

**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование  
Российской Федерации**

---

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение содержания денатурирующих  
добавок (ингредиентов) в этиловом спирте  
и спиртосодержащей продукции  
из всех видов сырья**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.1486—4.1.1499—03**

**Издание официальное**

**Минздрав России  
Москва • 2004**

#### **4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

### **Определение содержания денатурирующих добавок (ингредиентов) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.1486—4.1.1499—03**

**ББК 51.23**

**O60**

**O60      Определение содержания денатурирующих добавок (ингредиентов) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья: Сборник методических указаний.— М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—96 с.**

**ISBN 5—7508—0469—0**

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Минздрава России (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, С. И. Волчек, В. Н. Волкова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Минздрава России.

3. Утверждены 29 июня 2003 г. и введены 30 июня 2003 г. Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

Редакторы Акопова Н. Е., Глазкова М. Ф., Кожока Н. В.,

Кучурова Л. С., Максакова Е. И.

Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 30.03.04

Формат 60x88/16

Печ. л. 6,0

Тираж 1000 экз.

Заказ 31

Министерство здравоохранения Российской Федерации

101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом  
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России

125167, Москва, проезд Аэропорта, 11

Отделение реализации, тел. 198-61-01

© Минздрав России, 2004

© Федеральный центр госсанэпиднадзора  
Минздрава России, 2004

## Содержание

Определение объемной доли алифатических спиртов (пропилового, бутилового, изобутилового) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1486—03 .....	4
Определение объемной доли ацетона в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1487—03 .....	11
Определение объемной доли бензина в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1488—03 .....	17
Определение массовой доли битрекса (денатоний бензоата) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методами спектрофотометрии и тонкослойной хроматографии: МУК 4.1.1489—03 .....	23
Определение объемной доли трет-бутилового и изопропилового спиртов в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1490—03 .....	31
Определение объемной доли гликолов (этиленгликоля, диэтленгликоля, пропиленгликоля) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1491—03 .....	38
Определение объемной доли диэтилового эфира, кротонового и уксусного альдегидов в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1492—03 .....	45
Определение массовой доли диэтилфталата в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1493—03 .....	52
Определение объемной доли ксилола и толуола в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1494—03 .....	58
Определение объемной доли метилэтилкетона в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1495—03 .....	64
Определение массовой доли октацетата сахарозы в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1496—03 .....	70
Определение объемной доли пиридиновых оснований (пиридина) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1497—03 .....	76
Определение объемной доли скипидара в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1498—03 .....	83
Определение объемной доли этилацетата в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1499—03 .....	91

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра здраво-  
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

29 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Определение объемной доли ксиола и толуола в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии

#### Методические указания МУК 4.1.1494—03

##### 1. Введение

Настоящий документ устанавливает газохроматографический метод определения объемной доли ксиола и толуола в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья в диапазоне 5,0—20,0 % об.

Ксиол — смесь орто-, пара- и мета-ксиолов; смесь 1,2-, 1,4- и 1,3-диметилбензолов.

$C_8H_{10}$  М. м. 106,2

Бесцветная жидкость; температура кипения: о-ксиол — 144,4 °C; п-ксиол — 138,4 °C; м-ксиол — 139,1 °C; плотность: о-ксиол — 0,880; п-ксиол — 0,861; м-ксиол — 0,868.

Толуол — метилбензол.

$C_7H_8$  М. м. 92,1

Бесцветная жидкость; температура кипения — 110,6 °C; плотность — 0,867.

##### 2. Характеристика погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью ( $\delta$ ), не превышающей  $\pm 11\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

### **3. Метод измерений**

Метод основан на измерении концентрации вещества с помощью газовой хроматографии с использованием детектора ионизации в пламени.

Нижний предел измерения в пробе – 5,0 % об.

Измерению не мешают диэтилфталат, алифатические спирты, ацетон, октаакетат сахарозы.

### **4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реагенты и материалы**

#### **4.1. Средства измерений**

Газовый хроматограф «Цвет-570», снабженный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования по нонану  $0,8 \times 10^{-11}$  г/см<sup>3</sup>

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности, например, ВЛР-200

ГОСТ 24104

Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup>

ГОСТ 29227

Микрошприц МШ-1

ГОСТ 8043

Колбы мерные 2—50—2

ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### **4.2. Реактивы**

о-ксилол, хч д/хромат.	ТУ 6-09-915—76
п-ксилол, хч д/хромат.	ТУ 6-09-4609—78
м-ксилол, хч д/хромат.	ТУ 6-09-4556—77
Толуол, хч д/хромат.	ТУ 6-09-786—76
Спирт этиловый ректифицированный	ГОСТ Р 51652
или	ГОСТ 18300

#### **4.3. Вспомогательные устройства и материалы**

Азот газообразный из баллона, осч	ГОСТ 9293
Вата стеклянная или стеклоткань	
Водород газообразный из баллона	ГОСТ 3022
Воздух газообразный из баллона	ГОСТ 9-010
Воронки химические конусные № 2 и 3	ГОСТ 8613
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм	
Насос водоструйный стеклянный	ГОСТ 25336
Хроматон N AW DMCS с 15 % Апиезона L (0,125—0,16 мм)	
Хемапол, Чехия	

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

## 5. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на прибор.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.686—98 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда осуществляется по ГОСТ 12.0.004.

## 6. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего обучение, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

## 7. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °C;
- напряжение в сети от 187 до 242 В;
- частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  Гц.

## 8. Подготовка к выполнению измерений

### 8.1. Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 150 °C в течение 4—5 ч.

### **8.2. Приготовление рабочих растворов для градуировки прибора**

Для приготовления рабочих стандартных растворов ксилола (толуола) с объемной долей 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 % об. в четыре мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 10—20 см<sup>3</sup> этилового спирта ректифицированного, помещают 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup> ксилола (толуола), перемешивают, добавляют спирт этиловый ректифицированный до метки, вновь перемешивают.

Растворы хранятся в холодильнике в течение месяца.

### **8.3. Отбор проб**

Отбор проб проводится в соответствии с ГОСТ 5964.

### **8.4. Установление и контроль градуировочной характеристики**

Для построения градуировочного графика в испаритель хроматографа вводят по 0,5 мм<sup>3</sup> рабочих стандартных растворов с содержанием ксилола (толуола) 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 % об.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от содержания ксилола (толуола) в растворе, % об.

Градуировочный график проверяют ежедневно по 1—2 стандартным растворам различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более чем на 10 % от данных, заложенных на графике, градуировочную характеристику строят заново, используя свежеприготовленные рабочие стандартные растворы.

### **8.5. Условия хроматографирования градуировочных и анализируемых растворов**

Хроматограф газовый «Цвет-570» с пламенно-ионизационным детектором.

Неподвижная фаза – Хроматон N AW DMCS с 15 % Апиезона L (0,125—0,16 мм).

Колонка стеклянная, длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Рабочая шкала электрометра  $128 \times 10^7$  Ом.

Скорость движения ленты самописца 240 мм/ч.

Температура термостата колонки 80 °C (при определении объемной доли толуола);  
140 °C (при определении объемной доли ксилола);

детектора 200 °C;

испарителя 170 °C.

Скорость газа-носителя (азота)  $(40 \pm 2)$  см<sup>3</sup>/мин;

водорода	(29 ± 2) см <sup>3</sup> /мин;
воздуха	200 см <sup>3</sup> /мин.
Объем вводимой пробы	0,5 мм <sup>3</sup> .
Абсолютное время удерживания:	
толуола	(156 ± 2) с;
ксилола	(81 ± 2) с.
Линейный диапазон детектирования	5,0—20,0 % об.

## 9. Выполнение измерений

Пробу анализируемого вещества в количестве 0,5 мм<sup>3</sup> вводят в колонку при помощи микроширица через головку испарителя, прокалывая резиновую мембранны. Иглу вводят на полную длину и быстро впрыскивают пробу.

Среднюю высоту пика вычисляют по результатам двух последовательных вводов пробы.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 20,0 % об., разбавляют этанолом.

## 10. Обработка и оформление результатов измерений

Объемную долю ксилола (толуола) в пробе (% об.) определяют по градуировочному графику, построенному методом абсолютной калибровки.

За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое ( $C_{cp}$ ) результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать ± 10 %.

Указывается значение погрешности результата  $\Delta$  (% об.):

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ где}$$

$\delta$  – граница допускаемой погрешности измерения объемной доли ксилола (толуола) (п. 2), % об.

Результат измерения должен заканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений оформляются записью в журнале и удостоверяются специалистом, проводившим измерения.

## 11. Контроль погрешности измерений

Внутренний оперативный контроль (ВОК) качества результатов измерений проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—96 и МИ 2335—95.

### ***11.1. Контроль погрешности измерений***

Внутренний оперативный контроль погрешности измерений проводят в лаборатории до и после проведения серии измерений рабочих проб. Образцами для контроля служат градуировочные стандартные растворы ксилола (толуола) 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 % об.

Процедура контроля состоит в приготовлении растворов по п. 8.2, определении содержания ксилола (толуола) в образцах по п. 9.

Измерения считают соответствующими нормативу оперативного контроля погрешности, если выполняется условие:

$$|X - X_m| < 0,01 \cdot X_m \cdot K, \text{ где}$$

$K$  – норматив оперативного контроля погрешности, равный 11 %;

$X$  – результат определения объемной доли ксилола (толуола), % об.;

$X_m$  – содержание ксилола (толуола) в контрольном растворе, % об.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Результаты контрольных измерений заносят в рабочий журнал.

### ***11.2. Контроль сходимости результатов параллельных измерений***

Внутренний оперативный контроль сходимости результатов параллельных измерений осуществляют в процессе измерений по размаху результатов.

Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| < 0,01 \cdot \bar{X} \cdot D, \text{ где}$$

$X_1$  и  $X_2$  – результаты двух определений объемной доли ксилола (толуола), % об.;

$\bar{X}$  – среднее арифметическое  $X_1$  и  $X_2$ , % об.;

$D$  – норматив оперативного контроля воспроизводимости измерений, равный 10 %.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости проводят два дополнительных измерения, отбрасывают наибольший и наименьший результат и проводят повторный контроль сходимости. При превышении норматива измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Результаты измерений заносят в рабочий журнал.

## **12. Разработчики**

Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волчек С. И., Волкова В. Н. (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.).