

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ИЛЦ ГУП МГЦД

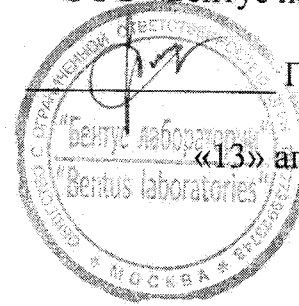


Д.А. Орехов

«13» апреля 2015 г.

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ООО «Бентус лаборатории»



Г.Р. Симонян

«13» апреля 2015 г.

ИНСТРУКЦИЯ № 20/15

по применению средства дезинфицирующего «Стеллариум» («Stellarium»)

(ООО «Бентус лаборатории», Россия)

Москва, 2015

ИНСТРУКЦИЯ № 20/15 от 13.04.2015г.
по применению дезинфицирующего средства «Стеллариум» («Stellarium»)

Инструкция разработана:

Испытательным лабораторным центром ГУП «Московский городской центр дезинфекции» (ИЛЦ ГУП МГЦД), Испытательным лабораторным центром ФГБУ «НИИ полиомиелита и вирусных энцефалитов им. Чумакова», ООО «Бентус лаборатории».

Авторы: Сергеюк Н.П., Муляшов С.А., Добрынин В.П. (ГУП МГЦД), Носик Д.Н., Носик Н.Н., П.Г. Дерябин (ФГБУ «НИИ полиомиелита и вирусных энцефалитов им. Чумакова»), Симонян Г.Р. (ООО «Бентус лаборатории»).

Инструкция предназначена для персонала медицинских, лечебно-профилактических организаций, учреждений (ЛПО/ЛПУ) любого профиля (хирургические, терапевтические, акушерско-гинекологические, детские, стоматологические, офтальмологические, физиотерапевтические и др. отделения); персонала амбулаторий, поликлиник, клинических, биохимических, серологических и других профильных диагностических лабораторий различных подчинений, на станциях скорой и неотложной Медицинской помощи, на санитарном транспорте; для персонала донорских пунктов и пунктов переливания крови, медико-санитарных частей на предприятиях химико-фармацевтической и биотехнологической промышленности, в зонах чрезвычайных ситуаций; для медицинского персонала и личного состава вооруженных сил Министерства обороны, войск МВД и формирований ГО, органов ФСБ, МЧС, ФСИН; для медицинского персонала объектов социального обеспечения (спортивно-оздоровительных, санаторно-курортных, учреждений культуры и отдыха, а так же пенитенциарных учреждений), на объектах коммунального хозяйства, общественного транспорта; для персонала на предприятиях пищевой, пищеперерабатывающей промышленности и предприятиях общественного питания; для персонала рынков, предприятий торговли, для работников дезинфекционных станций и других учреждений, имеющих право заниматься дезинфекционной деятельностью.

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. Средство дезинфицирующее «Стеллариум» («Stellarium») (далее - средство) представляет собой готовую к применению прозрачную бесцветную или окрашенную в цвет применяемого красителя жидкость со специфическим запахом спирта и применяемой отдушки. В качестве действующих веществ содержит пропанол-2 (изопропиловый спирт) 45,0%, пропанол-1 (н-пропиловый спирт) 30%, ЧАС 0,2% (алкилдиметилбензиламмоний хлорид 0,1% и алкилдиметилэтилбензиламмоний хлорид 0,1%), а также коллоидное серебро 0,005 % и др. технологические и функциональные добавки.

1.2. Средство обладает антимикробной активностью в отношении грамположительных (включая микобактерии туберкулеза – *тестировано на Mycobacterium terrae*) и грамотрицательных бактерий, вирусов (включая вирусы энтеральных и парентеральных гепатитов (в т.ч. гепатита А, В, С и D), ВИЧ-инфекции, полиомиелита тип I, аденовирусов, вирусов «атипичной пневмонии» (SARS), «птичьего» гриппа H5N1, «свиного» гриппа H1N1, гриппа человека, герпеса), грибов рода Кандида и Трихофитон.

1.3. Средство «Стеллариум» («Stellarium») по параметрам острой токсичности при введении в желудок и нанесении на кожу, согласно ГОСТ 12.1.007-76, относится к 4 классу мало опасных веществ, при введении в брюшину к 4 классу мало токсичных веществ по классификации К.К.Сидорова. Местно-раздражающие, кожно-резорбтивные и сенсibilизирующие свойства у средства не выражены. Средство обладает раздражающим действием на слизистые оболочки глаза. При ингаляционном воздействии паров средства в насыщающих концентрациях отнесено ко 2 классу высоко опасных дезинфицирующих средств по степени летучести, а по зоне острого токсического действия в (режиме применения – способ протирания) средство в виде паров относится к 4 классу мало опасных соединений.

ПДК в воздухе рабочей зоны:

- для пропанола-1 - 10 мг/м³ (пары, 3 класс опасности);
- для пропанола-2 - 10 мг/м³ (пары, 3 класс опасности);
- для алкилдиметилбензиламмоний хлорида - 1,0 мг/м³ (аэрозоль, 2 класс опасности);

1.4. Средство дезинфицирующее предназначено для:

- гигиенической обработки рук медицинского персонала в лечебно - профилактических учреждениях любого профиля, персонала на санитарном транспорте; на станциях скорой медицинской помощи, донорских пунктах и пунктах переливания крови, в медико-санитарных частях силовых ведомств, в зонах чрезвычайных ситуаций;

- гигиенической обработки рук медицинского персонала стоматологических клиник и отделений;

- гигиенической обработки рук работников лабораторий (бактериологических, вирусологических, иммунологических, клинических и др.), аптек и аптечных заведений;

- гигиенической обработки рук медицинских работников детских, дошкольных и школьных учреждений, а так же учреждений соцобеспечения (дома престарелых, инвалидов, хосписов и др.), санаторно-курортных учреждений, пенитенциарных учреждений;

- гигиенической обработки рук работников парфюмерно-косметических, химико-фармацевтических, биотехнологических и микробиологических предприятий, предприятий пищевой (молочной, мясной и пр.) и пищеперерабатывающей промышленности, общественного питания, промышленных рынков, торговли (в том числе кассиров и других лиц, работающих с денежными купюрами), на предприятиях и объектах коммунально-бытового назначения (косметических и СПА-салонов, парикмахерских, гостиниц, общежития и пр.), учреждениях культуры, спорта и отдыха;

- гигиенической обработки рук медицинского персонала и личного состава вооруженных сил Министерства обороны, войск МВД и формирований ГО, органов ФСБ, МЧС, ФСИН;

- обработки рук хирургов, операционных медицинских сестер, акушерок и других лиц, участвующих в проведении операций в лечебно-профилактических учреждениях (в т.ч. хирургических, акушерско-гинекологических отделениях), а также в медицинских учреждениях в составе вооруженных сил Министерства обороны, войск МВД и формирований ГО, органов ФСБ, МЧС, ФСИН, и др.;

- обработки кожи операционного и инъекционного полей пациентов в лечебно-профилактических учреждениях, в машинах скорой медицинской помощи, в зонах чрезвычайных ситуаций, в том числе в военно-полевых условиях;

- обработки кожи перед введением катетеров и пункцией суставов;

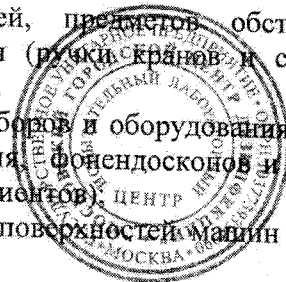
- обработки локтевых сгибов доноров на станциях переливания крови и др.;

- обеззараживания перчаток (из хлоропренового каучука, латекса, неопрена, нитрила и др. материалов, устойчивых к воздействию химических веществ), надетых на руки медицинского персонала, в том числе работников микробиологических лабораторий, а также работников предприятий, выпускающих стерильную продукцию, при бактериальных (включая туберкулез), вирусных и грибковых (включая кандидозы, дерматофитии) инфекциях, в том числе в случае попадания на перчатки инфекционного материала; для удаления биологических загрязнений (кровь и др.) с поверхности перчаток медицинских работников перед их снятием, дезинфекцией и последующей утилизацией;

- дезинфекции небольших по площади поверхностей, предметов обстановки, устойчивых к спиртам, санитарно-технического оборудования (ручки кранов и сливных бачков, сиденья унитазов, туалетные полочки, тумбочки, столики);

- дезинфекции наружных поверхностей медицинских приборов и оборудования (в том числе датчиков УЗИ и ЭКГ, физиотерапевтического оборудования, фонендоскопов и т.п., не контактирующих непосредственно со слизистыми оболочками пациентов);

- дезинфекции наружных поверхностей оборудования и поверхностей машин скорой помощи и санитарного транспорта;



- дезинфекции ковриков из резин и полимерных материалов;
- профилактической обработки ступней ног, в том числе после посещения объектов спортивно-оздоровительного профиля (бассейны, бани, сауны, фитнес центры).
- для применения населением в быту в соответствии с этикеткой для быта.

2. ПРИМЕНЕНИЕ СРЕДСТВА

2.1. Гигиеническая обработка рук: на сухие кисти руки (без предварительного мытья) наносят не менее 3 мл средства и втирают его в кожу до высыхания, но не менее 30 сек, обращая внимание на тщательность обработки кожи рук между пальцами и кончиков пальцев.

Для профилактики туберкулеза и вирусных инфекций, обработку проводят дважды, общее время обработки не менее 1 мин.

2.2. Обработка рук хирургов, операционных медицинских сестер, акушерок и других лиц, участвующих в проведении операций: перед применением средства кисти рук и предплечья в течение двух минут моют теплой проточной водой и туалетным мылом (твердым или жидким), а затем высушивают стерильной марлевой салфеткой. Затем на сухие кисти рук наносят 3 мл средства и втирают его в кожу рук, предплечий, в течение 2,5 мин, после чего снова наносят 3 мл средства на кисти рук и втирают его в кожу обеих кистей рук и предплечий в течение 2,5 мин как описано выше. Общее время обработки составляет 5 мин.

Стерильные перчатки надевают на руки после полного высыхания средства.

Средство обладает пролонгированным действием в течение 3 часов.

2.3. Обработка операционного поля, том числе перед введением катетеров и пункцией суставов: кожу двукратно протирают отдельными стерильными марлевыми тампонами или стерильными салфетками из нетканого материала, обильно смоченными средством. Время выдержки после окончания обработки 2 минуты. Накануне операции больной принимает душ (ванну), меняет белье.

2.4. Обработка инъекционного поля: кожу протирают стерильным ватным тампоном или стерильными салфетками из нетканого материала, обильно смоченным средством. Время выдержки после окончания обработки – не менее 1 мин.

2.5. Обработка локтевых сгибов доноров: кожу двукратно протирают стерильным ватным тампоном или стерильными салфетками из нетканого материала, обильно смоченным средством. Время выдержки после окончания обработки 2 мин.

2.6. Профилактическая обработка ступней ног: обильно смочить ватный тампон или салфетку из нетканого материала, тщательно обработать каждую ступню разными ватными тампонами или салфетками, смоченными средством.

2.7. Обработка перчаток, надетых на руки персонала: для обеззараживания поверхности перчаток в сжатую ладонь руки в перчатке наносят 2,5 мл средства. Затем в течение 15 секунд протирают этой порцией средства поверхность перчаток обеих рук, совершая движения рук, которые выполняют при обработке кожи рук антисептиком. После этого такую же операцию проводят, нанося 2,5 мл раствора на ладонь второй руки в перчатке. Общее время обработки – 30 сек. Время дезинфекционной выдержки – 5 мин. При загрязнении перчаток выделениями, кровью и т.п. во избежание загрязнения рук в процессе их снятия, необходимо снять загрязнения ватным тампоном, обильно смоченным средством, а затем провести обработку перчаток как указано выше.

После обработки средством перчатки необходимо снять с рук и направить на утилизацию, а затем провести гигиеническую обработку рук средством.

2.8. Дезинфекция резиновых, пластиковых и полипропиленовых ковриков: протереть ветошью, обильно смоченной средством. Время дезинфекционной выдержки 5 мин. Дать высохнуть.

2.9. Дезинфекция небольших по площади поверхностей в помещениях, предметов обстановки, наружных поверхностей приборов, аппаратов, наружных поверхностей медицинского оборудования, на санитарном транспорте проводится способом протирания. Норма расхода средства – 100 мл/м² обрабатываемой поверхности. Максимально допустимая

для обработки площадь должна составлять не более 1/10 от общей площади помещения.

Дезинфекцию проводят по режимам таблицы 1.

2.10. Небольшие поверхности в помещениях, предметы обстановки, наружные поверхности санитарно-технического оборудования (ручки кранов и сливных бачков, сиденья унитазов, туалетные полочки, тумбочки, столики): протирают салфетками из нетканого материала или ветошью, обильно смоченной средством.

2.11. Наружные поверхности медицинских приборов и оборудования, в том числе датчики УЗИ и ЭКГ, физиотерапевтическое оборудование, фонендоскопы и т.п., не контактирующие непосредственно со слизистыми оболочками пациентов (включая указанное оборудование на санитарном транспорте): протирают салфетками из нетканого материала или марлевыми тампонами, обильно смоченными средством.

Средство не рекомендуется применять для обработки поверхностей, покрытых лаком, красками, поверхностей из акрилового стекла и других материалов, не устойчивых к воздействию спирта. Перед применением рекомендуется проверить действие средства на небольшом малозаметном участке поверхности.

Средство быстро высыхает, не оставляя следов на поверхностях. При необходимости (при обработке вертикальных поверхностей и др.) после дезинфекционной выдержки остатки средства удаляют салфетками или ветошью.

Таблица 1

Режимы дезинфекции поверхностей из различных материалов дезинфицирующим средством «Стелларимум» («Stellarium»)

Объект обеззараживания	Вид инфекции	Время обеззараживания, мин	Способ обеззараживания
Небольшие по площади поверхности в помещениях, на санитарном транспорте, предметы обстановки, наружные поверхности медицинских приборов, оборудования	Бактериальные (кроме туберкулеза), кандидозы	3	Протирание
	Вирусные	2	Двукратное протирание с интервалом 2 мин
	Дерматофитии	5	Протирание
	Туберкулез (тестировано на M. terrae)	10	Двукратное протирание с интервалом 5 мин
Санитарно-техническое оборудование (ручки кранов и сливных бачков, сиденья унитазов, туалетные полочки, тумбочки, столики)	Бактериальные (кроме туберкулеза), кандидозы	5	Протирание
	Дерматофитии	10	Двукратное протирание с интервалом 5 мин
	Туберкулез (тестировано на M. terrae)	15	Двукратное протирание с интервалом 5 мин

3. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ

- 3.1. Использовать только по назначению для наружного применения.
- 3.2. Избегать попадания средства в глаза, органы дыхания!
- 3.3. Не обрабатывать поверхности объектов, портящиеся от воздействия спиртов.



3.4. Обработку небольших по площади поверхностей способом протирания в норме расхода можно проводить без средств защиты органов дыхания и в присутствии пациентов (больных). При превышении нормы расхода рекомендуется использовать универсальные респираторы марки РУ-60М или РПГ-67 с патроном марки А и защитные очки, а обработку проводить в отсутствие пациентов.

3.5. Средство огнеопасно! Не допускать контакта с открытым пламенем и включенными нагревательными приборами. Не курить!

3.6. Хранить средство следует в местах, недоступных для детей, отдельно от пищевых продуктов и лекарственных средств.

3.7. По истечении срока годности использование средства запрещается.

4. МЕРЫ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ

4.1. При случайном попадании средства в глаза их следует обильно промыть проточной водой и закапать 1-2 капли 30% раствора сульфацила натрия.

4.2. При случайном попадании средства в желудок промыть желудок большим количеством воды, вызывая рвоту. Затем принять адсорбенты: активированный уголь (10-12 измельченных таблеток), жженую магнезию (1-2 столовые ложки на стакан воды). При необходимости обратиться к врачу.

4.3. При появлении признаков раздражения органов дыхания следует прекратить работу со средством, пострадавшего немедленно вывести на свежий воздух или в другое помещение, а помещение проветрить. Дать теплое питье. Рот и носоглотку прополоскать водой. При необходимости обратиться к врачу.

5. УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Средство выпускают в полимерных флаконах вместимостью от 7 мл до 1 л, а также в полимерных канистрах вместимостью от 2л до 20л.

5.2. Средство транспортируют наземным и водным транспортом в соответствии с правилами перевозки легковоспламеняющихся жидкостей, содержащих изопропиловый спирт, действующими на данном виде транспорта и гарантирующими сохранность средства и тары.

5.3. Средство хранят в крытых вентилируемых складских помещениях в плотно закрытой упаковке производителя, в соответствии с правилами хранения легковоспламеняющихся жидкостей, отдельно от лекарственных средств и пищевых продуктов, в местах, недоступных для детей, при температуре от минус 5°C до плюс 35°C, вдали от нагревательных приборов (не менее 1 м), открытого огня и прямых солнечных лучей. Допускается временное хранение (до 1 месяца) и транспортирование средства при более низких температурах в невскрытой упаковке производителя.

5.4. При случайной утечке большого количества средства засыпать его песком или землей (не использовать горючие материалы, например, опилки, стружку) собрать в емкость с крышкой для последующей утилизации. Остаток смыть большим количеством воды.

При уборке разлившегося продукта следует использовать индивидуальную защитную одежду, сапоги, перчатки резиновые или из полиэтилена; для защиты органов дыхания - универсальные респираторы типа РПГ-67 или РУ-60М с патроном марки А или промышленный противогаз.

5.5. Меры защиты окружающей среды: не допускать попадания неразбавленного продукта в канализацию, сточные/поверхностные или подземные воды.

5.6. Срок годности средства 3 года с даты изготовления, при соблюдении условий хранения в невскрытой упаковке производителя.



6. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

6.1. По показателям качества средство дезинфицирующее «Стеллариум» («Stellarium»), выпускаемое по ТУ 9392-020-70297148-2013, должно соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2. Показатели качества дезинфицирующего средства «Стеллариум» («Stellarium»).

№ п/п	Наименование показателей	Нормы
1.	Внешний вид	Однородная прозрачная жидкость
2.	Цвет	В зависимости от цвета применяемого красителя
3.	Запах	Специфический запах спирта и применяемой отдушки
4.	Массовая доля ЧАС (алкилдиметилбензиламмоний хлорида и алкилдиметилэтилбензиламмоний хлорида, суммарно) %	0,2±0,02
5.	Массовая доля 2-пропанол, %	45,0 ± 1,0
6.	Массовая доля 1-пропанол, %	30,0 ± 1,0
7.	Качественная реакция на наличие коллоидного серебра	Присутствие

6.2. Определение внешнего вида, цвета и запаха

Внешний вид и цвет средства определяют визуально. Для этого в пробирку из бесцветного стекла с внутренним диаметром 30-32 мм наливают средство до половины и рассматривают в проходящем свете. Пробирку устанавливают на лист белой бумаги.

Запах оценивают органолептическим методом.

6.3. Определение массовой доли четвертичных аммониевых соединений (суммарно).

6.3.1. Оборудование, материалы, реактивы

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

Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251-91.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Колба Кн-1-50- по ГОСТ 25336-82 со шлифованной пробкой.

Пипетки 4(5)-1-1, 2-1-5 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндры 1-25, 1-50, 1-100 по ГОСТ 1770-74.

Додецилсульфат натрия по ТУ 6-09-64-75.

Цетилпиридиний хлорид 1-водный с содержанием основного вещества не менее 99,0% производства фирмы «Мерк» (Германия) или реактив аналогичной квалификации.

Растворяют 0,179 г реактива в 100 см³ воды, получают 0,005 н. раствор цетилпиридиния хлорида (раствор готовят в мерной колбе вместимостью 100 см³).

Индикатор Эозин-метиленовый синий (по Май-Грюнвальду), ч. ту МЭ 34-51.

Хлороформ по ГОСТ 20015-88.

Карбонатно-сульфатный буферный раствор с pH 11 готовят растворением 100 г сульфата натрия ГОСТ 4166, хч., и 10 г карбоната натрия ГОСТ 83-79, хч., в 1 дм³ воды.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

6.3.2. Подготовка к анализу

Приготовление 0,005 н. водного раствора додецилсульфата натрия: 0,150 г



додецилсульфата натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ с доведением объема воды до метки.

Приготовление сухой индикаторной смеси

Индикатор Эозин-метиленовый синий смешивают с хлоридом калия ГОСТ 4234 в отношении 1:100 и тщательно растирают в фарфоровой ступке. Хранят сухую индикаторную смесь в бюксе с притертой крышечкой в течение года.

Определение поправочного коэффициента раствора додецилсульфата натрия

Поправочный коэффициент определяют двухфазным титрованием раствора цетилпиридиний хлорида 0,005 н. раствором додецилсульфата натрия.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают 10 см³ раствора цетилпиридиний хлорида, приливают 10 см³ хлороформа, вносят 30-50 мг сухой индикаторной смеси и приливают 5 см³ буферного раствора. Закрывают колбу пробкой и встряхивают раствор. Титруют раствор цетилпиридиния раствором додецилсульфата натрия. После добавления очередной порции титранта раствор в колбе встряхивают. Титрование прекращают в момент перехода розовой окраски слоя хлороформа в синюю. Рассчитывают значение поправочного коэффициента К раствора додецилсульфата натрия:

$$K = V_{\text{ш}} / V_{\text{дс}}$$

Где: $V_{\text{ш}}$ – объем раствора 0,005 н. (10 см³),

$V_{\text{дс}}$ – объем раствора додецилсульфата натрия, затраченный на титрование, см³.

6.3.3. Выполнение анализа

Навеску анализируемого средства массой от 0,15 до 0,20 г, взятую с точностью до 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки 100 см³

В коническую колбу, либо в цилиндр с притертой пробкой вносят 10 см³ полученного раствора, прибавляют 10 см³ хлороформа, 30-50 мг сухой индикаторной смеси и приливают 5 см³ буферного раствора. Полученную двухфазную систему титруют раствором додецилсульфата натрия. Добавляют порции титранта и раствор в колбе встряхивают. Титрование прекращают в момент перехода розовой окраски нижнего хлороформного слоя в синюю.

6.3.4. Обработка результатов измерений

Массовую долю четвертичных аммониевых соединений (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0,00179 \times V \times K \times V_1}{m \times V_2}$$

где 0,00179 - масса четвертичных аммониевых соединений, соответствующая 1 см³ раствора додецилсульфата натрия концентрации точно С ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) = 0,005 моль/дм³ (0,005 н.), г;

V - объем раствора додецилсульфата натрия концентрации С ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) = 0,005 моль/дм³ (0,005 н.), пошедший на титрование, см³;

K - поправочный коэффициент раствора додецилсульфата натрия концентрации С ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) = 0,005 моль/дм³ (0,005 н.);

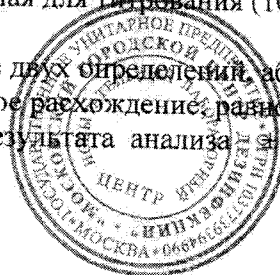
V_1 - объем, в котором растворена навеска средства (100 см³);

V_2 - аликвотная часть анализируемого раствора, отобранная для титрования (10 см³)

m - масса анализируемой пробы, г;

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допустимое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 3% при доверительной вероятности 0,95.



6.4. Определение массовой доли пропанола-1 и пропанола-2

Методика измерения массовой доли пропанола-1 и пропанола-2 основана на методе капиллярной газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием, изотермическим хроматографированием раствора пробы и количественной оценке методом внутреннего стандарта.

6.4.1. Оборудование, материалы, реактивы:

- аналитический газовый хроматограф, снабженный пламенно-ионизационным детектором, капиллярной колонкой, компьютерной системой сбора и обработки хроматографических данных;

- хроматографическая колонка длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, покрытая Карбоваксом 400 с толщиной слоя 0,2 мкм;

- весы лабораторные общего назначения 2 класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.;

- микрошприц вместимостью 1 мкл.;

- Колба коническая КН-1-250-29/32 по ГОСТ 25336-82;

- Колбы мерные 1-25-1 по ГОСТ 1770-74;

- Пропанол-1 для хроматографии по ТУ 6-09-783-76;

- Пропанол-2 для хроматографии по ТУ 6-09-4522-77;

- Ацетонитрил ЧДА (чистый для анализа) ТУ 6-09-5497-91;

- Вода дистиллированная по 6709-72;

- Азот газообразный особой чистоты, 1 сорт, по ГОСТ 9293-74;

- Водород газообразный по ГОСТ 3022-80;

- Сжатый воздух, в баллоне или от компрессора.

6.4.2. Приготовление основного градуированного раствора.

В колбу вместимостью 250 см³ помещают 30,2 г пропанола-1, 45,1 г пропанола-2 и 24,7 г воды, взвешенных с точностью до 0,0002 г, и тщательно перемешивают.

Приготовление рабочего градуировочного раствора с внутренним стандартом:

В колбу вместимостью 25 см³ помещают 6 г ацетонитрила в качестве внутреннего стандарта, взвешенного с точностью до 0,0002 г, добавляют до метки основной градуировочный раствор и определяют точную массу рабочего градуировочного раствора. После перемешивания рабочий градуировочный раствор хроматографируют. Из полученных хроматограмм определяют площадь хроматографического пика ацетонитрила и определяемых спиртов в рабочем градуировочном растворе.

Условия измерений:

- газ-носитель: азот (или гелий);

- давление на входе колонки 2,1 бар;

- температура колонки 60 °С; испарителя 250 °С; детектора 270 °С;

- объем вводимой дозы 0,2 мкл.

- примерное время удерживания: 2-пропанол - 5,9 мин., ацетонитрил - 6,6 мин., 1-пропанол - 8,1 мин.

Чувствительность хроматографа подбирают таким образом, чтобы высота хроматографических пиков составляла 80-90 % полной шкалы.

6.4.3. Выполнение измерений.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 6 г ацетонитрила в качестве внутреннего стандарта, взвешенного с точностью до 0,0002 г, добавляют до метки испытуемый образец и определяют точную массу анализируемого раствора. После перемешивания раствор хроматографируют. Из полученных хроматограмм определяют площадь хроматографического пика ацетонитрила и каждого из определяемых спиртов.

6.4.4. Обработка результатов измерений.

Вычисляют относительный градуировочный коэффициент K для каждого из определяемых спиртов по формуле:



$$K_i = \frac{M_i \times S_{\text{вн.ст.}}}{S_i \times M_{\text{вн.ст.}}},$$

где S_i - площадь хроматографического пика i -го определяемого спирта в рабочем градуировочном растворе;

$S_{\text{вн.ст.}}$ - площадь хроматографического пика ацетонитрила (внутреннего стандарта) в рабочем градуировочном растворе;

M_i - массовая доля i -го определяемого спирта в основном градуировочном растворе, %;

$M_{\text{вн.ст.}}$ - массовая доля ацетонитрила в рабочем градуировочном растворе, %.

Массовую долю i -го определяемого спирта X_i , %, вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{K_i \times S_i \times M_{\text{вн.ст.}}}{S_{\text{вн.ст.}}},$$

где S_i - площадь хроматографического пика i -го определяемого спирта в испытуемом растворе;

$S_{\text{вн.ст.}}$ - площадь хроматографического пика ацетонитрила (внутреннего стандарта) в испытуемом растворе;

$M_{\text{вн.ст.}}$ - массовая доля ацетонитрила, внесенного в испытуемую пробу, %;

K_i - относительный градуировочный коэффициент для i -го определяемого спирта.

Рабочий градуировочный раствор и раствор испытуемой пробы вводят по 3 раза каждый. Площадь под соответствующим пиком определяют интегрированием, а для расчета используют среднее арифметическое значение.

6.5. Качественное определение содержания коллоидного серебра.

6.5.1. Сущность метода определения наличия коллоидного серебра заключается в определении оптической плотности разбавленного в определенное количество раз концентрации дисперсии в максимуме полосы поглощения коллоидного серебра.

Используется явление плазмонного резонанса (ПР) коллоидных частиц металлического (нульвалентного) серебра, поглощающих свет в водных растворах с максимумом поглощения ПР в диапазоне 390 – 420 нм, что соответствует для коллоидных частиц, близких к сферической форме.

6.5.2. Приготовление разбавленных растворов.

При приготовлении измеряемых растворов рекомендуется использовать метод последовательных разведений. Весовым методом определяется коэффициент разведения КР, при котором оптическая плотность измеряемого раствора, разбавленного дистиллированной водой, будет находиться в диапазоне оптических плотностей, рекомендованных для каждого конкретного спектрофотометра (0,4-0,8 для спектрофотометра СФ-26, 0,5-0,2 – для спектрофотометра СФ-56)

Величина КР при однократном разбавлении равна:

$$КР = C_0/C = (P_1 + P_{w1})/P_1$$

где:

C_0 – концентрация исходной дисперсии коллоидных частиц серебра, ppm (мг/кг),

C – концентрация разбавленной дисперсии коллоидных частиц серебра, ppm,

P_1 – вес навески исходной дисперсии, г.

P_{w1} – вес добавленной дистиллированной воды при первом разбавлении, г.

Величина КР при двукратном разбавлении равна:

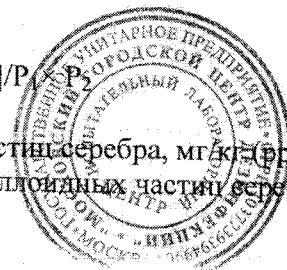
$$КР = C_0/C = [(P_1 + P_{w1}) \times (P_2 + P_{w2})]/P_1$$

где:

C_0 – концентрация исходной дисперсии коллоидных частиц серебра, мг/кг (ppm),

C – концентрация итоговой разбавленной дисперсии коллоидных частиц серебра, мг/кг (ppm),

P_1 – вес навески исходной дисперсии, г,



P_{w1} – вес добавленной дистиллированной воды при первом разбавлении, г,
 P_2 – вес навески разбавленной в первый раз дисперсии, «разбава» № 1г,
 P_{w2} – вес добавленной дистиллированной воды при втором разбавлении, г.

6.5.3. Оборудование.

Для определения навесок дисперсии и дистиллированной воды с используются весы, обеспечивающие точность взвешивания навески не менее 0,1 %.

В качестве исследовательской кюветы и кюветы сравнения используют кюветы из кварцевого стекла с длиной прохода 10 мм (1 см). В кювету сравнения заливают свежую дистиллированную воду.

6.5.4. Определение оптической плотности.

В соответствии с объединенным законом Бугера-Ламберта-Бера оптическая плотность поглощения равна:

$$D=E \times L \times C$$

где:

D – оптическая плотность раствора при максимуме длины волны ППР, ед.,

E – коэффициент экстинкции, $\text{см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$,

L – толщина кюветы, см,

C – концентрация измеряемого раствора, ppm.

6.5.5. Определение коэффициента разбавленного раствора.

Величина E – коэффициента экстинкции для УЧ серебра (коллоидных частиц металлического серебра близкой к сферической форме) ориентировочно равна величине $0,001 \pm 0,005 \text{ см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$ (уточняется у поставщиков).

Величина L – обычно равна 1 см.

Тогда концентрация ультрадисперсных частиц серебра в измеряемой дисперсии C будет равна при $L=1$:

$$C=D/E, \text{ ppm}$$

где:

D – оптическая плотность измеряемого раствора в максимуме полосы поглощения поверхностного плазменного резонанса $\lambda_{\text{макс}}$, разбавленного в «КР» раз, ед. D ,

E – коэффициент экстинкции измеряемого (разбавленного) раствора, $\text{см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$ (по данным паспорта поставщика)

Концентрация исходной дисперсии C_0 будет равна:

$$C_0=C \times \text{КР}=D \times \text{КР}/E, \text{ ppm}$$

Например, концентрация частиц серебра в исходной дисперсии C_0 будет равна, при $L=1$ см, $E=0,100 \text{ см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$, $D=1,00$ и $\text{КР}=100$:

$$C_0=10 D \text{ КР} = 1000 \text{ ppm.}$$

Исходная концентрация коллоидных частиц серебра известна (приведена поставщиком или определена независимым методом), то величину E – коэффициент экстинкции измеряемого (разбавленного) раствора, $\text{см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$, можно рассчитать по формуле:

$$E=D/(L \times C),$$

где:

D – оптическая плотность раствора при максимуме длины волны ППР, ед.,

E – коэффициент экстинкции, $\text{см}^{-1} \text{ppm}^{-1}$,

L – толщина кюветы, см,

C – концентрация измеряемого раствора, ppm, рассчитывается исходя из концентрации исходного концентрата C_0 и коэффициента разбавления КР.

Точность метода – не хуже $\pm 5\%$.

Могут быть использованы и другие методы определения коллоидного серебра (в виде катионов и в виде частиц металлического серебра), обеспечивающие требуемую чувствительность и точность.

