

ИНСТРУКЦИЯ № АП-27/08

по применению дезинфицирующего средства «Аламинол Плюс» (ФГУП «ГНЦ «НИОПИК», Россия) для целей дезинфекция на предприятиях коммунально-бытового обслуживания, в учреждениях культуры, спорта, социального обеспечения, в пенитенциарных учреждениях

Инструкция разработана ФГУН Научно-исследовательским институтом дезинфектологии (НИИД) Роспотребнадзора, ФГУН «ГНЦ прикладной микробиологии и технологии» (ФГУН «ГНЦ ПМБ») Роспотребнадзора и ФГУП «ГНЦ «НИОПИК».

.....

1.2. Средство «Аламинол Плюс» обладает антимикробной активностью и отношении грамотрицательных и грамположительных микроорганизмов, включая возбудителей туберкулеза, особо опасных инфекций – чумы, холеры, туляремии, в том числе спорообразующих (возбудителей сибирской язвы), грибов родов *Candida*, *Trichophyton*, *Aspergillus*, вирусов (в том числе возбудителей энтеровирусных инфекций - полиомиелита, Коксаки, ЕСНО; энтеральных и парентеральных гепатитов, ВИЧ-инфекции, атипичной пневмонии (SARS), ОРВИ, гриппа, «птичьего» гриппа H5N1 и др.; герпетической, цитомегаловирусной, аденовирусной и др. инфекций), а также моющими свойствами,

Средство сохраняет свои свойства после замораживания и оттаивания. Средство не оказывает повреждающего воздействия на изделия медицинского назначения из различных материалов (металлы, резины, пластмассы, стекло}, применяемых в хирургии, стоматологии, эндоскопии и других областях медицины.

1.3. По степени воздействия на организм теплокровных средство относится к 3 классу умеренно опасных веществ при введении в желудок, при нанесении на кожу - к 4 классу малоопасных веществ по ГОСТ 12.1.007-76; при введении в брюшную полость средство относится к 4 классу малотоксичных веществ по классификации К.К.Сидорова (1973 г.). По степени летучести пары средства при однократном ингаляционном воздействии мало опасны. Средство характеризуется сенсибилизирующим эффектом и местно-раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки глаз.

Рабочие растворы при однократном воздействии вызывают местно-раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз; в виде аэрозоля опасны и вызывают раздражение верхних дыхательных путей. По зоне подострого токсического действия 0,1% - 1,0% растворы умеренно опасны, 2,0% раствор и выше – высокоопасны.

ПДК в воздухе рабочей зоны: алкилдиметилбензиламмоний хлорида - 1,0 мг/м³ (с пометкой "Требуется защита кожи и глаз"); глутарового альдегида - 5,0 мг/м³ (с пометкой "аллерген");

ОБУВ глиоксаля в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м³ (с пометкой "Требуется защита кожи и глаз").

1.4. Средство «Аламинол Плюс» предназначено для

- дезинфекции поверхностей в помещениях, поверхностей приборов, оборудования, жесткой мебели, санитарно-технического оборудования, уборочного инвентаря, предметов ухода, средств личной гигиены, обуви (из резин, пластмасс и других полимерных материалов), инструментов (парикмахерских и косметических), отходов (изделия однократного применения, салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накладки, инструменты и пр.) при проведении профилактической дезинфекции на предприятиях коммунально-бытового обслуживания (гостиницы, общежития, парикмахерские, общественные туалеты), в учреждениях культуры, отдыха, спорта (спортивные и культурно-оздоровительные комплексы, кинотеатры, офисы и др.), в учреждениях социального обеспечения и пенитенциарных учреждениях;

- обеззараживания вышеперечисленных объектов при проведении очаговой дезинфекции при инфекциях бактериальной (включая туберкулез), вирусной и грибковой (кандидозы, дерма-

тофитии) этиологии в детских и пенитенциарных учреждениях, в учреждениях социального обеспечения, на предприятиях коммунально-бытового обслуживания (гостиницы, общежития);

- проведения генеральных уборок (детские учреждения и др.);
- борьбы с плесенью в нежилых помещениях - склады (кроме продуктовых), подвалы и др.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ

Рабочие растворы средства готовят в емкостях из любого материала путем добавления соответствующих количеств средства "Аламинол Плюс» к питьевой (водопроводной) воде комнатой температуры (табл. 1).

Таблица 1.

Приготовление рабочих растворов

Концентрация рабочего раствора (%) по:				Количества компонентов (мл), необходимые для приготовления рабочего раствора объемом:			
препарату	действующим веществам						
	ЧАС	ГА	глиоксалу	1 л		10 л	
				средство	вода	средство	вода
0,1	0,03	0,0006	0,006	1,0	999	10	9990
0,5	0,15	0,003	0,03	5,0	995	50	9950
1,0	0,30	0,006	0,06	10,0	990	100	9900
1,5	0,45	0,009	0,09	15,0	985	150	9850
2,0	0,60	0,012	0,12	20,0	980	200	9800
5,0	1,50	0,030	0,30	50,0	950	500	9500

3. ПРИМЕНЕНИЕ СРЕДСТВА

3.1. Растворы средства «Аламинол Плюс» применяют для обеззараживания поверхностей в помещениях, поверхностей приборов, оборудования, жесткой мебели, санитарно-технического оборудования, уборочного инвентаря, предметов ухода, средств личной гигиены, обуви (из резины, пластмасс и других полимерных материалов), инструментов (парикмахерских и косметических), отходов (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накидки, инструменты и пр.); проведения генеральных уборок.

3.2. Поверхности в помещениях (пол, стены и др.), поверхности приборов, оборудования, жесткую мебель протирают ветошью, смоченной в растворе средства, или орошают из гидропульты, автомакса или распылителя типа «Квазар», Норма расхода средства при протирании - 100 мл/м², при орошении - 300 мл/м² (гидропульт, автомакс), 150 мл/м² (распылитель типа «Квазар»)

Санитарно-техническое оборудование (ванны, раковины и др.) обрабатывают раствором средства с помощью щетки или ерша при норме расхода рабочего раствора 200 мл/м² или орошают из гидропульты, автомакса (норма расхода рабочего раствора 300 мл/м²) или распылителя типа «Квазар» (150 мл/м²).

Резиновые коврики дезинфицируют способом протирания или погружения в раствор средства.

По окончании дезинфекции санитарно-техническое оборудование промывают водой, а в помещении проводят влажную уборку и проветривание.

3.3. Предметы ухода, средства личной гигиены погружают в раствор средства или протирают ветошью, смоченной в растворе средства. По окончании дезинфекции их тщательно промывают проточной питьевой водой.

4.4. Обувь из резины, пластика и других полимерных материалов погружают в 1,5% раствор средства на 60 мин, по окончании дезинфекционной выдержки промывают проточной питьевой водой.

3.5. Отходы (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, тапочки, простыни, накидки, инструменты и пр.) сбрасывают в отдельную емкость с 2% раствором средства, по окончании дезинфекционной выдержки (120 мин) их утилизируют.

3.6. Уборочный инвентарь погружают в раствор средства. По окончании дезинфекционной выдержки его прополаскивают водой.

3.7. Маникюрные, педикюрные, косметические инструменты погружают в рабочий раствор средства (табл.5), заполняя им полости и каналы, избегая образования воздушных пробок; съемные изделия погружают в раствор в разобранном виде; инструменты с замковыми частями замачивают раскрытыми, предварительно сделав ими в растворе несколько рабочих движений для лучшего проникновения раствора и труднодоступные участки изделий в области замка. Толщина слоя раствора над изделиями должна быть не менее 1 см. По окончании обработки изделия промывают проточной водой в течение 5 мин.

3.8. Для борьбы с плесневыми грибами используют 5% (по препарату) раствор средства. Поверхности сначала тщательно очищают с помощью щетки или ветоши раствором средства, затем двукратно с интервалом 15 мин обрабатывают раствором той же концентрации. Время дезинфекционной выдержки составляет 120 мин.

3.9. При проведении очаговой дезинфекции для обеззараживания объектов пользуются режимами, рекомендованными при соответствующих инфекциях.

3.10. При проведении профилактической дезинфекции и генеральных уборок на предприятиях коммунально-бытового обслуживания (гостиницы, общежития, общественные туалеты), в учреждениях культуры, отдыха, спорта (спортивные и культурно-оздоровительные комплексы, кинотеатры, офисы и др.), в учреждениях социального обеспечения, в пенитенциарных учреждениях, в детских учреждениях (только генеральные уборки) средство используют по режимам, рекомендованным для дезинфекции при бактериальных инфекциях.

В парикмахерских средство используют по режимам, рекомендованным для дезинфекции при дерматофитиях.

Генеральные уборки проводят по режимам, рекомендованным для дезинфекции при бактериальных инфекциях.

Таблица 2

Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства
«Аламинол Плюс» при бактериальных (кроме туберкулеза) инфекциях

Объект обеззараживания	Концентрация рабочего раствора (по препарату), %	Время обеззараживания, мин	Способ обеззараживания
Поверхности в помещениях, жесткая мебель, поверхности приборов, оборудования	0,1	60	Протирание или орошение
Санитарно-техническое оборудование	0,1	60	Двукратное протирание или двукратное орошение с интервалом 15 мин
Предметы ухода из металлов, стекла, пластмасс, резин, средства личной гигиены	0,5	60	Погружение или протирание
Уборочный инвентарь	2,0	120	Погружение
Отходы (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накладки, инструменты и пр.)	2,0	120	Замачивание

Таблица 3

Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства
«Аламинол Плюс» при вирусных инфекциях

Объект обеззараживания	Концентрация рабочего раствора (по препарату), %	Время обеззараживания, мин	Способ обеззараживания
Поверхности в помещениях, жесткая мебель, поверхности приборов, оборудования	0,5	60	Протирание или орошение
Санитарно-техническое оборудование	0,5	60	Двукратное протирание или двукратное орошение с интервалом 15 мин
Предметы ухода из металлов, стекла, пластмасс, резин, средства личной гигиены	0,5	60	Погружение или двукратное протирание с интервалом 15 мин
Уборочный инвентарь	2,0	120	Погружение
Отходы (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накладки, инструменты и пр.)	2,0	120	Замачивание

Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства
«Аламинол Плюс» при туберкулезе

Объект обеззараживания	Концентрация рабочего раствора (но препарату), %	Время обеззараживания, мин	Способ обеззараживания
Поверхности в помещениях, жесткая мебель, поверхности приборов, оборудования	1,0	120	Протирание
	1,5	90	
	2,0	60	
	1,5	90	Орошение
2,0	60		
Санитарно-техническое оборудование	1,0	120	Протирание Орошение Двукратное протирание или двукратное орошение с интервалом 15 мин
	1,5	90	
	1,0	60	
Предметы ухода из металлов, стекла, пластмасс, резины, средства личной гигиены	1,0	60	Погружение Протирание Двукратное протирание с интервалом 15 мин
		120	
		60	
Уборочный инвентарь	2,0	120	Замачивание
Отходы (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накидки, инструменты и пр.)	2,0	120	Замачивание

Режимы дезинфекции различных объектов растворами средства
«Аламинол Плюс» при кандидозах и дерматофитиях

Объект обеззараживания	Концентрация рабочего раствора (но препарату), %	Время обеззараживания, мин		Способ обеззараживания
		Кандидозы	Дерматофитии	
Поверхности в помещениях, жесткая мебель, поверхности приборов, оборудования	1,0	60	120	Протирание или орошение
	1,5	30	60	
Санитарно-техническое оборудование	1,0	60	120	Протирание Двукратное орошение с интервалом 15 мин
	0,5	30	60	
	1,0	60	60	
Резиновые коврики	1,0	-	120	Протирание или погружение
	1,5	-	60	
Отходы (изделия однократного применения: салфетки, ватные шарики, шапочки, простыни, накидки, инструменты и пр.)	2,0	120	120	Замачивание
Обувь из резин, пластмасс и др. полимерных материалов	1,5	60	60	Погружение
Маникюрные, педикюрные, косметические инструменты	1,0	-	60	Погружение
	1,5		30	
	2,0		15	
Предметы ухода из металлов, стекла, пластмасс, резин, средства личной гигиены	1,0	60	120	Протирание или погружение
	1,5	30		
Уборочный инвентарь	2,0	120	120	Замачивание

4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ

4.1. Не допускать к работе лиц с повышенной чувствительностью к химическим средствам и с хроническими аллергическими заболеваниями.

4.2. Избегать попадания средства и его растворов в глаза и на кожу.

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

4.4. Емкости со средством, предназначенные для обработки объектов способами погружения и замачивания должны быть закрыты крышками.

4.5. Обработку поверхностей способом протирания рабочими растворами в концентрации до 0,5% можно проводить без средств защиты органов дыхания в присутствии людей. Обработку поверхностей растворами средства в более высоких концентрациях проводить в отсутствие людей.

При обработке поверхностей способом орошения следует использовать средства индивидуальной защиты органов дыхания - универсальные респираторы марки РУ-60М или РПГ-67 с патроном марки В, глаз - герметичные очки, кожи рук - резиновые перчатки. Обработку проводить в отсутствие людей.

4.6. При случайной утечке средства его следует адсорбировать удерживающим жидкостью веществом (песок, опилки, ветошь, силикагель), собрать и направить на утилизацию. При уборке пролившегося средства персоналу следует использовать индивидуальную защитную одежду, резиновые сапоги, резиновый фартук, резиновые перчатки, защитные очки, универсальные респираторы типа марки РУ-60М или РПГ-67 с патроном марки В.

4.7. Слив растворов средства в канализационную систему допускается только в разбавленном виде.

5. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПРИ СЛУЧАЙНОМ ОТРАВЛЕНИИ

5.1 При несоблюдении мер предосторожности при работе со средством могут возникнуть явления раздражения верхних дыхательных путей, глаз и кожи. При появлении признаков раздражения органов дыхания следует прекратить работу со средством, пострадавшего немедленно вывести на свежий воздух или в другое помещение, и помещение проветрить. Рот и носоглотку прополоскать водой. При необходимости - обратиться к врачу.

5.2. При попадании средства на кожу - смыть его большим количеством воды и смазать кожу смягчающим кремом.

5.3. При попадании средства в глаза следует немедленно обильно промыть их под струей воды в течение 10-15 минут, при появлении гиперемии - закапать 20-30% раствор сульфацила натрия. Обратиться к врачу.

5.4. При попадании средства в желудок дать выпить пострадавшему несколько стаканов воды с 10-20 измельченными таблетками активированного угля. Желудок не промывать! Обратиться к врачу.

6. УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

6.1. Хранить средство в оригинальной упаковке производителя в закрытом складском помещении при температуре от минус 12°C до плюс 40°C, не допуская попадания прямых солнечных лучей отдельно от лекарственных препаратов в местах, недоступных детям.

6.2. Средство можно транспортировать любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на каждом виде транспорта и гарантирующими сохранность средства и тары.

7. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СРЕДСТВА «АЛАМИНОЛ ПЛЮС»

7.1. По показателям качества средство «Аламинол Плюс» должно соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 6.

Таблица 6

Показатели качества средства «Аламинол Плюс»

№ п/п	Наименование показателя	Норма	Методы испытания
1	Внешний вид	Прозрачная жидкость от синего до синезеленого цвета	по п.7.3
2	Показатель активности водородных ионов (рН) водного раствора с массовой долей средства 1%	3,0 – 6,0	по п.7.4
3	Массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида. %	28,0 – 32,0	по п.7.5
4	Массовая доля глутарового альдегида, %	0,50 – 0,70	по п.7.6
5	Массовая доля глиоксаля, %	5,4 – 6,6	по п.7.7

7.2. Отбор проб

Отбор проб средства «Аламинол Плюс» проводят по ГОСТ 3885-73. Объем средней пробы должен не менее чем в два раза превышать объем средства, необходимый для проведения одного полного анализа. Для контрольной проверки качества препарата применяются методы анализа, указанные ниже.

7.3 Контроль внешнего вида

Внешний вид средства «Аламинол Плюс» оценивают визуально. Для этого около 25 см³ средства наливают через воронку В-36-80ХС по ГОСТ 25336-82 в сухую пробирку П2Т-31-115ХС по ГОСТ 25336 -82 и рассматривают в проходящем свете.

7.4 Определение показателя активности водородных ионов (рН) водного раствора средства с массовой долей 1%

Показатель активности водородных ионов (рН) водного раствора средства с массовой долей 1% определяют по ГОСТ Р 50550-93.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1 единиц рН.

7.5 Определение массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида

5.5.1 Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

Бюретка типа 1 по ГОСТ 29252-91 вместимостью 25 см³ и ценой деления 0,1 см³.

Колбы 2-100-2, 2-1000-2 - по ГОСТ 1770-74.

Колбы Кн –1- 250-24/29ТС ГОСТ 25336-82, 2 шт.

Цилиндр 1-100-1 ГОСТ 1770-74.

Пипетки 2-1-1-1, 2-1-1-10, 2-1-1-25 - по ГОСТ 29227-91.

Бромфеноловый синий (индикатор) по ТУ 6-09-1058-76 или Merck 108122; водный раствор с массовой долей 0,1% готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Натрия додецилсульфат по ТУ 6-09-07-1816-93 или Merck 112533.

Натрий серноокислый по ГОСТ 4166-76 х.ч. или ч.д.а. или Merck 6649.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79 х.ч. или Merck 6398.

Хлороформ по ГОСТ 20015-74.

N-Цетилпиридиний хлористый 1-водный по ТУ 6-09-15-121-74 или Merck 840008.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

7.5.2 Подготовка к испытанию

7.5.2.1 Приготовление раствора додецилсульфата натрия с молярной концентрацией 0,004 моль/дм³

Навеску 1,1535 г додецилсульфата натрия, взятую с точностью до 0,0002 г (в пересчете на 100%-ное содержание основного вещества), растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в 900 см³ дистиллированной воды. Во избежание образования пены воду в колбу приливают медленно по стенке, не встряхивая, затем перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески, доводят объем полученного раствора водой до метки и вновь перемешивают раствор.

7.5.2.2 Приготовление раствора хлористого N-цетилпиридиния 1-водного

Навеску 0,14 г хлористого N-цетилпиридиния 1-водного, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют медленно по стенке, избегая вспенивания, 80 см³ дистиллированной воды и, не встряхивая, перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески, затем доводят объем полученного раствора водой до метки, прибавляя ее медленно по стенке колбы, и вновь перемешивают раствор.

7.5.2.3 Приготовление буферного раствора с рН 11

Навески 7,0 г углекислого натрия и 100,0 г серноокислого натрия, взятые с точностью до 0,002 г помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют в 500-600 см³ дистиллированной воды. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают раствор.

7.5.2.4 Определение поправочного коэффициента раствора додецилсульфата натрия с молярной концентрацией 0,004 моль/дм³

При использовании додецилсульфата натрия не установленной степени чистоты поправочный коэффициент к молярной концентрации приготовленного раствора определяют путем титрования этим раствором раствора хлористого N-цетилпиридиния 1-водного.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ с притертой пробкой помещают 10 см³ раствора хлористого N-цетилпиридиния 1-водного, добавляют 20 см³ хлороформа, 50 см³ буферного раствора, приготовленного по п.7.5.2.3, перемешивают и вносят 0,15 см³ (2-3 капли) раствора бромфенолового синего. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют раствором додецилсульфата натрия при интенсивном перемешивании. При приближении к концу титрования титрант прибавляют порциями по 1 капле (0,05 см³). После добавления каждой порции раствор интенсивно перемешивают и дают ему отстояться. Титрование ведут до появления отчетливой фиолетовой окраски водного слоя, появление которой следует наблюдать на белом фоне, при этом хлороформный слой остается окрашенным в синий цвет.

Поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора додецилсульфата натрия K_1 рассчитывают по формуле

$$K_1 = \frac{m \times 100}{357,99 \times V \times 0,004}, \quad (1)$$

где m – масса навески хлористого N-цетилпиридиния 1-водного в пересчете на 100 %-ное вещество, г;

357,99 – молярная масса хлористого N-цетилпиридиния 1-водного, г/моль;

V – объем раствора додецилсульфата натрия концентрации $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}) = 0,004$ моль/дм³, израсходованный на титрование 10 см³ раствора хлористого N-цетилпиридиния 1-водного, см³;

0,004 – молярная концентрация раствора додецилсульфата натрия, моль/дм³.

7.5.3 Проведение испытания

Навеску испытуемого средства массой 0,4-0,6 г, взятую с точностью до 0,0002 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Во избежание образования пены в колбу медленно приливают по стенке воду, заполняя ее на 0,8–0,9 объема, не встряхивая, перемешивают содержимое колбы, доводят объем полученного раствора водой до метки, прибавляя ее медленно по стенке колбы, и вновь тщательно перемешивают полученный раствор.

10 см³ полученного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 1 см³ аммиака водного, 20 см³ хлороформа, 50 см³ буферного раствора, 0,15 см³ (3 капли) раствора индикатора бромфенолового синего и интенсивно перемешивают содержимое колбы. Титруют раствором додецилсульфата натрия при интенсивном перемешивании. При приближении к концу титрования титрант прибавляют порциями по 0,05 см³ (1 капля), и, после интенсивного перемешивания, дают титруемому раствору отстояться. Титруют до появления отчетливой фиолетовой окраски водного слоя, появление которой следует наблюдать на белом фоне, при этом хлороформный слой остается окрашенным в синий цвет.

7.5.4 Обработка результатов

Массовую долю алкилдиметилбензиламмоний хлорида X_1 в процентах рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \times 0,004 \times K_1 \times M_Y}{m_1}, \quad (2)$$

где V_1 – объем раствора додецилсульфата натрия концентрации $c(C_{12}H_{25}NaO_4S) = 0,004$ моль/дм³, израсходованный на титрование 10 см³ раствора испытуемого средства, см³.

0,004 – концентрация раствора додецилсульфата натрия, моль/дм³;

K_1 – поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора додецилсульфата натрия, рассчитанный по формуле 1;

M_Y – молярная масса алкилдиметилбензиламмоний хлорида (по паспорту изготовителя), г/моль.

m_1 – масса навески испытуемого средства, г.

7.6 Определение массовой доли глутарового альдегида

Массовую долю глутарового альдегида в средстве «Аламинол Плюс» определяют методом газожидкостной хроматографии с использованием внутреннего стандарта. Компоненты в анализируемой пробе разделяются на колонке с неподвижной фазой КБСН-2. Разделенные вещества элюируются из колонки потоком газа-носителя, регистрируются детектором и фиксируются на хроматограмме в виде пиков. Полученная хроматограмма служит основой для качественного и количественного определения компонентов в пробе.

7.6.1 Оборудование, приборы, материалы, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

Хроматограф газовый «Цвет-500М» или аналогичный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Твердый носитель – Полихром-1 с размером частиц 0,25-0,5 мм.

Неподвижная фаза - КБСН-2.

Микрошприц типа МШ-10.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427-75.

Лупа измерительная ЛИ-3-10^x по ГОСТ 25706-83.

Стаканчик СВ-19/9 ГОСТ 25336-82 для взвешивания.

Колба 2-25-2 ГОСТ 1770-74.

Пипетка 2-1-1-10 ГОСТ 29227-91.

Глутаровый альдегид с массовой долей 50% (с точно установленным содержанием основного вещества в соответствии с п.7.8).

Гексанол-1 для хроматографии по ТУ 6-09-06-862-77, х.ч.

Ацетон ч.д.а по ГОСТ 2603-79.

Водород технический по ГОСТ 3022-80, сжатый в баллоне.

Азот газообразный по ГОСТ 9293-74, сжатый в баллоне.

Воздух сжатый сухой, очищенный от пыли и масла.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

7.6.2. Подготовка к испытанию

7.6.2.1. Подготовка хроматографа к работе

Условия хроматографирования:

Насадка колонки – Полихром-1, пропитанный 15 % КБСН-2.

Температура термостата колонки, °С 110.

Температура испарителя, °С 180.

Температура детектора, °С 200.

Расход азота (газа-носителя), см³/мин 30-40.

Расход водорода, см³/мин 25-30.

Расход воздуха, см³/мин 250-300.

Колонку, предварительно промытую и высушенную, заполняют насадкой, помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают током газа-носителя при пониженном расходе до 2/3 от рабочего и при постепенном повышении температуры от 100⁰С до 200⁰С со скоростью нагрева 1-2⁰С/мин. При температуре 200⁰С колонку выдерживают 5-6 ч, после присоединяют к детектору и хроматографируют не менее 5 проб анализируемого средства до получения стабильной нулевой линии.

Включение хроматографа и вывод его на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

7.6.2.2 Определение градуировочного коэффициента

При определении массовой доли глутарового альдегида в качестве внутреннего стандарта используют гексанол-1.

Навеску гексанола-1 массой 2,7-3,3 г, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 5 см³ ацетона, перемешивают, доводят объем раствора ацетоном до метки и вновь перемешивают (раствор гексанола-1).

В стаканчик для взвешивания помещают навеску 50 %-ного раствора глутарового альдегида с известным содержанием (определяют в соответствии с п. 7.8) массой 0,05-0,07 г, взятую с точностью до 0,0002 г, добавляют 3 см³ воды, перемешивают, добавляют пипеткой 2 см³ раствора гексанола-1 и вновь тщательно перемешивают. Аналогичным образом готовят вторую градуировочную смесь глутарового альдегида и гексанола-1.

Полученные градуировочные смеси хроматографируют в условиях, указанных в п. 7.6.2.1, регистрируя не менее трех хроматограмм для каждой смеси. Величину пробы и чувствительность прибора подбирают экспериментально.

Порядок выхода компонентов по относительным временам удерживания следующий: ацетон – ~0,17; гексанол-1 (внутренний стандарт) – ~0,52; глутаровый альдегид – ~1,00. Время удерживания глутарового альдегида составляет 4-6 мин.

Градуировочный коэффициент K_2 вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{S_G \times m_{ГЛ.АЛ} \times 25 \times P_{ГЛ.АЛ}}{S_{ГЛ.АЛ} \times m_G \times 2 \times 100}, \quad (3)$$

где S_G - площадь пика гексанола-1, мм² или мк·В·с;

$S_{ГЛ.АЛ}$ - площадь пика глутарового альдегида, мм² или мк·В·с;

m_G - масса навески гексанола-1, г;

$m_{ГЛ.АЛ.}$ – масса навески используемого раствора глутарового альдегида, г;

$R_{ГЛ.АЛ.}$ – точное содержание глутарового альдегида в растворе, используемом при приготовлении градуировочной смеси, %.

За величину K_2 принимают среднее арифметическое значений, полученных для шести определений (по три определения для каждой из градуировочных смесей). Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата определения не должны превышать 3%. При получении завышенной погрешности объем выборки удваивают.

Значения K_2 подлежат проверке и, при необходимости, корректировке при переходе на другой хроматограф, а также при замене колонки или после ремонта узлов хроматографа, влияющих на чувствительность.

7.6.3 Проведение испытания

В стаканчик для взвешивания помещают навеску средства «Аламинол Плюс» массой 4,5-5,5 г, взятую с точностью до 0,0002 г, добавляют 3 см³ воды, перемешивают, добавляют пипеткой 2,0 см³ раствора гексанола-1, приготовленного по п. 7.6.2.2, и вновь тщательно перемешивают.

Полученный раствор 5 раз хроматографируют в условиях, указанных в п. 7.6.2.1. После каждого ввода пробы испытуемого средства после выхода пиков гексанола-1 и глутарового альдегида поднять температуру колонки до 170⁰С для выхода остальных компонентов.

Величину пробы и чувствительность прибора подбирают экспериментально.

Порядок выхода компонентов раствора по относительным временам удерживания следующий: легколетучие компоненты средства (изопропанол + ацетон) – ~0,17; гексанол-1 (внутренний стандарт) – ~0,52; глутаровый альдегид – 1,00; труднолетучие компоненты средства – >2.

7.6.4 Обработка результатов

Массовую долю глутарового альдегида X_2 в процентах рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{S_{ГЛ.АЛ.} \times K_2 \times m_{Г} \times 2 \times 100}{S_{Г} \times m_2 \times 25}, \quad (4)$$

где $S_{ГЛ.АЛ.}$ - площадь пика глутарового альдегида, мм² или мк·В·с;

$S_{Г}$ - площадь пика гексанола-1, мм² или мк·В·с;

$m_{Г}$ - навеска гексанола-1, г;

m_2 - навеска испытуемого средства, г;

K_2 - градуировочный коэффициент, рассчитанный по формуле 3.

За результат испытания принимают среднее значение пяти параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает 0,15 %.

Предел допускаемого значения ошибки результата измерения составляет ±7% при доверительной вероятности 0,95.

7.7 Определение массовой доли глиоксаля

Массовую долю глиоксаля в средстве «Аламинол Плюс» определяют по разности между суммарной массовой долей альдегидов (в пересчете на глиоксаль) и массовой долей глутарового альдегида (в пересчете на глиоксаль), определенной как указано выше.

7.7.1 Определение массовой доли альдегидов

7.7.1.1 Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

Колбы 2-50-2 и 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Колба Кн – 1-250-24/29 ТС ГОСТ 25336-82.

Бюретка типа 1 по ГОСТ 29252-91 вместимостью 25 см³ и ценой деления 0,1 см³.

Пипетки 2-1-1-10, 2-1-1-25 - по ГОСТ 29227-91.

Цилиндр 1-25-1 ГОСТ 1770-74.

Йод по ГОСТ 545-76; раствор концентрации $c(1/2 I_2) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86; раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3 \times 5 H_2O) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Пиросульфит натрия технический по ГОСТ 11683-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая углекислоты, приготовленная по ГОСТ 4517-87.

7.7.1.2 Приготовление растворов

а) Приготовление раствора пиросульфита натрия

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 2,00 г пиросульфита натрия, прибавляют 50 см³ воды, перемешивают до растворения навески, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор неустойчив, его готовят в день проведения анализа.

б) Приготовление 1,5%-ного раствора додецилсульфата натрия

1,5 г додецилсульфата натрия в пересчете на 100%-ное вещество помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют медленно, не встряхивая, 50 см³ воды, перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески, доводят объем раствора водой до метки, добавляя ее медленно по стенке колбы, и вновь перемешивают раствор.

7.7.1.3 Проведение испытания

Навеску 0,45-0,55 г испытуемого средства, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 1,5%-ный раствор натрия додецилсульфата, приготовленный по п.7.7.1.2б в количестве, рассчитанном по формуле 5, и 25 см³ раствора пиросульфита натрия, приготовленного по п.7.7.1.2а, перемешивают до растворения навески, оставляют на 30 мин, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор «А»).

25 см³ раствора йода концентрации 0,1 моль/дм³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и при перемешивании прибавляют 10 см³ раствора «А». Полученный раствор сразу титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения окраски йода.

Параллельно проводят холостой опыт:

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25 см³ раствора пиросульфита натрия и 1,5%-ный раствор натрия додецилсульфата приготовленный по п.7.7.1.2б в количестве, рассчитанном по формуле 5, оставляют на 30 мин и доводят объем раствора водой до метки (раствор «Б»).

25 см³ раствора йода помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и при перемешивании прибавляют 10 см³ раствора «Б». Полученный раствор тотчас титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения окраски йода.

Необходимый объем 1,5%-ного раствора додецилсульфата натрия V_2 для растворов «А» и «Б» в см³ рассчитывают по формуле

$$V_2 = \frac{m_3 \times X_1 \times 288,39 \times 100}{100 \times M_Y \times 1,5} = \frac{m_3 \times 192,26 \times X_1}{M_Y}, \quad (5)$$

где m_3 - масса навески испытуемого средства, г;

X_1 - массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида в испытуемом средстве в процентах, определенная по п.7.5.4;

288,39 - молярная масса додецилсульфата натрия, г/моль;

M_Y - молярная масса алкилдиметилбензиламмоний хлорида (по паспорту изготовителя), г/моль.

7.7.1.4 Обработка результатов

Суммарную массовую долю альдегидов в пересчете на глиоксаль в испытуемом средстве X_3 в процентах рассчитывают по формуле

$$X_3 = \frac{(V_3 - V_4) \times K_3 \times 50 \times 0,00145 \times 100}{m_3 \times 10} = \frac{0,725 \times (V_3 - V_4) \times K_3}{m_3}, \quad (6)$$

где V_3 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование испытуемого раствора (раствор «А»), см³;

V_4 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование холостого опыта (раствор «Б»), см³;

K_3 – поправочный коэффициент к концентрации раствора тиосульфата натрия концентрации (определяют по ГОСТ 25794.2-83);

0,00145 – масса глиоксаля, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³;

m_3 – масса навески испытуемого средства, г.

Массовую долю глиоксаля в испытуемом средстве X_4 в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = X_3 - \frac{X_2 \times 58,04}{100,11} = X_3 - 0,5797 \times X_2, \quad (7)$$

где X_3 – суммарная массовая доля альдегидов в испытуемом средстве в пересчете на глиоксаль в процентах, определенная по п.7.7.1.3;

X_2 – массовая доля глутарового альдегида в испытуемом средстве в процентах, определенная по п.7.6.4;

58,04 – молярная масса глиоксаля, г/моль;

100,11 – молярная масса глутарового альдегида, г/моль.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Предел допускаемого значения ошибки результата измерения составляет $\pm 7\%$ при доверительной вероятности 0,95.

7.8 Определение массовой доли глутарового альдегида в 50%-ном растворе

7.8.1 Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные высокого (II) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-2001.

Колбы 2-50-2, 2-100-2 – по ГОСТ 1770-74.

Колба Кн – 1-250-24/29 ТС ГОСТ 25336-82.

Бюретка типа 1 по ГОСТ 29252-91 вместимостью 25 см³ и ценой деления 0,1 см³.

Пипетки 2-1-1-10, 2-1-1-25 – по ГОСТ 29227-91.

Цилиндр 1-25-1 ГОСТ 1770-74.

Йод по ГОСТ 545-76, раствор концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2-93.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86; раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Пиросульфит натрия технический по ГОСТ 11683-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая углекислоты, приготовленная по ГОСТ 4517-87.

5.8.2 Проведение испытания

Навеску 0,25-0,35 г раствора глутарового альдегида, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 25 см³ раствора пиросульфита на-

трия, приготовленного по п.7.7.1.2а, перемешивают до растворения навески, оставляют на 30 мин, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор «В»).

В коническую колбу вместимостью 250 см³ при помощи пипетки помещают 25 см³ раствора йода и при перемешивании прибавляют 10 см³ раствора «В». Полученный раствор сразу титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения окраски йода.

Параллельно проводят холостой опыт.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25 см³ раствора пиросульфита натрия, приготовленного по п.7.7.1.2а, оставляют на 30 мин, затем доводят объем раствора в колбе водой до метки, перемешивают (раствор «Г»).

25 см³ раствора йода помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и при перемешивании прибавляют 10 см³ раствора «Г». Полученный раствор титруют сразу раствором тиосульфата натрия до исчезновения окраски йода.

7.8.3 Обработка результатов

Массовую долю глутарового альдегида в растворе X_5 в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_5 - V_6) \times 0,0025 \times K_3 \times 50 \times 100}{m_4 \times 10} = \frac{1,25 \times (V_5 - V_6)}{m_4}, \quad (8)$$

где V_5 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование раствора «В», см³;

V_6 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование раствора «Г», см³;

K_3 – поправочный коэффициент к концентрации раствора тиосульфата натрия (определяют по ГОСТ 25794.2-83);

m_4 – масса навески раствора глутарового альдегида, г;

0,0025 – масса глутарового альдегида, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.