

---

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**

---



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ**

**ГОСТ Р**

---

**ДЕЗИНФЕКТОЛОГИЯ И ДЕЗИНФЕКЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ.  
ХИМИЧЕСКИЕ ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИЕ СРЕДСТВА И АНТИСЕПТИКИ**

**Методы определения четвертичных аммониевых соединений**

**Издание официальное**



**Москва  
Стандартинформ  
2017**

## Предисловие

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ»

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 №

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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.*

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



**ДЕЗИНФЕКТОЛОГИЯ И ДЕЗИНФЕКЦИОННАЯ ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ.  
ХИМИЧЕСКИЕ ДЕЗИНФИЦИРУЮЩИЕ СРЕДСТВА И  
АНТИСЕПТИКИ**

**Методы определения четвертичных аммониевых соединений**

Disinfectology and disinfection activities.

Chemical disinfectants and antiseptics

Methods for the determination of quaternary ammonium compounds

---

**Дата введения –**

**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 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаро-, взрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

## **ГОСТ Р**

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

### **3 Методы отбора проб**

3.1. Пробу отбирают в соответствии с нормативно-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**

Метод 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 Цилиндр 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.1.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

4.1.2.6 Пипетка 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 CAS 151-21-3, раствор с 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 ТУ 6-09-5432-90, 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.

## ГОСТ Р

Навеску пробы средства, приготовленной по п.3.2, содержащую 0,008 – 0,012 г четвертичного аммониевого соединения, из стаканчика количественно переносят в коническую колбу с помощью 10-15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 4.1.3.2 Приготовление буферного раствора.

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

### 4.1.4 Проведение определения

В колбу с пробой средства, приготовленной по п.4.1.3.1, последовательно прибавляют 50 см<sup>3</sup> буферного раствора, 0,05 см<sup>3</sup> раствора индикатора бромфенолового синего и 20 см<sup>3</sup> хлороформа и титруют раствором додецилсульфата натрия до окрашивания верхнего водного слоя в бледно-фиолетовый цвет.

### 4.1.5 Обработка и оформление результатов

Массовую долю ( $X$ ) четвертичного аммониевого соединения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,004 \cdot M \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $V$  – объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  – молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

$m$  – масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений допустимого 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	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений
1	2	3
От 0,1 до 80,0	$\pm 0,6$ % абс.	0,5 % абс.

## 4.2 Двухфазное титрование в щелочной среде с индикатором метиленовым голубым

### 4.2.1 Сущность метода

Метод 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 Цилиндр 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.2.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

4.2.2.6 Пипетка 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 CAS 151-21-3, раствор с концентрацией 0,004 моль/л.

4.2.2.10 Калия гидроксид по ГОСТ 24363.

4.2.2.11 Хлороформ, высшего сорта, по ГОСТ 20015.

## ГОСТ Р

4.2.2.12 Метиленовый голубой по ТУ 2463-044-05015207-97, 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 4.2.4 Проведение определения

В колбу с пробой средства, приготовленной по 4.2.3.1, последовательно прибавляют 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,1 г гидроксида калия, 0,5 см<sup>3</sup> раствора индикатора метиленового голубого и 20 см<sup>3</sup> 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 ( $X$ ) четвертичного аммониевого соединения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,004 \cdot M \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $V$  – объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  – молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

$m$  – масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значе- ний допускаемого расхождения, указанных в таблице 2.

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

Массовая доля четвер- тичного аммониевого со- единения, %	Допускаемая суммарная погрешность результата анализа	Допускаемые расхожде- ния между результатами двух параллельных определений
1	2	3
От 0,1 до 80,0	$\pm 0,6$ % абс.	0,5 % абс.

### **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 появле- нию в хлороформном слое голубого окрашивания характерного для додецил- сульфата 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 Цилиндр 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

4.3.2.5 Колба 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

4.3.2.6 Пипетка 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.

## ГОСТ Р

4.3.2.9 Натрия додецилсульфат с содержанием основного вещества не менее 99% по CAS 151-21-3, раствор с 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 ТУ 2463-044-05015207-97, 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### **4.3.4 Проведение определения**

В колбу с пробой средства, приготовленной по 4.3.3.1, последовательно прибавляют 45 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,15 см<sup>3</sup> серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора индикатора метиленового голубого и 20 см<sup>3</sup> хлороформа. Образующуюся двухфазную систему титруют раствором додецилсульфата натрия при интенсивном встряхивании в закрытой колбе до выравнивания голубых окрасок верхнего и нижнего слоя.

### **4.3.5 Обработка и оформление результатов**

Массовую долю ( $X$ ) четвертичного аммониевого соединения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,004 \cdot M \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $V$  – объем раствора додецилсульфата натрия концентрации точно 0,004 моль/л, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  – молекулярная масса определяемого четвертичного аммониевого соединения;

$m$  – масса навески средства, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 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	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений
1	2	3
От 0,1 до 80,0	$\pm 0,8$ % абс.	0,5 % абс.

## **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 жидкостной с автосамплером, диодно-матричным детектором, градиентным насосом для 2-компонентного (или более) градиента со встроенным дегазатором и программно-аппаратным комплексом сбора и обра-

## ГОСТ Р

ботки данных. Хроматограф должен быть снабжен петлевым дозатором с дозирующей петлей объемом 20 мкл.

5.2.2 Колонка аналитическая с фазой C18, 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 рН-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  $\pm 1\%$ .

5.2.7 Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 25, 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.2.8 Цилиндры мерные вместимостью 10, 100, 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.2.9 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336, в том числе емкости для проб вместимостью 1-10 см<sup>3</sup>.

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

5.2.11 Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 (30x50).

5.2.12 Алкилдиметилбензиламмоний хлорид European Pharmacopoeia (EP) Reference Standard по 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 рН 5,4.

7,7 г ацетата аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят деминерализованной водой до метки, затем переливают раствор в стакан емкостью 2 дм<sup>3</sup> и доводят значение рН 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 с концентрацией 0,01, 0,03, 0,05, 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<sup>3</sup> и доводят деминерализованной 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.

## ГОСТ Р

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

Анализ проводят при градиентном смешении элюентов:

Таблица 4 – Градиентное смешение элюентов

№ п/п	Время анализа (мин.)	Поток (мл / мин)	% В
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<sup>1</sup>.

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

Детектирование алкилдиметилбензиламмоний хлорида проводят при длине волны  $\lambda = 264$  нм.

Скорость подачи элюента: 1,0 см<sup>3</sup>/мин.

Объем вводимой пробы: 10 мкл.

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

Общее время анализа: 21 мин.

### 5.4.3 Построение градуировочной зависимости.

Проводят хроматографический анализ всех градуировочных растворов алкилдиметилбензиламмоний хлорида, указанных в 5.3.2. Регистрируют площади пиков и строят градуировочный график – зависимость площади пика от массо-

<sup>1</sup> Для достижения указанного разделения пиков условия анализа могут быть изменены. При невозможности достижения требуемого качества разделения проводят испытания других хроматографических колонок аналогичным образом.



вой концентрации (массовой доли) алкилдиметилбензиламмоний хлорида в градуировочном растворе.

Построение градуировочной зависимости проводят в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программным обеспечением.

Градуировочную зависимость выражают линейным уравнением

$$y = kx \quad (1)$$

Правильность построения градуировочной зависимости контролируют значением коэффициента корреляции ( $R^2$ ), который характеризует уровень аппроксимации:

$$R^2 \geq 0,997$$

Из уравнения (1) следует, что площадь пиков стандартных растворов  $S$ , ед. площади, и их массовая концентрация или массовая доля  $c(X)$ , мг/дм<sup>3</sup>, находятся в соответствующей функциональной зависимости:

$$c(X) = \frac{S}{k}, \quad (2)$$

где  $k$  – градуировочный коэффициент, [мг/дм<sup>3</sup>/ед. площади]<sup>-1</sup>:

$$k = \frac{\sum(S_i c_i)}{\sum c_i^2} \quad (3)$$

$S_i$  – 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<sup>3</sup>.

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 п.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 [1])

Наименование	Показатель повторяемости, $S_{r\text{отн}}$ , %	Показатель воспроизводимости, $S_{R\text{отн}}$ , %	Предел повторяемости, $r_{\text{отн}}$ , %	Предел воспроизводимости, $R_{\text{отн}}$ , %	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  $X_{cp}$ , 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

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta \quad (4)$$

где  $X_{\text{ср}}$  – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида, выполненных в условиях повторяемости, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta$  – значение границы абсолютной погрешности определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида мг/дм<sup>3</sup>, рассчитанное по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X_{\text{ср}}}{100} \quad (5)$$

## 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

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{\text{ср}} \quad (6)$$

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, различ-

## ГОСТ Р

ное 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), то есть выполняется условие

$$|X_{доб} - X_{ср} - c_{доб}| \leq K_{доб} \quad (7)$$

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

$X_{ср}$  – среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации или массовой доли алкилдиметилбензиламмоний хлорида в пробе без внесения добавки, мг/дм<sup>3</sup>;

$c_{доб}$  – значение добавки алкилдиметилбензиламмоний хлорида, мг/дм<sup>3</sup>;

$K_{доб}$  – норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм<sup>3</sup>.

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

$$K_{доб} = 0,84 \cdot \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X_{доб}^2 + X_{ср}^2} \quad (8)$$

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

$$K_{доб} = \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X_{доб}^2 + X_{ср}^2} \quad (9)$$

где  $\delta$  – 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.**

## **ГОСТ Р**

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

**Библиография**

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

УДК 637.132.4:715.478:658.513:006.354

ОКС 11.080

Ключевые слова: дезинфицирующие средства, четвертичные аммониевые соединения

---

Зам. председателя ТК 339  
«Безопасность сырья,  
материалов и веществ»,  
к.м.н.

\_\_\_\_\_  
личная подпись

О.Ю.Чечеватова  
инициалы, фамилия