

биологических. Максимальными термометрами выявляют в среднем в 3 раза меньше, а химическими индикаторами — в 7 раз меньше неудовлетворительно работающих аппаратов. Очевидно, что индикаторы биологические являются наиболее эффективным методом контроля воздушных стерилизаторов.

При анализе результатов бактериологического контроля (табл. 4) учитывались стерилизаторы объемом до 100 дм<sup>3</sup>. Было обнаружено, что в 62,2% случаев прорастают все 5 индикаторов биологических, а в остальных случаях (37,8%) — прорастают от 1 до 4 индикаторов. Это может быть связано с нарушением технологии проведения стерилизационного цикла (переуплотнение стерилизационной камеры, нарушение целостности уплотняющей прокладки на двери стерилизатора и др.). Неудовлетворительные результаты бактериологического контроля могут совпадать и не совпадать с неудовлетворительными результатами физического и химического контроля. Уже при апробации биологических индикаторов была отмечена необходимость одновременного использования всех средств контроля.

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 11138-2-2000 «Биологические индикаторы для стерилизации влажным теплом» биологические индикаторы должны всегда использоваться в комбинации с физическим и/или химическим контролем с целью демонстрации эффективности процесса стерилизации. Если показатели физических и химических средств контроля не достигают критических параметров режима, процесс стерилизации всегда должен рассматриваться как неудовлетворительный, независимо от результатов контроля, полученных с помощью биологических индикаторов.

Аналогичные подходы должны быть применимы и к контролю работы воздушных стерилизаторов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Рамкова Н.В., Алексеева М.И., Белоцерковская Р.В. и др. Воздушные стерилизаторы. Проблемы дезинфекции

и стерилизации. Материалы симпозиума. — М., 1977. — Ч. 2. — С. 44–45.

2. Рамкова Н.В., Масленников Ю.И. Некоторые практические аспекты стерилизации медицинских изделий в воздушных стерилизаторах. Проблемы дезинфекции и стерилизации. — М., 1980. — С. 50–53.
3. Гутерман Р.Л. Средства контроля термической стерилизации изделий медицинского назначения // Дисс. канд. мед. наук. — М., 1993.
4. Гутерман Р.Л. Авторское свидетельство № 1712403 от 15.10.1991 г. Штамм бактерий *Bacillus licheniformis*, используемый для контроля эффективности воздушной стерилизации.
5. Методические указания по контролю работы паровых и воздушных стерилизаторов от 28.02.91 № 15/6-5. — М., 1991.
6. Леви М.И., Бессонова В.Я., Лившиц М.М. Применение цветных сред в процессе контроля стерилизации // Клиническая диагностика, 1993. — № 2. — С. 65–67.
7. Информационный сборник статистических и аналитических материалов ФЦГСЭН МЗ РФ. Показатели деятельности дезинфекционных учреждений и предприятий, дезинфекционных структурных подразделений Центров госсанэпиднадзора в 1999–2000 гг. — М., 2001.
8. Информационный сборник статистических и аналитических материалов ФЦГСЭН МЗ РФ. Показатели деятельности дезинфекционных учреждений и предприятий, дезинфекционных структурных подразделений Центров госсанэпиднадзора в 2000–2001 гг. — М., 2002.
9. Информационный сборник статистических и аналитических материалов ФЦГСЭН МЗ РФ. Показатели деятельности дезинфекционных учреждений и предприятий, дезинфекционных структурных подразделений Центров госсанэпиднадзора в 2001–2002 гг. — М., 2003.

## СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФИДА ЦИНКА В ТЕХНИЧЕСКОМ ПРЕПАРАТЕ

К.А.Шестаков, А.Н.Кочетов, И.И.Стрельников  
Испытательный лабораторный центр МГЦД

*Предложен альтернативный метод определения содержания суммарного цинка в техническом препарате фосфида цинка. Метод основан на спектрофотометрическом анализе комплекса цинка с [1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом] (PAN).*

## SPECTROPHOTOMETRIC PHOSPHIDE ZINC DETERMINATION METHOD IN TECHNICAL PREPARATIONS

K.A.Shestakov, A.M.Kochetov, I.I.Strelnykov  
Research Laboratory Center MGCD

*Alternative content zinc method of determination in technical phosphide zinc was proposed. The method is based on the Spectrophotometric analysis of complex compound zinc with c [1-(2-pyridilazo)-2-naphthol] (PAN).*

Фосфид цинка технический применяется для борьбы с грызунами. Предназначен для приготовления отравлен-

ных приманок, является ядом острого действия. Фосфид цинка включен в Государственный реестр лекарственных

средств 1998 года, препараты на его основе включены в Государственный реестр дезинфекционных средств. В связи с этим необходима простая и надежная методика анализа действующего вещества в средстве.

Ранее был предложен метод определения содержания фосфида цинка в техническом препарате, основанный на определении содержания металлического цинка и суммарного содержания металлического и связанного в фосфид цинка [3]. Определение суммарного содержания цинка проводили методом титрования в щелочной среде (рН 10–10,5) с применением индикатора эриохром черный Т.

Однако в некоторых партиях технического фосфида цинка содержится в значительных количествах (до 12%) оксида железа, который при подщелачивании 1 М раствором едкого натра и аммиачным буфером образует бурый студнеобразный осадок гидроксокомплексов железа. Образование осадка препятствует наблюдению за переходом окраски при титровании образца.

Известно, что индивидуальному определению цинка в водных растворах предшествует или групповое осаждение с использованием органических осадителей, например 8-оксихинолина [4] или же маскирование мешающих катионов с помощью фторид-ионов [2]. Однако, как правило, стараются избегать вспомогательных стадий при анализе, поскольку дополнительные манипуляции увеличивают погрешность анализа. Разработан ряд органических соединений- комплексонов, которые образуют с катионами цинка окрашенные комплексные соединения [5]. Применение комплексонов позволяет проводить анализ без использования промежуточных стадий с высокими селективностью и чувствительностью.

Нами был усовершенствован метод [3] в части, касающейся определения суммарного цинка в техническом препарате. С целью предотвратить образование осадка и, таким образом, устранить мешающее влияние ионов железа на результат анализа, определение содержания цинка осуществлялось на основании измерения оптической плотности его комплексного соединения с [1-(2-пиридилazo)-2-нафтолом] (ПАН).

ПАН был предложен для определения ряда катионов переходных металлов, с которыми он образует окрашенные в красный или зеленый цвет комплексы, в отличие от неокрашенных соединений щелочных, щелочноземельных элементов и алюминия [1, 6].

Определение содержания основного вещества в фосфиде цинка. Определение содержания металлического цинка в фосфиде цинка проводят по методу, описанному в работе [3]. Определение содержания суммарного цинка в препарате проводят следующим способом.

Навеску анализируемого образца фосфида цинка 0,1 г, взвешенную с точностью 0,0002 г, кипятят с 20 мл 20% серной кислоты до полного растворения. Затем полученный раствор количественно переносят в мерную колбу на 500 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Для получения рабочего раствора в мерную колбу на 25

мл вносят 1 мл полученного раствора и доводят дистиллированной водой до метки.

В мерную колбу вместимостью 25 мл вносят 5,0 мл рабочего раствора, 10,0 мл дистиллированной воды, 1,0 мл 1 М раствора едкого натра и 0,5 мл 0,05% спиртового раствора ПАН, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают раствор.

Одновременно строят градуировочный график. Для этого в 3 мерные колбы вместимостью 25 мл вводят соответственно 0,020; 0,030 и 0,050 мг цинка (2,0; 3,0 и 5,0 мл раствора сульфата цинка с концентрацией 0,0247 мг/мл). В холостой раствор цинк не вводят. Затем во все растворы добавляют 5 мл дистиллированной воды, 1,0 мл 1 М раствора едкого натра и 0,5 мл 0,05% спиртового раствора ПАН, доводят до метки дистиллированной водой; перемешивают растворы. Фотометрируют все растворы при 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно холостого раствора градуировочного графика.

По градуировочному графику определяют концентрацию цинка в анализируемой пробе (С, мг/мл). Содержание фосфида цинка рассчитывают по формуле:

$$Zn_3P_2\% = (C \cdot 10^{-3} \cdot 25 \cdot 5 \cdot 500 \cdot 100/m) - \%Zn$$

где:  $10^{-3}$  – коэффициент пересчета из мг в г;

25; 5 и 500 – коэффициенты разбавления анализируемого раствора;

m – масса навески анализируемого препарата в г;

%Zn – содержание металлического цинка в анализируемом образце, определенное по методу [1].

Относительное стандартное отклонение 4 определений не превышает  $\pm 3\%$ .

Методика позволяет проводить анализ фосфида цинка в различных партиях средства, при этом мешающие при титровании примеси оксида железа не оказывают влияния на результаты анализа. Таким образом, предлагаемая методика позволяет повысить достоверность анализа  $Zn_3P_2$  средстве.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Бусев А. И., Иванов В. М. Применение пиридиновых азосоединений в аналитической химии // Ж. аналит. химии, 1964. – Т. 19. – Вып. 10. – С. 1238–1250.
2. Золотев Ю. А., Дорохова Е. Н., Фадеева В. И. и др. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа. – М.: Высш. шк., 1999. – С. 80.
3. Крейнгольд С. У., Шестаков К. А. Методика определения фосфида цинка в техническом препарате // Дезинфекционное дело, 2003. – № 3. – С. 23–24.
4. Кунце У., Шведт Г. Основы качественного и количественного анализа. – М.: Мир, 1997. – С. 85–86.
5. Лукин А. М., Чернышева Т. В. Органические реактивы для определения неорганических ионов. Ассортимент реактивов на цинк. – М.: ИРЕА, 1974. – С. 65.
6. Galik A. Spectrophotometric extractive titrations – VI. Titrations with 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol // Talanta, 1969. – V. 16. – № 2. – P. 201–213.