хроматограф марки «Кристал 5000,1» або аналогічний з плазмово-іонізаційним детектором (ПІД);
- Колонка капілярна (50м x 0,32мм x 0,51мкм) з нерухомою фазою SE-30;
- Внутрішній стандарт –бензиламін марки ч;
- Газ-носій – гелій марки А – згідно зЧНД;
- Водень стислий технічний у балоні або з генератора водню системи СГС-2;
- Повітря стисле або з компресора;
- Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ EN45501;
- Мікрошприц типу МШ-1.

Підготовка проби до вимірювання

Наважку засобу масою 1–2 г, взятою з точністю 0,0002г, розчинити в 5–10см³ розчинника (60% спирт ізопропіловий), заздалегіть додавши наважку внутрішнього стандарту – від 0,01 г до 0,05 г.

Умови хроматографування:

- початкова температура колонки – 150°C;
- ізотерма на 150°C – 10 хв;
- швидкість підйому температури колонки – 10 град/хв;
- кінцева температура колонки – 180 °C;
- температура детектора – 220 °C;
- витрата газу-носія – 30 мл/хв;
- витрата водню – 25 мл/хв;
- витрата повітря – 250 мл/хв;
- об'єм проби, що вводиться, – 0,3 мкл;
- тривалість аналізу – 10 хв;
- час утримування 2-феноксіетанолу –6,20–6,40 хв.

Обробка результатів

Масову частку 2-феноксіетанолу (X) у відсотках розраховують згідно з формулою:

$$X = \frac{S_x \times m_{bc} \times K}{S_{bc} \times m_x} \times 100,$$

де S_x – площа піка досліджуваної проби, ум.од.; m_{bc} – маса наважки внутрішнього стандарту, г; K – відношення концентрацій внутрішнього стандарту та досліджуваного 2-феноксіетанолу; S_{bc} – площа піка внутрішнього

стандарту, ум.од.; m_x – маса наважки зразка, г; 100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Результатом аналізу вважають середнє арифметичне значення з 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує 0,5% мас.

1.6.3. Вимірювання масової частки спирту етилового

Обладнання та реактиви:

- Ваги лабораторні класу точності «високий» (II) з найбільшою границею зважування 600–1000 г – згідно з ДСТУ EN 45501:2017;
- Обладнання, яке необхідне для перегонки, – згідно з ДСТУ 4164;
- Обладнання, яке необхідне для вимірювання пікнометричним методом, – згідно з ДСТУ 7457;
- Обладнання, яке необхідне для вимірювання ареометричним методом, – згідно з ДСТУ 7457, крім ареометрів АСП;
- Ареометри АОН-1 (набір ареометрів або окремі ареометри з діапазоном 820–880 кг/м³ та, за необхідності, сусідні діапазони) – згідно з ДСТУ ГОСТ 18481.

Підготовка до вимірювання

Засіб, що аналізується, переганяють згідно з ДСТУ 4164. Перед проведенням перегонки засіб, що аналізується (250–500 см³), зважений з точністю до 0,2 г, поміщають у перегінну колбу. Також зважують пусту мірну колбу для відгону. Після проведення перегонки доводять об'єм відгону в мірній колбі до мітки за кімнатної температури. Визначають масу отриманого відгону, віднімаючи від маси колби з відгоном масу пустої колби, що визначена до перегонки.

Примітка. При доведенні об'єму в мірній колбі до мітки немає необхідності дотримуватись температури точно 20°C.

Проведення визначення густини відгону

Визначають густину відгону за температури 20°C у грамах на сантиметр кубічний пікнометрично згідно з ДСТУ 7457 або за кімнатної температури ареометрично згідно з ДСТУ 7457, використовуючи замість ареометрів для спирту АСП ареометри загального призначення АОН. Покази ареометрів АОН у кілограмах на метр кубічний переводять у грами на сантиметр кубічний діленням на коефіцієнт 1000.

Обробка результатів

Масову частку спирту етилового у відгоні розраховують за спиртометричними таблицями, використовуючи отримане значення густини у грамах на сантиметр кубічний і враховуючи температуру проведення вимірювання. Якщо отримані значення точно не співпадають із табличними, то проводять обчислення методом лінійної інтерполяції: приклади обчислень наведені в додатку А ДСТУ 7457. Обчислення проводять із точністю до другого десяткового знака.

Масову частку спирту етилового (X) у відсотках у засобі, що аналізується, розраховують за формулою:

$$X = \frac{S \times m_{\text{гс}} \times a}{S_{\text{гс}} \times m},$$

де $X_{\text{вд}}$ – масова частка спирту етилового у відгоні, %; $m_{\text{вд}}$ – маса відгону, г; m – маса наважки засобу, що аналізується, яку взято для перегонки, г.

За результат приймають середнє арифметичне 2 паралельних визначень, яке округлене до першого десяткового знака. Різниця між результатами паралельних визначень не має перевищувати 0,2%.

1.6.4. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну

Зразок дезінфекційного засобу, що аналізують, змішують із внутрішнім стандартом і хроматографують на капілярній колонці. Оцінку здійснюють за методом внутрішнього стандарту.

Обладнання та реактиви:

- Газовий хроматограф, наприклад, PerkinElmer 8500 cFIDL;
- Програмне забезпечення до газового хроматографа (наприклад, PE-Турбохром 4 із ПК і принтером);
- Метанол – згідно з ЧНД;
- Етанол G (2-октилдодеканол-1);
- Lonzabac 12. 100 (N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламін);
- Розчин аміаку 33 % – згідно з ЧНД.

Проведення вимірювання

Настроювання приладів:

Газовий хроматограф GC 8500 –GC-Метод: 1:

- Температурний режим – 190 ас, нагрівання зі швидкістю 10 °C/хв до 260 °C, 2 хв ізотермічно;
- Інжектор – 280 °C;
- Детектор – 300 °C;
- Газ-носії – гелій, 100 Кпа;
- Split– 60 мл;
- Об'єм дози – 1 мкл;

Програмне забезпечення до Інтегратора ТС-4:

- Прилад – 8500;
- Послідовність – urb. seq, korso. seq, mikro. Seq.

Допоміжні розчини:

- Власний стандарт – Етанол G : 5.0 р;
- Аміак 33 % – 15 мл;
- Метанол – 585 мл;
- Контрольний – Lonzac 12. 100.

Проба та контроль готуються однаково. Змішують 1000 г проби та 20,0 мл власного стандарту. Проводиться декілька аналізів контрольного зразка, поки не стабілізується колонка. Потім аналізують контрольний зразок і пробу.

Оцінка здійснюється за методом внутрішнього стандарту. Після виконання послідовності друкується остаточний результат про контрольний і дослідний зразки. Наводяться дані тільки про ті складові, ідентичність яких було перевірено за допомогою піків хроматограм.

1.6.5. Вимірювання масової частки N,N'-біс(3-амінопропіл)додeciламіну методом газорідинної хроматографії з полум'яно-іонізаційним детектуванням

Обладнання та реактиви:

- Аналітичний газовий хроматограф, що забезпечений полум'яно-іонізаційним детектором, стандартною колонкою довжиною 1м;
- Ваги лабораторні загального призначення з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ДСТУ 7270;
- Мікрошприц місткістю 1 мкл– згідно з ЧНД;
- Колби мірні місткістю 100 см³– згідно з ЧНД;

- Піпетки місткістю 0,5 мл і 1 мл – згідно з ЧНД;
- Сорбент Інертон Супер (09,16–0,20 мм), який просочений 5% нерухомої фази SE-30;
- Вода дистильована – згідно з ЧНД;
- Азот газоподібний – згідно з ДСТУ ГОСТ 92893;
- Водень, що стиснений у балоні або від генератора водню типу ГВЧ – згідно з ЧНД;
- Повітря, що стиснене в балоні або від компресора – згідно з ЧНД.

Підготовка до вимірювання

Приготування градуювальної суміші: аналітичний стандарт і засіб зважують з точністю до четвертого десяткового знаку. Близько 0,55 г N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну, що зважено на аналітичних вагах, вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють у 20 мл спирту етилового, додають 10 мл дистильованої води та спиртом етиловим доводять об'єм до мітки. 8 мкл градуювального розчину вводять у хроматограф і з отриманих хроматограм визначають час утримання та площу хроматографічного піка біс-(3-амінопропіл)додециламіну в градуювальній суміші. Термін придатності градуювальної суміші 6 міс.

Умови роботи хроматографа:

- Об'ємна витрата, мл/хв: азот – 60, водень – 30, повітря – 300;
- Температура, °C: випарювача – 250, детектора – 280;
- Температура колонки, програма: 150–250 °C, швидкість нагріву – 10 °C/хв;
- Об'єм дози, що вводиться, – 8 мкл.

Порядок виходу: спирт етиловий, N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламін.

Умови виконання вимірювань підлягають перевірці та, за необхідності, коригуванню залежно від конструктивних особливостей хроматографа.

Проведення вимірювання

Близько 10 г засобу, який аналізують, зважують, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см³ і доводять спиртом етиловим до мітки. Після перемішування відбирають 8 мкл приготовленої проби та вводять у хроматограф. З отриманих хроматограм визначають площу хроматографічного піка N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну в пробі.

Обробка результатів вимірювань

Масову частку N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну (X) у відсотках у дезінфекційному засобі обчислюють за формулою:

$$X = \frac{S \times m_{rc} \times a}{S_{rc} \times m},$$

де S – площа хроматографічного піка N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну в пробі; m_{rc} – маса N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну в градувальній суміші, г; a – масова частка основної речовини в аналітичному стандарті, %; S_{rc} – площа хроматографічного піка N,N'-біс(3-амінопропіл)додециламіну в градувальній суміші; m – маса засобу, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне з 2 паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує допустиму розбіжність, що дорівнює 0,4%. У випадку перевищення розбіжності аналіз повторюють і за результат приймають середнє арифметичне значення всіх вимірювань, яке не повинно перевищувати $\pm 5\%$ при довірчій вірогідності 0,95.

II. КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН, ЩО ВХОДЯТЬ ДО СКЛАДУ ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ І МИЮЧИХ ЗАСОБІВ

Основні характеристики валідації методів, що будуть використані під час перевірки правильності виконання вимірювань титриметричними, хроматографічними та фотометричними методами, мають проводитись відповідно до вимог стандартів. Вони мають включати наступні показники: збіжність, прецизійність і межу детектування.

Збіжність результатів вимірювань (внутрішньосерійна відтворюваність) означає близькість повторних результатів вимірювань однієї й тієї самої величини, які виконані в однакових визначених умовах. Збіжність (або повторюваність) оцінюють шляхом аналізу 10 разів одного й того самого зразка/розчину для випробування (що відповідає нормальному зразкові), використовуючи той самий аналітичний прилад.

Відтворюваність вимірювань відображає близькість результатів вимірювань однієї й тієї самої величини, які виконані в різних умовах (у різний час, у різних місцях, різними методами та засобами) але приведені до однакових умов вимірювання (температура, тиск, вологість та ін.).

Правильність вимірювань – це ступінь наближення середнього значення, яке одержане на основі великої серії результатів вимірювань, до прийнятого опорного значення.

Контроль **збіжності** результатів визначення масової концентрації компонентів, що входять до складу дезінфекційного засобу, здійснюють при кожному виконанні вимірювання.

Розходження визначень масової концентрації речовини в пробі дезінфекційного засобу визнають задовільними, якщо виконується умова:

$$|\rho_1 - \rho_2| \leq 0,005 \cdot d \cdot (\rho_1 + \rho_2),$$

де d – норматив контролю збіжності вимірювання масової концентрації ХР у відсотках.

За умови отримання незадовільних значень нормативу оперативного контролю збіжності вимірювання повторюють. При повторному виконанні вимірювань зазначеного нормативу з'ясовують причини, що призводять до незадовільних результатів роботи й контролю та усувають їх.

Контроль **відтворюваності** вимірювання масової концентрації ХР в дезінфекційному засобі здійснюють відповідно до періодичності та вимог, які передбачені системою якості даної лабораторії.

Контроль відтворюваності результатів вимірювання масової концентрації ХР в дезінфекційному засобі здійснюють за умов відтворюваності, тобто, результати аналізу розчину проби одержують за одним і тим самим прописом методики в одній лабораторії, але різними операторами або на різних приладах. Рішення про задовільну відтворюваність приймають тоді, якщо виконується умова:

$$|\rho_{e1} - \rho_{e2}| \leq 0,005 \cdot D \cdot (\rho_{e1} + \rho_{e2}),$$

де D – норматив оперативного контролю відтворюваності результатів визначення масової концентрації ХР у відсотках.

За умови отримання незадовільних значень нормативу оперативного контролю відтворюваності випробування повторюють. При повторному отриманні незадовільних значень нормативу оперативного контролю відтворюваності з'ясовують причини, що призводять до незадовільних результатів роботи та контролю й усувають їх.

Контроль **правильності** – вираження того, наскільки близьким є середнє значення нескінченної кількості результатів спостережень (отриманих досліджуванним методом) до опорного значення.

Для оцінки правильності використання стандартизованого методу було вибрано наступні критерії оцінки: оцінка відтворюваності (внутрішньолабораторної складової) та оцінка повторюваності(збіжності) і, відповідно, порівняння отриманих характеристик з вимогами методу, іншими словами – верифікація повторюваності та верифікація відтворюваності, а також точності та правильності методу.

Повторюваність– допустиме відхилення між 2 визначеннями не повинне перевищувати наступного значення:

$$d_{abc} = 0,01 + 0,09 \bar{X},$$

де $\bar{X}$ – середнє арифметичне результатів 2 паралельних визначень у відсотках.

Точність вимірювання не має числового вираження, а є суто якісною характеристикою. Кількісною оцінкою точності вимірювання є похибка вимірювання або невизначеність вимірювання.

Відтворюваність– абсолютна різниця між результатами 2 досліджень, які отримані різними операторами, не повинна перевищувати наступного значення:

$$D_{abc} = 0,01 + 0,28\bar{X},$$

де $\bar{X}$ – середнє арифметичне результатів 2 визначень, які виконані в різних умовах, у відсотках.

Результат виражають у такий спосіб:

$\bar{X}$ = середнє з 10 визначень;

σ = стандартне відхилення (з п_і)

S, =5х100% з середнє 10 значень.

Довірчий інтервал ($\alpha=5\%$, $p=10$) для $\bar{x}$ ($\bar{x} - 2.23s$) – ($\bar{x} + 2.23s$) ($\bar{x} - 2.23s$) – ($\bar{x} + 2.23s$).

Прецизійність– близькість угоди між незалежними результатами випробувань, які отримані за передбачених умов. Прецизійність залежить тільки від розподілу випадкової помилки та не стосується справжнього (істинного) значення. Кількісні міри точності критично залежать від передбачених умов.

Прецизійність також є мірою відтворюваності вимірів у межах вибірки, тобто розкиду або дисперсії (розсіювання) вибірки навколо її центрального значення. Результат аналізу повинен бути повторюваним (збіжним), тобто з незначним статистичним відхиленням.

Межу виявлення методу (LOD) визначають за даними аналізування проб, які було піддано всім операціям методики вимірювання, з використанням результатів, що обчислені за тими самими рівняннями, які застосовують для рутинних проб. Межа виявлення є найважливішою для валідації методу характеристикою.

Як правило, LOD та значення межі кількісного визначення (LOQ) обчислюють шляхом множення стандартного відхилення (σ) на відповідний коефіцієнт. Важливо, щоб цей σ відображав прецизійність під час аналізування типових тестових проб і щоб число повторних вимірювань було достатнім для отримання надійної оцінки (не менше 10). LOD визначають на основі стандартного відхилення відповіді та нахилу калібрувального графіка. LOQ визначають шляхом аналізу зразків із відомими концентраціями аналіту та шляхом встановлення мінімального рівня, за якого аналіт може бути кількісно визначений із прийнятною точністю.

LOD та LOQ розраховують за формулами 1 та 2:

$$\text{LOD} = 3,3 \sigma/S, \dots (1)$$

$$\text{LOQ} = 10 \sigma/S, \dots (2)$$

де σ – стандартне відхилення реплікації, S – нахил калібрувальної кривої.

Багато використовувати: а) холості проби, тобто матриці, що не містять визначуваний аналіт; або б) тестові проби з концентрацією аналіту, яка є близькою до очікуваної LOD або нижче неї. Холості проби більш придатні для методів, де на цих пробах отримують сигнал, який можна добре виміряти, наприклад, для спектрофотометрії й атомної спектроскопії. Проте для таких методів, як хроматографія, яка ґрунтується на виявленні піка понад рівнем шуму, потрібні проби з концентрацією, близькою до LOD або вищою за неї. Їх можна приготувати, наприклад, вводячи добавки в холосту пробу.

Внутрішній контроль якості результатів визначення компонентів ХР, що входять до складу дезінфекційних засобів (збіжність, відтворюваність, точність) здійснюють з метою отримання оперативної інформації про якість аналізів і вживання за необхідності оперативних заходів щодо його підвищення.

Оперативний контроль якості здійснюють шляхом проведення аналізу випробуваних проб і стандартного зразка, хімічний склад якого не повинен відрізнятися від складу випробуваної проби настільки, щоб потрібно змінити методику проведення аналізу.

Періодичність контролю відтворюваності результатів аналізу визначається кількістю робочих вимірів за контрольований період і планами контролю. У роботі беруть участь два аналітики.

Зразками для контролю – це представницькі проби, кожен з яких аналізують у точній відповідності до пропису, максимально варіюючи умови проведення аналізу: отримують 2 результати, використовуючи різні набори мірного посуду, різні партії реактивів і різні екземпляри стандартних зразків для градування приладу.

За перевищення нормативу оперативного контролю відтворюваності експеримент повторюють. У разі повторного перевищення зазначеного нормативу з'ясовують причини, що призводять до незадовільних результатів роботи та контролю й усувають їх.

Періодичність контролю відтворюваності результатів аналізу визначається кількістю робочих вимірів за контрольований період і визначається планами контролю. Використовують техніку методу стандартних добавок або за наявності стандартних зразків складу виконують їхній аналіз.

У разі перевищення нормативу оперативного контролю похибки повторюють експеримент. У разі повторного перевищення зазначеного нормативу з'ясовують причини, що призводять до незадовільних результатів контролю й їх усувають.

ВИСНОВКИ

Впровадження в медичну практику великої кількості дезінфекційних засобів зробило актуальною проблему оптимізації їхнього вибору, який у кожному конкретному випадку має проводитись з урахуванням епідемічної ситуації, особливостей і рівня мікробної контамінації об'єктів знезараження.

Найширше в сучасній дезінфекційній практиці застосовуються ПАР, зокрема ЧАС і галоїдвмісні, в основному хлорвмісні, засоби. Перевагами ЧАС є низька токсичність, сприятливі фізико-хімічні й екологічні характеристики, наявність мийних властивостей, стабільність самих засобів та їхніх робочих розчинів, простота приготування останніх; недоліками – відсутність спороцидної дії, недостатньо виражені віруліцидні та туберкулоцидні властивості. Засоби на основі алкіламінів за спектром протимікробної дії наближаються до альдегідовмісних, мають дещо меншу токсичність для людини та сприятливі фізико-хімічні властивості. Враховуючи велику кількість помилок методичного характеру в затверджених ТУ, колектив авторів вирішив систематизувати методи контролю найвживаніших компонентів дезінфекційних засобів.

Дані методичні рекомендації призначені для широкого кола працівників як науково-дослідних установ, випробувальних лабораторій, лікарів-лаборантів клінічних діагностичних лабораторій, так і лікарів судово-медичної експертизи, які займаються визначенням ХР у дезінфекційних засобах.

НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

1. Морозова Н. С., Марієвський В. Ф. Дезінфектологія. Дезінфекція, стерилізація, дезінсекція, дератизація: підручник. Київ : Наукова думка, 2019. 240 с. ISBN 966-00-1663-7.
2. Клініко-фармакологічна характеристика сучасних антимікробних засобів: навчально-методичний посібник для студентів 3–4 курсів медичних факультетів. І. С. Чекман, І. Ф. Беленічев, Н. В. Бухтіярова та ін. Запоріжжя : ЗДМУ, 2019. 111 с.
3. Наказ МОЗ України від 24.05.2022 № 869«Про державну реєстрацію (перереєстрацію) дезінфекційних засобів».
4. Наказ МОЗ України від 10.08.2023 № 1442«Про визначення референс-методик, що використовуються для контролю державних медико-санітарних нормативів (параметрів безпечності) під час здійснення державного нагляду (контролю)».
5. ДСТУ 2207.1-93 (ГОСТ 22567.5-93) Засоби миючі синтетичні і речовини поверхнево-активні. Методи визначення концентрації водневих іонів.
6. Засоби дезінфекційні. Технічні умови. ТУ У 20.2-42100324-002:2020.
7. ДСТУ 7457:2013 Розчини водно-спиртові. Методи визначення етилового спирту.
8. Дезінфекційні засоби: «ЕконормДез гель» (ДК 021:2015 24455000-8 дезінфекційні засоби, НК 024:2019: 41550 дезінфікуючі засоби для рук).
9. «Еконормдез Експрес» (ДК 021:2015 24455000-8 дезінфекційні засоби, НК 024:2019: 58082 Засіб аерозольний для дезінфекції виробів медичного призначення).
10. Серветки дезінфекційні «Нор-Експрес» (ДК 021:2015 24455000-8 дезінфекційні засоби , НК 024:2019: 58077 Протирання дезінфекції медичного пристрою).
11. Засоби дезінфекційні «Манорм» (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 41550).
12. Засоби дезінфекційні «Манорм» (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
13. Засіб дезінфекційний ТУ У24.2-31305135-003:2006 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).

- 14.Засіб дезінфекційний «Пелесепт» ТУ У24.2-31305135-018:2011 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
- 15.Засоби дезінфекційні. Технічні умови. ТУ У 20.2-42100324-001:2019 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 –Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
- 16.Засіб дезінфекційний «Септолайн» ТУ У24.2-31305135-019:2011 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
- 17.Засіб дезінфекційний «Леавен» ТУ У24.2-31305135-019:2011 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
- 18.Засіб дезінфекційний для ветеринарії ТУ У 24,2-31305135-021:2011 «Ультрамарин ВЕТ» (ДК 021:2015 24455000-8).
- 19.Засіб косметичний для шкіри рук з антибактеріальним ефектом ТУ У 20.4-38993983-002:2015 (ДК 021:2015 24455000-8, НК 024:2019 47631 – Засіб дезінфікуючий для медичних виробів).
- 20.Засіб дезінфекційний «ЕконормDEZ» ТУ У 20.2-40029245-003:2016.- Засіб дезінфікуючий.
- 21.Регламент (ЄС) Європейського Парламенту та Ради від 22.05.2012 № 528/2012 02012R0528 - UA - 25.04.2014. - 002.011 173 с.
- 22.Регламент Ради (ЄС) від 30.05.2008 № 440/2008 «Що встановлює методи тестування відповідно до Регламенту Європейського Парламенту та Ради (ЄС) N 1907/2006 про реєстрацію, оцінку, авторизацію і обмеження хімічних речовин та препаратів (REACH)».
- 23.Закон України від 05.06.2014 № 1314-VII «Про метрологію та метрологічну діяльність», зі змінами та доповненнями від 16.12.2020 № 1089-IX.
- 24.ПЗ Валідація. URL: <http://www.novikov.biz.ua/ua/Services/Valid.html>.
- 25.Валідація. URL: <http://www.euroacademia.com.ua/menu-item.php?id=32>.
- 26.ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основне положения и определения (ГОСТ ИСО 5725-1-2003, IDT).
- 27.ДСТУ ISO 9000:2015 Системи управління якістю. Основні положення та словник термінів (ISO 9000:2015, IDT),чинний від 2016-07-01 (наказ від 21.12.2015 № 203 Про прийняття нормативних документів України). 68 с

28. The Fitness for Purpose of Analytical Methods A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics EURACHEM Guid 2014. 70c. ISBN: 978-91-87461-59-0.
29. EAL-P11 Z Validation of test methods EDI TI ON 1 Z Z February, 1997. Document is intended to give general views on certain issues related to the validation of test methods. It is a revision of the earlier guidance publication ELA-G3, to cover the needs of testing and of calibration laboratories. 12 p.
30. ICH. Q2(R2), ICH guideline Q2(R2) on validation of analytical procedures. International Committee on harmonization of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. EMA The Netherlands, 2022. 39 p.
31. Contributed to the scientific programme of the Eurachem workshop Quality Assurance in Chemical, Medical and Microbiological Laboratories in Vilnius, Lithuania, May 2024.
32. Presented on method validation of non-targeted methods at the Eurachem Cyprus event Recent developments in Quality Assurance, Nicosia, Cyprus, March 2024.

ДОДАТКИ

Додаток 1

Метрологічні показники, що контролюються в дезінфекційних і мийних засобах

Показник, одиниця вимірювань	Діапазон вимірюва нь	Метод дослідження	Метрологічний показник, що контролюється			
			збіж ність	відтворю ваність	прав ильн ість	границя кількісного виявлення
Дезінфекційні засоби						
Водневий показник рН, 1% р-н засобу	1,50–13,0	рН-метрія	+	+	+	+
Уміст спирту ізопропілового, %	20–60	Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст 2- феноксіетанолу ,%	0,5–2,0	Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст етилового сприту		Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст четвертинних амонійних сполук	0,11–9,0 10,0–70,0	Титрування	+	+		
		Потенціометрія	+	+	+	+
Уміст алкілдиметилбе нзиламонію хлориду	0,1–49,50	Титрування	+	+		
		Потенціометрія	+	+	+	+
Уміст активного хлору	50–60	Титрування	+	+		
Уміст дидецилдимети ламонію хлориду	9,0–14,0	Титрування	+	+		
		Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст глутаровогоаль дегіду	3,0–8,5	Титрування				
		Фотометрія	+	+	+	+
Уміст полігексаметил енгуанідину хлориду	2,0–8,0	Титрування	+	+		
		Фотометрія	+	+	+	+
Уміст тіосульфату натрію,%	4,5–5,5	Титрування	+	+		
Уміст N,N- біс(Замінопропі л)до- дециламіну	3,0–21,0	Титрування	+	+		
		Потенціометрія	+	+	+	+

Уміст перекису водню		Титрування	+	+		
Уміст ортофталевогоа льдегіду	0,55±0,05	Фотометрія	+	+	+	+
Уміст кислоти надоцтової	0,1–2,0	Титрування	+	+		+
Мийні засоби						
Водневий показник рН	2,0–13,0	рН-метрія	+	+	+	+
Уміст спирту ізопропілового, %	<20	Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст 2-феноксіетанолу, %	1,0±0, 2	Газова хроматографія	+	+	+	+
Уміст алкілдиметилбензиламонію хлориду, %	0,10±0,02	Титрування	+	+		+
Уміст активного хлору, %	60,0±20,0	Титрування	+	+		+

Додаток 2

Нормативи контролю вимірювань

Показник, одиниця вимірювань	Діапазон вимірювань, %	Відносні значення нормативів контролю	
		збіжності d, % (P = 0,95, n = 2)	відтворюваності D, %, (P = 0,95, k = 2)
Водневий показник рН, 1% р-н засобу	1,50–13,0	2,0	2,20
Уміст спирту ізопропілового, %	20–60	2,21	3,22
Уміст 2-феноксіетанолу, %	0,5–2,0	5,11	6,22
Уміст спирту етилового, %	20–60	1,20	2,30
Уміст четвертинних амонійних сполук, %	0,11–9,0	1,88	3,99
	10,0–70,0	3,08	3,90
Уміст алкілдиметилбензил амонію хлориду, %	0,1–10	6,28	7,40
	11–50	4,50	6,50
Уміст активного хлору, %	50–60	1,88	3,20
Уміст дидецилдиметиламо нію хлориду, %	9,0–14,0	2,90	3,22
Уміст глютарового альдегіду, %	3,0–8,5	3,08	4,16
Уміст полігексаметиленгу анідину хлориду	2,0–8,0	3,99	5,26
Уміст тіосульфату натрію, %	4,5–5,5	2,90	3,66
Уміст N,N-біс(3-амінопропіл)до- дециламіну	3,0–21,0	3,82	4,84
Уміст перекису водню		2,20	3,90
Уміст ортофталевого альдегіду	0,50±0,60	2,30	4,36
Уміст кислоти надоцтової	0,1–2,0	3,08	5,20

Додаток 3

Невизначеність вимірювання для окремих дезінфекційних і мийних засобів

Показник	Розширена невизначеність вимірювань (k=2,P=0,95),%	Відносна сумарна стандартна невизначеність вимірювання, %, (P = 0,95, k = 2)
Водневий показник рН	0,03	0,10
Уміст спирту ізопропілового	2,5	11,0
Уміст 2-феноксіетанолу	2,5	11,0
Уміст спирту етилового	2,5	11,0
Уміст четвертинних амонійних сполук	3,0	16,95
Уміст алкілдиметилбензил амонію хлориду	2,5	16,98
Уміст активного хлору	6,51	6,03
Уміст дидецилдиметиламо нію хлориду	2,5	16,98
Уміст глутарового альдегіду	2,5	17,08
	2,0	6,70
Уміст полігексаметиленгу анідину хлориду	2,0	16,24
	2,40	6,83
Уміст тіосульфату натрію	2,50	17,11
Уміст N,N-біс(3-амінопропіл)до- дециламіну	2,50	16,98
Уміст перекису водню	2,0	17,08
Уміст ортофталевого альдегіду	3,0	6,80
Уміст кислоти надоцтової	2,5	6,95

Додаток 3 (довідковий)

Важливі характеристики валідації для різних типів випробування

Тип випробування		Випробування на домішки		Уміст або ефективні сть дії
Вимога (характеристика)	Ідентифі- кація			
Точність	—	+	—	+
<i>Прецизійність</i>				
Збіжність	—	+	—	+
Проміжна	—	+ (3)	—	+ (3)
Відтворюваність	—	- (1)	—	- (1)
Специфічність	+	+	+	+ (2)
Границя виявлення		+	+	—
Границя кількісного визначення	—	+	—	—
Лінійність	—	+	—	+
Діапазон вимірювань	—	+	—	+

Примітка. Позначення: «—» – звичайно не вимірюється; «+» – звичайно вимірюється; «(1)» – може бути необхідний у деяких випадках; «(2)» – може не вимагатися в деяких випадках; «(3)» – якщо відтворюваність була виконана, то проміжна прецизійність не потрібна.

Додаток 4 (довідковий)

Переваги та недоліки різних груп дезінфікуючих засобів

Група дезінфікуючих засобів	Переваги	Недоліки
Галоїдвмісні препарати	Широкий спектр антимікробної дії: бактерицидні, туберкулоцидні, віруліцидні, фунгіцидні, спороцидні властивості Багатоцільове призначення Добра розчинність у воді Швидка дія Відносно низька вартість	Висока агресивність щодо конструкційних матеріалів Висока токсичність, різкий запах, подразнювальна дія на слизові оболонки органів дихання та очей Знебарвлююча дія на тканини Здатність утворювати екологічно небезпечні сполуки Чутливість до дії неорганічних та органічних речовин, температури, світла, рН тощо
Альдегідовмісні препарати	Широкий спектр антимікробної дії: бактерицидні, туберкулоцидні, вірулоцидні, фунгіцидні властивості, у концентраціях 2% і вище –спороцидні	Підвищена летючість і пов’язана з цим необхідність здійснювати оброблення великих поверхонь розчинами високої концентрації за відсутності пацієнтів Здатність у певних випадках фіксувати органічні забруднення: кров, слиз, гній тощо, що вимагає попереднього відмивання виробів медичного призначення
	Багатоцільове призначення Добра розчинність у воді Ефективність при взаємодії з органічними матеріалами Швидкість дії Можливість	Подразнювальна дія на шкіру та слизові оболонки

Група дезінфікуючих засобів	Переваги	Недоліки
	використання для оброблення оптичних інструментів (ендоскопів)	
Пероксиди, кисневмісні та інші окисники	Екологічна безпечність	Відносно низька стійкість, що обмежує строк придатності препаратів Агресивність щодо корозійностійких матеріалів Висока подразнювальна дія концентрованих розчинів на слизові оболонки органів дихання
Спиртовмісні препарати	Широкий спектр антимікробної дії Екологічна безпечність Коротка експозиція при дезінфекції Відсутність залишкового хімічного ефекту (наприклад, не залишає плям) Відсутність осаду після випаровування	Можливість фіксації органічних забруднень Легка займистість Розбухання та підвищення твердості пластика, гуми, їхнє подальше псування внаслідок тривалого контакту Інактивування органічними матеріалами Швидке випаровування, що призводить до зменшення концентрації й унеможливорює тривалий контакт не занурених у спиртові розчини об'єктів з дезінфектантом
Поверхнево-активні речовини	Відсутність різких запахів Низький рівень токсичності Належний рівень миючих властивостей	Вузький антивірусний спектр дії Відсутність спороцидного ефекту при звичайних температурах навколишнього середовища Неспроможність інактивувати РНК-вмісні гідрофільні віруси, які не мають ліпідної оболонки

Група дезінфікуючих засобів	Переваги	Недоліки
		(наприклад, віруси поліомієліту, ентеровіруси тощо) Наявність вираженого піноутворення, що не дає змоги використовувати їх в аерозолях Вироблення стійкості в мікроорганізмів за тривалого застосування
Препарати на основі похідних гуанідину	Малотоксичні	Слабка дія на мікобактерії туберкульозу, віруси, гриби Відсутність дії на спори
Феноли	Сильна фунгіцидна, віруліцидна, бактерицидна дія	Відсутність дії на спори Погана розчинність у воді
Надкислоти	Широкий спектр антимікробної дії Належність до дезінфектантів високого рівня Швидкість дії в разі низьких концентрацій	Корозійна активність Сильний запах Подразнювальна дія на слизові оболонки органів дихання та шкіру Необхідність вживати особливих заходів захисту при виготовленні робочих розчинів із концентрату використання респіраторів типу РУ-60М, РПГ-67 з протигазовим патроном марки В
Луги	Бактерицидні та віруліцидні властивості (у разі високої температури –спороцидна дія)	Корозійна активність Подразнювальна дія на слизові оболонки органів дихання та шкіру

Додаток 5

Міжлабораторні порівняння результатів випробувань (МПР)

Таблиця 1. Результати міжлабораторних порівнянь випробувань :
дезінфекційного засобу «ТЕНТАМІН»

Показник/ Одиниця вимірювань	Нормати в згідно з НД	Результати учасника № 1		Результати учасника № 2		Різни ця	Критерій правильно сті результаті в $ Z \leq 2$
		x_1	U_1	x_2	U_2		Z
Масова частка N- (3-амінопропил)- N-додеципропан- 1,3-діамін, (Біс(3- амінопропил) додециламін) (триамін), %	4,5–5,5 ($X_{серед}=5,0$)	5,49	0,24	4,72	0,12	0,77	0,92<2
Масова частка суміші четвертинних амонійних сполук, %	38–42 ($X_{серед}=40,0$)	39,11	0,80	40,81	0,40	-1,70	0,53<2

Таблиця 2. Результати міжлабораторних порівнянь випробувань :
дезінфекційного засобу «ЕКОМЕНТ ФОРТЕ»

Показник/ Одиниця вимірювань	Показник/ Одиниця вимірювань	Результати учасника № 1		Результати учасника № 2		Різниця	Критерій правильності результатів в $ Z \leq 2$
		x_1	U_1	x_2	U_2	$x_1 - x_2$	Z
Органолептика: – зовнішній вигляд – запах – колір	Відповідає ТУ	– прозора рідина – специфічний (запах сировини) світло-коричнево-голубий	–	– прозора рідина – специфічний (запах сировини) світло-коричнево-голубий	–	0	0
Концентрація водневих іонів (рН) 1% водного розчину	5,8– 6,0 ($X_{серед} = 5,9$)	5,77	0,43	5,79	0,28	-0,02	0,065<2
Масова частка глутарового альдегіду (ГА), %	11,0±1,0	10,04	0,16	9,99	0,06	0,05	0,230<2
Масова частка алкілдиметилбензил амонію хлориду, %	40,0±2,0	38,06	0,40	38,34	0,42	-0,28	0,482<2

Таблиця 2. Результати міжлабораторних порівнянь випробувань дезінфекційного засобу «ЕКОНОРМ DEZ ЕФЕКТ»

Показник/ Одиниця вимірювань	Показник/ Одиниця вимірювань	Результати учасника № 1		Результати учасника № 2		Різниця	Критерій правильності результатів $ Z \leq 2$
		x_1	U_1	x_2	U_2		Z
Концентрація водневих іонів (рН) 1% водного розчину	10,0±1,0	9,77	0,40	9,89	0,10	-0,12	0,293<2
Масова частка полігексаметиленгу анідінгідрохлориду (ПГМГ ГХ), %	5,0±0,5	5,07	0,66	5,59	0,04	-0,52	0,788<2
Масова частка N-(3-амінопропіл) -N – додецилпропан-1,3-діаміну (Біс (3-амінопропіл) додециламін) (триамін), %	4,0±0,5	4,08	0,34	3,88	0,024	0,20	0,588<2
Масова частка четвертинних амонійних сполук (ЧАС), %	15,0±1,0	16,33	0,28	16,17	0,42	0,16	0,378<2

Примітка. Первинні дані наведено в Протоколах випробувань.

Науково-практичне видання

МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН
У ДЕЗІНФЕКЦІЙНИХ І МИЙНИХ ЗАСОБАХ

Методичні рекомендації

Установа – розробник:

Державна установа «Інститут медицини праці імені Ю. І. Кундієва
Національної академії медичних наук України»

Укладачі:

І. М. Андрусишина, доктор біологічних наук, старший науковий співробітник
О. Г. Лампека, науковий співробітник
І. О. Голуб, науковий співробітник
Є. Р. Заєць, науковий співробітник
В. Ф. Демченко, кандидат біологічних наук, старший науковий співробітник
Т. М. Пивовар, інженер
М. А. Барикін, молодший науковий співробітник

Київ, «Видавничий дім «Авіцена», 2024

ТОВ «Видавничий дім «Авіцена»,

Свідоцтво про державну реєстрацію № 22970288 від 24.01.96 р.

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи до
Державного реєстру видавців, виготівників і розповсюджувачів
видавничої продукції ДК № 2726 від 18.12.06.

03150, Київ-150, а/с 302, тел. (044) 289-64-49, (050) 469-58-61

Редактор Наталія Данкевич

Дизайн та комп'ютерна верстка **Шадріна С. Л.**

Підписано до друку **01.12.24**. Формат 60 x 84/16

Папір офсетний. Гарнітура. Офс. друк.

Ум. друк. арк.

Зам. 83. Тираж **200** прим.

ISBN 978-617-7597-44-4