ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57474— 2017

Дезинфектология и дезинфекционная деятельность

ХИМИЧЕСКИЕ ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИЕ СРЕДСТВА И АНТИСЕПТИКИ

Методы определения четвертичных аммониевых соединений

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным учреждением науки «Научно-исследовательский институт дезинфектологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУН НИИ дезинфектологии Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 мая 2017 г. № 443-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Методы отбора проб . . . 2
4 Двухфазное титрование . . . 2
4.1 Двухфазное титрование в щелочной среде с индикатором бромфеноловым синим . . . 2
4.2 Двухфазное титрование в щелочной среде с индикатором метиленовым голубым . . . 3
4.3 Двухфазное титрование в кислой среде с индикатором метиленовым голубым . . . 4
5 Определение алкилдиметилбензиламмоний хлорида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектированием . . . 5
6 Требования безопасности . . . 9
Библиография . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Дезинфектология и дезинфекционная деятельность

ХИМИЧЕСКИЕ ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИЕ СРЕДСТВА И АНТИСЕПТИКИ

Методы определения четвертичных аммониевых соединений

Disinfectology and disinfection activities. Chemical disinfectants and antiseptics.
Methods for determination of quaternary ammonium compounds

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические дезинфицирующие средства и антисептики и устанавливает методы определения четвертичных аммониевых соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаро-, взрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 381-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3996:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Методы отбора проб

3.1 Пробу отбирают в соответствии с технической документацией на испытуемое средство.

3.2 Представительную пробу тщательно перемешивают. Порошки тщательно перетирают в ступке. Для анализа используют дезинфицирующее средство или его водный раствор.

4 Двухфазное титрование

4.1 Двухфазное титрование в щелочной среде с индикатором бромфеноловым синим

4.1.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в двухфазном титровании четвертичных аммониевых соединений раствором додецилсульфата натрия в присутствии щелочного буфера и индикатора бромфенолового синего.

4.1.2 Аппаратура, материалы и реактивы

4.1.2.1 Весы лабораторные общего назначения специального (I) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228.

4.1.2.2 Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

4.1.2.3 Бюретка 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

4.1.2.4 Цилиндры 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.1.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

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

4.1.2.7 Колба Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

4.1.2.8 Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

4.1.2.9 Натрия додецилсульфат с содержанием основного вещества не менее 99 % по номеру CAS 151-21-3, раствор концентрацией 0,004 моль/л.

4.1.2.10 Натрий углекислый по ГОСТ 83.

4.1.2.11 Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

4.1.2.12 Хлороформ высшего сорта по ГОСТ 20015.

4.1.2.13 Бромфеноловый синий водорастворимый по технической документации, раствор с массовой долей 0,1 %.

4.1.2.14 Ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

4.1.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других аппаратов, реактивов и материалов, метрологические и технические характеристики которых обеспечивают необходимую точность измерения.

4.1.3 Подготовка к выполнению определения

4.1.3.1 Подготовка пробы к анализу

Навеску пробы средства, приготовленной по 3.2, содержащую 0,008—0,012 г четвертичного аммониевого соединения, из стаканчика количественно переносят в коническую колбу с помощью 10—15 $см^3$ дистиллированной воды.

4.1.3.2 Приготовление буферного раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 г сернокислого натрия и 7 г углекислого натрия, затем заполняют колбу на 2/3 ее вместимости дистиллированной водой, растворяют получившуюся смесь и доводят объем водой до метки.

4.1.4 Проведение определения

В колбу с пробой средства, приготовленной по 4.1.3.1, последовательно прибавляют 50 см³ буферного раствора, 0,05 см³ раствора индикатора бромфенолового синего и 20 см³ хлороформа и титруют раствором додецилсульфата натрия до окрашивания верхнего водного слоя в бледно-фиолетовый цвет.

4.1.5 Обработка и оформление результатов

Массовую долю четвертичного аммониевого соединения X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,0{,}004\,M\,100}{1000\,m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

m — масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений допускаемого расхождения, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемые суммарные погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Массовая доля четвертичного аммониевого соединения, %	Допускаемая суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений
От 0,1 до 80,0	±2,0 % отн.	1,0 % отн.

4.2 Двухфазное титрование в щелочной среде с индикатором метиленовым голубым

4.2.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в двухфазном титровании четвертичных аммониевых соединений раствором додецилсульфата натрия в щелочной среде с индикатором метиленовым голубым.

4.2.2 Аппаратура, материалы и реактивы

4.2.2.1 Весы лабораторные общего назначения специального (I) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228.

4.2.2.2 Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

4.2.2.3 Бюретка 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

4.2.2.4 Цилиндры 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.2.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

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

4.2.2.7 Колба Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

4.2.2.8 Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

4.2.2.9 Натрия додецилсульфат с содержанием основного вещества не менее 99 % по номеру CAS 151-21-3, раствор концентрацией 0,004 моль/л.

4.2.2.10 Калия гидроксид по ГОСТ 24363.

4.2.2.11 Хлороформ высшего сорта по ГОСТ 20015.

4.2.2.12 Метиленовый голубой по технической документации, раствор с массовой долей 0,1 %.

4.2.2.13 Ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

4.2.2.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других аппаратов, реактивов и материалов, метрологические и технические характеристики которых обеспечивают необходимую точность измерения.

4.2.3 Подготовка к выполнению определения

4.2.3.1 Подготовка пробы к анализу

Навеску пробы средства, приготовленной по 3.2, содержащую 0,008—0,012 г четвертичного аммониевого соединения, из стаканчика количественно переносят в коническую колбу с помощью 10—15 см³ дистиллированной воды.

4.2.4 Проведение определения

В колбу с пробой средства, приготовленной по 4.2.3.1, последовательно прибавляют 30 см³ дистиллированной воды, 0,1 г гидроксида калия, 0,5 см³ раствора индикатора метиленового голубого и

20 см³ хлороформа и титруют раствором додецилсульфата натрия до перехода окраски нижнего хлороформного слоя из розовой в синюю.

4.2.5 Обработка и оформление результатов

Массовую долю четвертичного аммониевого соединения X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,0{,}004\,M\,100}{1000\,m}, \quad (2)$$

где V — объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

m — масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений допускаемого расхождения, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Допускаемые суммарные погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Массовая доля четвертичного аммониевого соединения, %	Допускаемая суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений
От 0,1 до 80,0	±2,0 % отн.	1,0 % отн.

4.3 Двухфазное титрование в кислой среде с индикатором метиленовым голубым

4.3.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в двухфазном титровании четвертичных аммониевых соединений раствором додецилсульфата натрия с образованием комплексного соединения. Конечная точка титрования определяется по появлению в хлороформном слое голубого окрашивания, характерного для додецилсульфата натрия с метиленовым голубым в хлороформе.

4.3.2 Аппаратура, материалы и реактивы

4.3.2.1 Весы лабораторные общего назначения специального (I) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228.

4.3.2.2 Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

4.3.2.3 Бюретка 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

4.3.2.4 Цилиндры 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.3.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

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

4.3.2.7 Колба Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

4.3.2.8 Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

4.3.2.9 Натрия додецилсульфат с содержанием основного вещества не менее 99 % по номеру CAS 151-21-3, раствор концентрацией 0,004 моль/л.

4.3.2.10 Серная кислота по ГОСТ 4204.

4.3.2.11 Хлороформ высшего сорта по ГОСТ 20015.

4.3.2.12 Метиленовый голубой по технической документации, раствор с массовой долей 0,1 %.

4.3.2.13 Ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

4.3.2.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других аппаратов, реактивов и материалов, метрологические и технические характеристики которых обеспечивают необходимую точность измерения.

4.3.3 Подготовка к выполнению определения

4.3.3.1 Подготовка пробы к анализу

Навеску пробы средства, приготовленной по 3.2, содержащую 0,008—0,012 г четвертичного аммониевого соединения, из стаканчика количественно переносят в коническую колбу с помощью 10—15 см³ дистиллированной воды.

4.3.4 Проведение определения

В колбу с пробой средства, приготовленной по 4.3.3.1, последовательно прибавляют 45 см³ дистиллированной воды, 0,15 см³ серной кислоты, 0,5 см³ раствора индикатора метиленового голубого и 20 см³ хлороформа. Образующуюся двухфазную систему титруют раствором додецилсульфата натрия

при интенсивном встряхивании в закрытой колбе до выравнивания голубых окрасок верхнего и нижнего слоев.

4.3.5 Обработка и оформление результатов

Массовую долю четвертичного аммониевого соединения X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,0{,}004\,M\,100}{1000\,m}, \quad (3)$$

где V — объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см^3;

M — молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

m — масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений допускаемого расхождения, указанных в таблице 3.

Таблица 3 — Допускаемые суммарные погрешности результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Массовая доля четвертичного аммониевого соединения, %	Допускаемая суммарная погрешность результата анализа	Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений
От 0,1 до 80,0	±3,0 % отн.	1,0 % отн.

5 Определение алкилдиметилбензиламмоний хлорида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектированием

5.1 Сущность метода

Метод основан на применении высокоэффективной жидкостной хроматографии. Детектирование алкилдиметилбензиламмоний хлорида осуществляют с помощью диодно-матричного детектора.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

5.2.1 Хроматограф жидкостный с автосамплером, диодно-матричным детектором, градиентным насосом для 2-компонентного (или более) градиента со встроенным дегазатором и программно-аппаратным комплексом сбора и обработки данных. Хроматограф должен быть снабжен петлевым дозатором с дозирующей петлей объемом 20 мкл.

5.2.2 Колонка аналитическая с фазой С18, 3 мкм (4,6 × 150 мм). Используемая колонка должна обеспечивать разделение компонентов рецептуры дезинфицирующего средства.

5.2.3 Весы лабораторные общего назначения специального (I) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228.

5.2.4 pH-метр.

5.2.5 Пипетки 1-2-1, 1-2-5, 1-2-10, 1-2-20 по ГОСТ 29169.

5.2.6 Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5 по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные с аналогичным или изменяемым объемом доз с относительной погрешностью дозирования ±1 %.

5.2.7 Колбы мерные с одной отметкой вместимостью: 25, 50, 100, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

5.2.8 Цилиндры мерные вместимостью: 10, 100, 250 см^3 по ГОСТ 1770.

5.2.9 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336, в том числе емкости для проб вместимостью 1—10 см^3.

5.2.10 Вода для лабораторного анализа первой степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

5.2.11 Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 (30 × 50).

5.2.12 Алкилдиметилбензиламмоний хлорид [European Pharmacopoeia (EP) Reference Standard по номеру CAS 63449-41-2].

5.2.13 Ацетонитрил для ВЭЖХ по CAS 75-05-8.

5.2.14 Ацетат аммония для ВЭЖХ по CAS 631-61-8.

5.2.15 Уксусная кислота для ВЭЖХ по CAS 64-19-7.

5.2.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других аппаратов, реактивов и материалов, метрологические и технические характеристики которых обеспечивают необходимую точность измерения.

5.3 Подготовка к выполнению определения

5.3.1 Приготовление 0,1 М раствора ацетата аммония с pH 5,4

7,7 г ацетата аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят деминерализованной водой до метки, затем переливают раствор в стакан вместимостью 2 дм^3 и доводят значение pH до 5,4 уксусной кислотой.

Полученный раствор хранят не более 30 дней.

5.3.2 Приготовление градуировочных растворов алкилдиметилбензиламмоний хлорида

Для построения градуировочной кривой готовят растворы алкилдиметилбензиламмоний хлорида в воде концентрацией: 0,01; 0,03; 00,5; 0,07; 0,1; 0,2 г/л. Градуировочные растворы готовят непосредственно перед проведением измерений.

5.3.3 Подготовка пробы

Навеску средства, содержащую 0,005—0,010 г алкилдиметилбензиламмоний хлорида, взятую с точностью до четвертого десятичного знака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой объем до метки.

5.4 Проведение определения

5.4.1 Общие условия определения

Измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха — (25 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (97 ± 10) кПа;
- относительная влажность — (65 ± 15) %;
- частота переменного тока — (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети — (220 ± 10) В.

5.4.2 Условия хроматографического анализа

Колонка аналитическая по 5.2.2. Перед проведением анализа, колонку следует промыть ацетонитрилом.

Элюент А: ацетонитрил.

Элюент Б: ацетатный буфер с pH 5,4 по 5.3.1.

Анализ проводят при градиентном смешении элюентов (см. таблицу 4).

Таблица 4 — Градиентное смешение элюентов

№ п/п	Время анализа, мин	Поток, мл/мин	%
1	0,000	1,000	75,0
2	0,000	1,000	75,0
3	13,890	1,000	20,0
4	21,000	1,000	20,0
5	21,000	0,020	20,0

Качество хроматографического разделения признают удовлетворительным, если коэффициент разделения соседних пиков составляет не менее 1,3.

Примечание — Для достижения указанного разделения пиков условия анализа могут быть изменены. При невозможности достижения требуемого качества разделения проводят испытания других хроматографических колонок аналогичным образом.

Температура колонки составляет 30 °С или согласно инструкции по эксплуатации на аналитическую колонку.

Детектирование алкилдиметилбензиламмоний хлорида проводят при длине волны λ = 264 нм.

Скорость подачи элюента: 1,0 см^3/мин.

Объем вводимой пробы: 10 мкл.

Время удерживания алкилдиметилбензиламмоний хлорида: примерно 8,88 и 10,59 мин.

Общее время анализа: 21 мин.

5.4.3 Построение градуировочного графика

Проводят хроматографический анализ всех градуировочных растворов алкилдиметилбензиламмоний хлорида, указанных в 5.3.2. Регистрируют площади пиков и строят градуировочный график зависимости площади пика от массовой концентрации (массовой доли) алкилдиметилбензиламмоний хлорида в градуировочном растворе.

Построение градуировочного графика проводят в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством программным обеспечением пользователя.

Градуировочную зависимость выражают линейным уравнением

$$y = kx. \quad (4)$$

Правильность построения градуировочной зависимости контролируют значением коэффициента корреляции R^2, который характеризует уровень аппроксимации: $R^2 \geq 0{,}997$.

Из уравнения (4) следует, что площадь пиков стандартных растворов S (ед. площади) и их массовая концентрация или массовая доля $c(X)$, мг/дм^3, находятся в соответствующей функциональной зависимости:

$$c(X) = \frac{S}{k}, \quad (5)$$

где k — градуировочный коэффициент, [мг/дм^3/ед. площади]$^{-1}$, определяемый по следующей формуле:

$$k = \frac{\sum (S_i \cdot c_i)}{\sum c_i^2}, \quad (6)$$

где S_i — площадь пика при анализе i-го стандартного раствора, ед. площади;

$c_i(X_i)$ — массовая концентрация или массовая доля алкилдиметилбензиламмоний хлорида при анализе i-го стандартного раствора, мг/дм^3.

Градуировочную зависимость повторно определяют при замене оборудования, колонок, изменении условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствия метрологическим требованиям результатов оперативного контроля или внутреннего аудита.

5.4.4 Проведение испытания

Раствор средства, приготовленный по 5.3.3, хроматографируют не менее пяти раз в условиях по 5.3.4 и определяют среднее значение площади пика анализируемого (S_{an}) раствора.

5.5 Обработка и оформление результатов

Массовую концентрацию или массовую долю алкилдиметилбензиламмоний хлорида рассчитывают по градуировочной зависимости с учетом степени разбавления пробы. Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Расхождение между двумя параллельными определениями, выполненными в условиях повторяемости, не должно превышать предела повторяемости r, приведенного в таблице 5, при вероятности $P = 0{,}95$.

Таблица 5 — Основные метрологические характеристики метода определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида (расчет значений по рекомендации [1])

Наименование	Показатель повторяемости $S_{r\,отн}$, %	Показатель воспроизводимости $S_{R\,отн}$, %	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности ($P = 0{,}95$) $\pm\,\delta$, %
Алкилдиметилбензиламмоний хлорид	3	5	8	14	10

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{ср}$, округленное до второго десятичного знака.

Границы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида $\pm\,\delta$(%) при соблюдении условий, регламентированных настоящим методом, при вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Окончательный результат определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида представляют в следующем виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \quad (7)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида, выполненных в условиях повторяемости, мг/дм^3;

Δ — значение границы абсолютной погрешности определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида, мг/дм^3, рассчитанное по формуле

$$\Delta = \frac{\delta X_{ср}}{100}. \quad (8)$$

5.6 Контроль точности результатов определения

5.6.1 Контроль повторяемости

Контроль повторяемости результатов измерений массовых концентраций или массовых долей алкилдиметилбензиламмоний хлорида проводят при получении каждого результата определения путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, с пределом повторяемости, приведенным в таблице 5.

Повторяемость результатов признают удовлетворительной при условии

$$|X_1 - X_2| \le 001\ r_{отн} X_{ср}, \quad (9)$$

где $r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицу 5).

При превышении предела повторяемости определение повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, их устраняют и определение повторяют.

5.6.2 Контроль воспроизводимости результатов определения

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых определений, которые получены в условиях воспроизводимости (одна и та же методика, идентичный объект испытания, разные лаборатории, разные операторы, разное оборудование), не должно превышать предела воспроизводимости, приведенного в таблице 5. При превышении указанного предела воспроизводимости контрольное определение повторяют. При повторном превышении указанного предела воспроизводимости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

5.6.3 Контроль погрешности (точности) результатов определения

Контроль погрешности (точности) результатов определения осуществляют методом добавок с использованием проб, объем или масса которых должны соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения измерений. Пробу делят на две равные части. В одну из них добавляют градуировочный стандарт алкилдиметилбензиламмоний хлорида в таких количествах, чтобы добавка составляла 50 %—150 % исходного содержания алкилдиметилбензиламмоний хлорида в пробе, но не превышала верхней границы диапазона определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида с учетом границ погрешности определения (см. таблицу 5). Обе части пробы подвергают измерениям в точном соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Результаты контрольных определений признают удовлетворительными, если погрешность определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида в добавке не превышает норматива оперативного контроля погрешности (точности), т. е. выполняется условие

$$|X_{доб} - X_{ср} - c_{доб}| \le K_{доб}, \quad (10)$$

где $X_{доб}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида в пробе без внесения добавки, мг/дм^3

$c_{доб}$ — значение добавки алкилдиметилбензиламмоний хлорида, мг/дм^3;

$K_{доб}$ — норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм^3.

При проведении внутрилабораторного контроля значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = 0{,}84 \frac{\delta}{100} \sqrt{X_{доб}^2 + X_{ср}^2}. \quad (11)$$

При проведении внешнего контроля значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = \frac{\delta}{100}\sqrt{X^2_{доб} - X^2_{ср}}, \quad (12)$$

где δ — границы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида, указанные в таблице 5.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности проводят повторные контрольные измерения. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля погрешности (точности) устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ, при замене оборудования, колонок, реактивов, изменении условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствия метрологическим требованиям результатов оперативного контроля или внутреннего аудита.

6 Требования безопасности

6.1 Условия безопасного проведения работ

При работе с химическими реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. При подготовке проб к анализу и выполнении измерений соблюдают правила пожаро-, взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, по электробезопасности — по ГОСТ Р 12.1.019.

6.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускают инженера-химика, техника или лаборанта, имеющих высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и владеющих навыками хроматографии и титриметрии.

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

УДК 637.132.4:715.478:658.513:006.354 ОКС 11.080

Ключевые слова: дезинфектология, дезинфекционная деятельность, химические дезинфицирующие средства, четвертичные аммониевые соединения, методы определения

БЗ 6—2017/79

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 31.05.2017. Подписано в печать 06.06.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд. л. 1,69. Тираж 28 экз. Зак. 936.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru