

«СОГЛАСОВАНО»

Руководитель ИЛЦ ГУП МГЦД



И.И. Стрельников

«31» мая 2006 г.

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор ООО «Полисепт»



Н.С. Камышанская

«31» мая 2006 г.

ИНСТРУКЦИЯ № 7-3/06

по применению средства дезинфицирующего
«Альфадез форте» ООО «Полисепт», Россия,
при особо опасных инфекциях

Москва

2006 г.

ИНСТРУКЦИЯ № 7-3/06

по применению средства дезинфицирующего
«Альфадез форте» ООО «Полисепт», Россия,
при особо опасных инфекциях

Инструкция разработана: в ГУП «Московский городской центр дезинфекции» (ГУП МГЦД); ФГУН «Государственный научный центр прикладной микробиологии и биотехнологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека Российской Федерации (ФГУН «ГНЦ ПМБ»), ООО «Полисепт».

Авторы:

Стрельников И.И., Сучков Ю.Г., Сергеюк Н.П., Тарабрина М.А. (ГУП МГЦД);
Дятлов И.А., Герасимов В.Н. (ФГУН «ГНЦ ПМБ»);
Хильченко О.М. (ООО «Полисепт»).

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. Средство представляет собой прозрачную жидкость светло желтого цвета со слабым специфическим запахом.

В качестве действующих веществ в состав средства входит комплекс четвертичных аммониевых соединений: бензалконий хлорид и дидецилдиметиламмоний хлорид (ЧАС) – 12%, глутаровый альдегид (ГА) – 4%, глиоксаль – 8%, а также вспомогательные компоненты (изопропиловый спирт, неионогенный ПАВ, стабилизатор, ингибитор коррозии и др.). Показатель концентрации водородных ионов (рН) средства 4 – 6.

Средство выпускается в полимерной таре вместимостью 1 дм³ и 5 дм³.

Срок годности средства – 3,0 года в невскрытой упаковке изготовителя, рабочих растворов – 14 суток.

1.2. Средство обладает антимикробной активностью в отношении грамотрицательных и грамположительных бактерий (включая микобактерии туберкулеза, возбудителей особо опасных инфекций – чумы, холеры, туляремии, сибирской язвы), вирусов, грибов рода Кандида, Трихофитон, плесеней, а также спорцидными свойствами.

Средство сохраняет свои свойства после заморозания и последующего оттаивания.

Средство не вызывает коррозии медицинских инструментов из различных металлов, включая углеродистые стали и сплавы.

1.3. По степени воздействия на организм по ГОСТ 12.1.007-76 средство относится к 3 классу умеренно опасных веществ при введении в желудок, к 4 классу малоопасных веществ при нанесении на кожу и при ингаляционном воздействии (пары), мало токсично при парентеральном введении, оказывает

умеренное местно-раздражающее действие на кожу и вызывает выраженное раздражение слизистых оболочек глаз, обладает слабым сенсibiliзирующим действием.

Растворы средства при однократном нанесении на кожу не оказывают местно-раздражающего действия, а при многократных нанесениях отмечается сухость кожи. При использовании способа орошения средство вызывает раздражение органов дыхания и слизистых оболочек глаз.

ПДК в воздухе рабочей зоны действующих веществ составляет: для бензалконий и дидецилдиметиламмоний хлорида – 1,0 мг/м³ (аэрозоль, 2 класс опасности); для глутарового альдегида - 5,0 мг/м³ (пары, с пометкой «аллерген», 3 класс опасности). ОБУВ глиоксаля в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м³ с пометкой «требуется защита кожи и глаз».

1.4. Средство предназначено для дезинфекции поверхностей в помещениях, жесткой мебели, наружных поверхностей приборов и аппаратов, санитарно-технического оборудования, лабораторной и столовой посуды, предметов ухода за больными, уборочного инвентаря, белья, игрушек, изделий медицинского назначения, медицинских отходов (ватные тампоны, перевязочный материал, белье и изделия медицинского назначения однократного применения) при особо опасных инфекциях (чума, холера, туляремия, сибирская язва) в лечебно-профилактических учреждениях, в клинических, микробиологических и др. лабораториях, в инфекционных очагах, на санитарном транспорте.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ.

2.1. Рабочие растворы средства готовят в эмалированных (без повреждения эмали), стеклянных или пластмассовых емкостях путем добавления соответствующих количеств средства к питьевой воде комнатной температуры (таблица 1).

Таблица 1 – Приготовление рабочих растворов средства

| Концентрация рабочего раствора (%) по: | | | | Количество концентрата средства и воды (мл), необходимые для приготовления: | | | |
|---|-------|-------|-----------|--|-------|---------------|------|
| | | | | 1 л раствора | | 10 л раствора | |
| препарату | ДВ | | | средство | вода | средство | вода |
| | ЧАС | ГА | глиоксаль | | | | |
| 0,30 | 0,036 | 0,012 | 0,024 | 3,0 | 997,0 | 30 | 9970 |
| 0,50 | 0,060 | 0,020 | 0,040 | 5,0 | 995,0 | 50 | 9950 |
| 1,00 | 0,120 | 0,040 | 0,080 | 10,0 | 990,0 | 100 | 9900 |
| 5,00 | 0,600 | 0,200 | 0,400 | 50,0 | 950,0 | 500 | 9500 |
| 7,00 | 0,840 | 0,280 | 0,560 | 70,0 | 930,0 | 700 | 9300 |
| 10,00 | 1,200 | 0,400 | 0,800 | 100,0 | 900,0 | 1000 | 9000 |

3. ПРИМЕНЕНИЕ СРЕДСТВА

3.1. Рабочие растворы средства «Альфадез форте» применяются для дезинфекции объектов, указанных в п. 1.4. данной Инструкции способами протирания, орошения, замачивания или погружения по режимам, указанным в таблицах 2-3.

3.2. Поверхности в помещениях, жесткую мебель, поверхности приборов, аппаратов протирают ветошью, смоченной в растворе средства при норме расхода рабочего раствора средства – 150 мл/ м² обрабатываемой поверхности или орошают из расчета 300 мл /м² при использовании гидропульта, автомакса или 150 мл/м² – при использовании распылителя типа «Квазар».

3.3. Санитарно-техническое оборудование обрабатывают с помощью щетки, ерша или протирают ветошью, смоченной в растворе средства при норме расхода 150 мл/м² обрабатываемой поверхности, при обработке способом орошения – 300 мл/м² (гидропульт, автомакс), 150 мл/м² (распылитель типа «Квазар»). По окончании дезинфекции санитарно-техническое оборудование промывают водой.

3.4. Белье последовательно вещь за вещь погружают в дезинфицирующий раствор из расчета 5 л/кг сухого белья. По окончании дезинфекции белье стирают и прополаскивают.

3.5. Мелкие игрушки полностью погружают в емкость с рабочим раствором средства, препятствуя их всплытию; крупные – протирают ветошью, смоченной в растворе или орошают рабочим раствором средства. По окончании дезинфекции их промывают проточной водой.

3.6. Посуду лабораторную и столовую (освобожденную от остатков пищи) полностью погружают в рабочий раствор средства из расчета 2 л на 1 комплект. Емкость закрывают крышкой. По окончании дезинфекции посуду промывают проточной питьевой водой с помощью щетки или губки. После дезинфекции при чуме, холере, туляремии отмыв осуществлять не менее 3 минут, при сибирской язве – не менее 15 минут.

3.7. Предметы ухода за больными полностью погружают в емкость с рабочим раствором средства или протирают ветошью, смоченной дезинфицирующим раствором. По окончании дезинфекции их промывают проточной водой.

3.8. Медицинские отходы:

- использованный перевязочный материал, салфетки, ватные тампоны, белье однократного применения погружают в отдельную емкость с растворами средства. По окончании дезинфекции отходы утилизируют;

- дезинфекцию изделий медицинского назначения однократного применения осуществляют в пластмассовых или эмалированных (без

повреждения эмали) емкостях, закрывающихся крышками. При проведении дезинфекции изделия полностью погружают в раствор средства. Разъемные изделия погружают в раствор в разобранном виде. Изделия, имеющие замковые части, погружают раскрытыми, предварительно сделав ими в растворе несколько рабочих движений для лучшего проникновения раствора в труднодоступные участки изделий. Во время замачивания (дезинфекционной выдержки) каналы и полости должны быть заполнены (без воздушных пробок) раствором. Толщина слоя раствора над изделиями должна быть не менее 1 см.

После окончания дезинфекции изделия извлекают из емкости с раствором и утилизируют.

3.9. Обеззараживание санитарного транспорта для перевозки инфекционных больных проводят по режиму обработки при соответствующей инфекции.

3.10. Дезинфекцию изделий медицинского назначения проводят в пластмассовых или эмалированных (без повреждения эмали) емкостях, закрывающихся крышками. Изделия погружают в рабочий раствор средства сразу же после их применения (не допуская подсушивания), обеспечивая удаление видимых загрязнений с поверхности с помощью тканевых салфеток; у изделий, имеющих каналы, последние тщательно промывают раствором с помощью шприца или иного приспособления. Разъемные изделия погружают в раствор в разобранном виде. Изделия, имеющие замковые части, погружают раскрытыми, предварительно сделав ими в растворе несколько рабочих движений для лучшего проникновения раствора в труднодоступные участки изделий. Использованные салфетки сбрасывают в отдельную емкость, затем утилизируют.

Во время дезинфекционной выдержки каналы и полости должны быть заполнены (без воздушных пробок) раствором. Толщина слоя раствора над изделиями должна быть не менее 1 см.

Дезинфекцию изделий при особо опасных инфекциях проводят по режимам, указанным в табл. 4.

Таблица 2 – Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства «Альфадез форте» при особо опасных инфекциях бактериальной этиологии (чума, холера, туляремия)*

| Объекты обеззараживания | Концентрация рабочего раствора, % (по препарату) | Время обеззараживания, мин | Способ обеззараживания |
|--|--|----------------------------|----------------------------|
| Поверхности в помещениях, жесткая мебель, наружные поверхности приборов, аппаратов и т.д., санитарный транспорт | 0,3 | 60 | Протирание или орошение |
| | 0,5 | 30 | |
| Поверхности в помещениях, жесткая мебель, наружные поверхности приборов, аппаратов и т.д., санитарный транспорт, загрязненные органическими веществами | 0,5 | 60 | Протирание или орошение |
| | 1,0 | 30 | |
| Санитарно-техническое оборудование | 0,5 | 60 | Протирание или орошение |
| | 1,0 | 30 | |
| Посуда лабораторная | 0,3 | 60 | Погружение |
| | 0,5 | 30 | |
| Посуда без остатков пищи | 0,3 | 60 | Погружение |
| | 0,5 | 30 | |
| Посуда с остатками пищи | 1,0 | 60 | Погружение |
| | | | |
| Белье, загрязненное выделениями | 0,5 | 120 | Замачивание |
| | 1,0 | 60 | |
| Предметы ухода за больными, игрушки | 0,5 | 120 | Погружение |
| | 1,0 | 60 | |
| Медицинские отходы: перевязочный материал, ватно-марлевые повязки, тампоны, белье однократного применения, изделия медицинского назначения однократного применения | 0,5 | 120 | Погружение или замачивание |
| | 1,0 | 60 | |
| Уборочный материал | 0,5 | 120 | Замачивание |
| | 1,0 | 60 | |

Примечание: * по данным режимам также обеспечивается обеззараживание объектов в отношении возбудителей вирусной этиологии

Таблица 3– Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства «Альфадез форте» при сибирской язве

| Объекты обеззараживания | Концентрация рабочего раствора, % (по препарату) | Время обеззараживания | Способ обеззараживания |
|--|--|-----------------------|----------------------------|
| Поверхности в помещениях, жесткая мебель, наружные поверхности приборов, аппаратов и т.д., санитарный транспорт | 5,0 | 24 ч | Протирание или орошение |
| | 7,0 | 120 мин | |
| | 10,0 | 60 мин | |
| Санитарно-техническое оборудование | 5,0 | 24 ч | Протирание или орошение |
| | 7,0 | 120 мин | |
| | 10,0 | 60 мин | |
| Посуда лабораторная | 5,0 | 24 ч | Погружение |
| | 7,0 | 120 мин | |
| | 10,0 | 60 мин | |
| Посуда с остатками пищи | 7,0 | 24 ч | Погружение |
| | 10,0 | 120 мин | |
| Белье, загрязненное выделениями | 7,0 | 24 ч | Замачивание |
| | 10,0 | 120 мин | |
| Предметы ухода за больными, игрушки | 5,0 | 24 ч | Погружение |
| | 7,0 | 120 мин | |
| | 10,0 | 60 мин | |
| Медицинские отходы: перевязочный материал, ватно-марлевые повязки, тампоны, белье однократного применения, изделия медицинского назначения однократного применения | 7,0 | 24 ч | Погружение или замачивание |
| | 10,0 | 120 мин | |
| Уборочный материал | 7,0 | 24 ч | Замачивание |
| | 10,0 | 120 мин | |

Таблица 4

Режимы дезинфекции изделий медицинского назначения растворами средства «Альфадез форте»

| Вид обрабатываемых изделий | Вид инфекции | Режим обработки | | Способ обработки |
|---|---|-------------------------------|---------------------|------------------|
| | | Концентрация (по препарату),% | Время выдержки, мин | |
| Изделия медицинского назначения из резин, пластмасс, стекла, металлов | Дезинфекция при вирусных, бактериальных (включая туберкулез и особо опасные инфекции – чуму, холеру, туляремию) и грибковых (кандидозы, дерматофитии) инфекциях | 1,00 | 90 | Погружение |
| | | 2,00 | 45 | |
| 3,00 | | 30 | | |
| | Дезинфекция при вирусных, бактериальных (включая туберкулез и особо опасные инфекции – чуму, холеру, туляремию, сибирскую язву) и грибковых (кандидозы, дерматофитии) инфекциях | 7,0 | 120 | Погружение |
| 10,0 | | 60 | | |

4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ

4.1. К работе со средством не допускаются лица моложе 18 лет, лица с аллергическими заболеваниями и чувствительные к химическим веществам.

4.2. При всех работах следует избегать попадания средства в глаза и на кожу.

4.3. Все работы со средством необходимо проводить с защитой кожи рук резиновыми перчатками.

4.4. При обработке поверхностей способом орошения рекомендуется использовать средства индивидуальной защиты органов дыхания - универсальные респираторы марки РУ-60М или РПГ-67 с патроном марки А, глаз - герметичные очки, кожи рук - резиновые перчатки. Обработку способами протирания и орошения проводят в отсутствие пациентов.

4.6. Емкости с растворами средства при обработке объектов способом погружения (замачивания) должны быть закрыты.

4.7. При работе по дезинфекции объектов в очагах сибирской язвы следует использовать противочумный костюм, в состав которого входит общеобщевой противогаз. После обработки поверхностей в помещениях при сибирской язве следует провести нейтрализацию остаточных количеств глутарового альдегида путем орошения объектов 10% раствором натрия сернистокислого кислого или 5% раствором натрия пироксернистокислого из расчета 150 мл на 1 м² поверхности, затем провести влажную уборку.

4.5. После дезинфекции помещения следует проветривать не менее 30 мин.

4.9. Средство необходимо хранить отдельно от лекарственных препаратов местах, недоступных детям.

5. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПРИ СЛУЧАЙНОМ ОТРАВЛЕНИИ

5.1. При попадании средства на кожу необходимо немедленно смыть его большим количеством воды и смазать кожу смягчающим кремом.

5.2. При попадании средства в глаза необходимо немедленно! промыть их под струей воды в течение 10 – 15 мин и закапать 30% раствор сульфацила натрия и сразу обратиться к врачу.

5.3. При попадании средства в желудок необходимо выпить несколько стаканов воды, затем принять 10 – 15 таблеток измельченного активированного угля. При необходимости обратиться к врачу.

5.4. При раздражении органов дыхания (першение в горле, кашель, затрудненное дыхание, слезотечение) пострадавшего удаляют из рабочего помещения на свежий воздух или в хорошо проветриваемое помещение. Рот

и носоглотку прополаскивают водой. Дают теплое питье (молоко или боржоми). При необходимости следует обратиться к врачу.

6. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ, ХРАНЕНИЕ.

6.1. Транспортировать средство всеми доступными видами транспорта (при температуре не ниже минус 20⁰С и не выше 35⁰С), действующими на территории России, гарантирующими сохранность продукции и тары в герметично закрытых оригинальных емкостях производителя.

6.2. Хранить средство в прохладном месте в закрытых ёмкостях вдали от источников тепла, избегая хранения на прямом солнечном свете, при температуре не ниже 0⁰С и не выше 35⁰С, отдельно от лекарственных препаратов, пищевых продуктов, в местах, недоступных детям.

6.3. При случайной утечке или разливе средства его уборку необходимо проводить, используя спецодежду, резиновый фартук, резиновые сапоги и средства индивидуальной защиты: кожи рук – резиновые перчатки, глаз – защитные очки, органов дыхания – универсальные респираторы типа РУ 60 М, РПГ-67 с патроном марки «А».

Пролившееся средство необходимо адсорбировать удерживающим жидкость веществом (ветошь, опилки, песок, силикагель) и направить на утилизацию. Остатки средства смыть большим количеством воды. Слив растворов в канализационную систему допускается проводить только в разбавленном виде.

6.4. Меры защиты окружающей среды: не допускать попадания неразбавленного продукта в сточные поверхностные или подземные воды и в канализацию.

7. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

7.1 Контролируемые показатели

Таблица 5

Показатели качества дезинфицирующего средства «Альфадез форте»

| № п/п | Наименование показателя | Норма |
|--------|---|--|
| 7.1.1. | Внешний вид, цвет и запах | Прозрачная жидкость светло-желтого цвета со слабым специфическим запахом |
| 7.1.2. | Показатель концентрации водородных ионов (рН) при 20 ⁰ С | 6,0±1,0 |
| 7.1.3. | Массовая доля четвертичных аммониевых соединений, % | 12,0±1,5 |
| 7.1.4. | Массовая доля глутарового альдегида, % | 4,0±0,4 |
| 7.1.5. | Массовая доля глиоксаля, % | 8,0±0,4 |

7.2. Определение внешнего вида, цвета и запаха

Внешний вид и цвет определяют визуальным осмотром пробы в пробирке из бесцветного стекла на белом фоне. Запах определяют органолептически.

7.3. Определение показателя активности водородных ионов (pH)

Показатель активности водородных ионов pH определяют потенциометрически.

7.4. Определение массовой доли четвертичных аммониевых соединений

Массовую долю четвертичных аммониевых соединений (алкилдиметилбензиламмоний хлорид и дидецилдиметиламмоний хлорид) определяют методом двухфазного титрования.

Четвертичные аммониевые соединения титруют с помощью анионного стандартного раствора (натрий додецилсульфат) при добавлении смешанного индикатора из катионного красящего вещества (эозин БА или эозин Н) и анионного красящего вещества (метиленовый голубой). Титрование проводится в двухфазной системе (вода и хлороформ).

Средства измерений, реактивы, растворы

- Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 мл
- Пипетки вместимостью 1, 5, 10 и 20 мл
- Бюретка вместимостью 25 мл
- Додецилсульфат натрия ГСО 8049-94 (98,6%)
- Метиленовый голубой (индикатор)
- Эозин БА или эозин Н (индикатор)
- Хлороформ ч.д.а.
- Вода дистиллированная
- Спирт этиловый ректификованный
- Кислота серная х.ч.; 2,5 М раствор
- Кислота уксусная (х.ч. ледяная)

Подготовка к анализу

Приготовление стандартного раствора додецилсульфата натрия: содержимое ампулы (0,1г) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл, добавляют воду до калибровочной метки и перемешивают. Получают стандартный 0,00342 М раствор додецилсульфата натрия.

Приготовление раствора смешанного индикатора: раствор эозина приготавливают в мерной колбе вместимостью 500 мл; растворяют 1,40 г эозина БА или эозина Н в 10 мл воды, приливают 5 мл уксусной кислоты, затем добавляют до калибровочной метки этиловый спирт и перемешивают.

В стакане вместимостью 400 мл приготавливают раствор метиленового голубого: 0,08 г индикатора метиленового голубого растворяют в 170 мл воды, прибавляют 30 мл концентрированной серной кислоты и перемешивают.

Растворы индикаторов хранят отдельно.

Для приготовления раствора смешанного индикатора к одной части раствора метиленового голубого добавляют четыре равные части раствора эозина и перемешивают. Раствор смешанного индикатора готовят непосредственно перед анализом в необходимом количестве.

Проведение анализа

Около 1 г средства, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл добавляют воду до калибровочной метки и перемешивают. С помощью пипетки дозируют 20 мл раствора пробы в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 мл, добавляют 4 мл воды, 20 мл хлороформа, 5 мл 0,1 н серной кислоты, 1 мл раствора смешанного индикатора и проводят титрование стандартным раствором додецилсульфата натрия. После прибавления каждой порции раствора додецилсульфата натрия цилиндр закрывают пробкой и сильно встряхивают. Титрование проводят до окрашивания нижнего (хлороформного) слоя в зелено-голубой цвет.

Обработка результатов

Массовую долю четвертичных аммониевых соединений в средстве (X, %) вычисляют по формуле:

$$X = 0,00122 * V_1 * V_2 * 100\% / V_3 * m$$

где 0,00122 – средняя масса четвертичных аммониевых соединений, соответствующая 1 мл стандартного раствора додецилсульфата натрия концентрации точно $c(C_{12}H_{25}SO_4Na) = 0,00342$ моль/л, мг;

V_1 - объем стандартного раствора додецилсульфата натрия концентрации точно $c(C_{12}H_{25}SO_4Na) = 0,00342$ моль/л, израсходованный на титрование, мл;

V_2 - объем раствора пробы, мл;

V_3 - объем раствора пробы, взятый на титрование, мл;

m - масса пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,2%.

В случае превышения расхождения анализ повторяют и за результат принимают среднее арифметическое значение всех измерений. Допускаемая

относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ для доверительной вероятности $P=0,95$.

7.5. Определение массовой доли глутарового альдегида

Массовую долю глутарового альдегида в средстве определяют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием, хроматографированием пробы на полимерном адсорбенте Полисорб-1 в режиме программирования температуры с применением абсолютной градуировки.

Приборы, реактивы, растворы

Аналитический газовый хроматограф типа «Кристалл 2000М», снабженный пла-менно-ионизационным детектором, стандартной колонкой длиной 1 м, системой управления оборудованием, сбора и обработки хроматографических данных «Хроматэк Аналитик» на базе персонального компьютера

Весы лабораторные общего назначения 2 класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г

Микрошприц вместимостью 1 мкл

Колбы мерные вместимостью 25 мл

Глутаровый альдегид 50% – с установленным содержанием действующего вещества

Адсорбент – Полисорб-1 (0,10-0,25мм)

Вода дистиллированная

Азот газообразный

Водород баллонный или от генератора водорода типа ГВЧ

Воздух, сжатый в баллоне или от компрессора

Приготовление градуировочной смеси

В мерную колбу вместимостью 25 мл вносят около 0,14 г глутарового альдегида (50% раствор), взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют воду до калибровочной метки, после перемешивания вводят в хроматограф 0,5 мкл градуировочной смеси. Из полученных хроматограмм определяют время удерживания и площадь хроматографического пика глутарового альдегида в градуировочной смеси.

Условия работы хроматографа

| | | |
|-----------------------------|-----------|-----|
| -Объемный расход, мл/мин.: | азот | 20 |
| | водород | 25 |
| | воздух | 250 |
| -Температура, °С испарителя | | 240 |
| | детектора | 250 |

-Температура колонки, программа: 170 °С → через 14 мин. нагрев до 180 °С со скоростью 15°С/мин.;

-Объем вводимой дозы 0,5 мкл

Примерное время удерживания глутарового альдегида 10,7 мин. Выход хроматограммы 25 мин.

Условия выполнения измерений подлежат проверке и при необходимости корректировке для эффективного разделения компонентов пробы и очистки колонки в зависимости от конструктивных особенностей хроматографа.

Выполнение анализа

В мерную колбу вместимостью 25 мл вносят около 1,75 г средства, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют до калибровочной метки воду и после перемешивания вводят в хроматограф 0,5 мкл приготовленной пробы. Из полученных хроматограмм определяют площадь хроматографического пика глутарового альдегида в пробе.

Обработка результатов измерений

Массовую долю глутарового альдегида ($X_{ГА}$, %) в средстве вычисляют по формуле:

$$X_{ГА} = S * C_{г.с.} * a * V / S_{г.с.} * m$$

где S - площадь хроматографического пика глутарового альдегида в испытуемой пробе;

$S_{г.с.}$ - площадь хроматографического пика глутарового альдегида в градуировочной смеси;

$C_{г.с.}$ - массовая концентрация глутарового альдегида, в градуировочной смеси, мг/мл;

a - массовая доля действующего вещества в аналитическом стандарте глутарового альдегида, %;

V - объем пробы после разведения, мл;

m - масса средства, мг.

За результат измерений принимают среднее значение двух параллельных измерений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимого расхождения, равного 0,4 %. Доверительные границы относительной суммарной погрешности результата измерения ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

5.7 Определение массовой доли глиоксаля

Определение основано на титровании раствором гидроокиси натрия соляной кислоты, образующейся в результате взаимодействия альдегидов с гидроксиламмонийхлоридом. Массовую долю глиоксаля рассчитывают по разности между суммарным содержанием альдегидов и содержанием глутарового альдегида, определяемого газохроматографическим методом.

Оборудование и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка вместимостью 25 мл

Пипетка вместимостью 5 мл

Цилиндр вместимостью 25 мл

Колбы конические вместимостью 200 мл

0,1% раствор бромфенолового синего (индикатор)

Гидроксиламин гидрохлорид; раствор концентрации $c(\text{NH}_2\text{OH HCl}) = 1$ моль/л; готовят растворением в воде 69,49 г гидроксиламин гидрохлорида в мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Натрия гидроокись; раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/л (0,5н)

Кислота соляная; раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/л (0,5н)

Вода дистиллированная

Подготовка к анализу

Перед проведением анализа доводят значение рН раствора гидроксиламин гидрохлорида до 3,4 единиц рН путем добавления к нему 0,5 н раствора NaOH.

Проведение анализа

В коническую колбу, вместимостью 200 мл, с притёртой пробкой, вносят около 3 г средства, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют 50 мл воды и доводят значение рН раствора до 3,4 единиц рН с помощью 0,5 н раствора соляной кислоты. Затем в раствор добавляют 25 мл раствора гидроксиламин гидрохлорида, нагревают до 60°C, сразу охлаждают до 20°C, добавляют 0,1 мл раствора бромфенолового синего и титруют 0,5 н раствором гидроокиси натрия до появления отчётливого синего окрашивания.

Обработка результатов

Массовую долю суммы альдегидов (X_{Σ} , %) вычисляют по формуле:

$$X_{\Sigma} = 0,01451 * V * 100 / m, \text{ где}$$

0,01451 – масса глиоксаля, соответствующая 1 мл раствора гидроокиси натрия концентрации точно $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/л,г;

V – объем раствора натрия гидроокиси концентрации точно

$c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/л, израсходованный на титрование альдегидов в пробе, мл;

m – масса пробы, г.

Массовую долю глиоксаля ($X_{\text{ГЛ}}$, %) вычисляют по разности:

$$X_{\text{ГЛ}} = X_{\Sigma} - 0,5794 * X_{\text{ГА}}$$

где 0,5794 – коэффициент пересчета глутарового альдегида.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,4%. Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерений не должна превышать $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.