

**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:<br>МУК 4.1.1486—03 ..... | 4  |
| Определение объемной доли ацетона в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии:<br>МУК 4.1.1487—03 .....  | 11 |
| Определение объемной доли бензина в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии:<br>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 гликолей (этиленгликоля, диэтиленгликоля, пропиленгликоля) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методом газожидкостной хроматографии

#### Методические указания

#### МУК 4.1.1491—03

#### 1. Введение

Настоящий документ устанавливает газохроматографический метод определения объемных долей гликолей (этленгликоля, диэтленгликоля, пропиленгликоля) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья в диапазоне 2,0—20 % об.

Этиленгликоль – этан-1,2-диол.

$C_2H_6O_2$

М. м. 62,1

Плотность – 1,116 г/см<sup>3</sup>; температура плавления – минус 12,7 °C;  
температура кипения – 197,6 °C.

Диэтленгликоль – 2,2'-дигидроксиэтиловый эфир.

$C_4H_{10}O_3$

М. м. 106,1

Плотность – 1,118 г/см<sup>3</sup>; температура плавления – минус 7,8 °C;  
температура кипения – 245,8 °C.

Пропиленгликоль – пропан-1,2-диол.

$C_3H_8O_2$

М. м. 76,1

Плотность – 1,036 г/см<sup>3</sup>; температура кипения – 188—189 °C.

Гликоли – бесцветные прозрачные вязкие жидкости без запаха, имеют сладковатый вкус, гигроскопичны; хорошо растворимы в воде, спиртах, альдегидах, кетонах, аминах, кислотах; ограниченно растворимы в ароматических углеводородах; нерастворимы в предельных алифатических углеводородах.

## **2. Характеристика погрешности измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью ( $\delta$ ), не превышающей  $\pm 10\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

## **3. Метод измерений**

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

Нижний предел измерения в пробе – 1,0 % об.

Измерению не мешают диэтиловый эфир, уксусный и кротоновый альдегиды, диэтилфталат, н-пропиловый, изопропиловый спирты, н-бутиловый, изобутиловый и трет-бутиловый спирты, метанол, октаацетат сахарозы.

## **4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы 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 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup>

ГОСТ 29227

Микрошприц МШ-1

ГОСТ 8043

Колбы мерные 2-100-2

ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### ***4.2. Реактивы***

Диэтиленгликоль, чда

ТУ 10136—77

Пропиленгликоль, ч

ТУ 6-09-2434—72

Этиленгликоль, чда

ТУ 10164—75

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

ГОСТ 3022

Водород газообразный из баллона

ГОСТ 9-010

Воздух газообразный из баллона

|  |            |
|--|------------|
| Воронки химические конусные № 2 и 3  | ГОСТ 8613  |
| Колонка хроматографическая стеклянная,<br>длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм        |            |
| Колбы круглодонные или плоскодонные на<br>шлифе, вместимостью 100 см <sup>3</sup>      | ГОСТ 10394 |
| Насос водоструйный стеклянный  | ГОСТ 25336 |
| Хроматон N-AW-DMCS с 5 % Карбовакса<br>20 М (ПЭГ-20М), 0,16—0,20 мм, Хемапол,<br>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 реактивами 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 ± 5) °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 (5 % Карбовакса 20 М на Хроматоне N-AW-DMCS) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 200 °C в течение 10—12 ч.

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

Для приготовления рабочих стандартных растворов этиленгликоля (диэтиленгликоля, пропиленгликоля) с объемной долей 1,0; 2,5; 5,0 и 7,0 % в 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 30—40 см<sup>3</sup> этилового спирта ректифицированного, помещают 1,0; 2,5; 5,0 и 7,0 см<sup>3</sup> этиленгликоля (диэтиленгликоля, пропиленгликоля), перемешивают, добавляют спирт этиловый ректифицированный до метки, вновь перемешивают.

Растворы хранятся в холодильнике в течение 3 месяцев.

### **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 этиленгликоля (диэтиленгликоля, пропиленгликоля) 1,0; 2,5; 5,0 и 7,0 % об.

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

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика от содержания этиленгликоля (диэтиленгликоля, пропиленгликоля) в растворе, % об.

Градуировочный график проверяют ежедневно по одному-двум стандартным растворам различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более чем на 8 % 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 – 5 % Карбовакса 20 М на Хроматоне N-AW-DMCS (0,16—0,20 мм).

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

Рабочая шкала электротметра:  $128 \times 10^8$  Ом (при определении пропиленгликоля);  
 $256 \times 10^8$  Ом (при определении диэтиленгликоля);  
 $1\ 024 \times 10^8$  Ом (при определении этиленгликоля).

Скорость движения ленты самописца 240 мм/ч.

Температура термостата колонки детектора 180 °C;  
испарителя 270 °C;

Скорость газа-носителя (азота) воздуха  $(30 \pm 2)$  см<sup>3</sup>/мин;  
воздорода  $(30 \pm 2)$  см<sup>3</sup>/мин;  
воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин.

Объем вводимой пробы 0,5 мм<sup>3</sup>.

Абсолютное время удерживания:  
этиленгликоля  $(150 \pm 1)$  с;  
диэтиленгликоля  $(52 \pm 1)$  с;

пропиленгликоля  $(45 \pm 1)$  с.

Линейный диапазон детектирования 1,0—7,0 % об.

### 9. Выполнение измерений

Пробу анализируемого вещества в количестве 0,5 мм<sup>3</sup> вводят в колонку при помощи микрошприца 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 больше, чем стандартный раствор с концентрацией 1,0 % об., разбавляют этанолом.

## 10. Обработка и оформление результатов измерений

Объемную долю этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля) 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  $\pm 8\%$ .

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

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

$\delta$  – граница допускаемой погрешности измерения объемной доли этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля) (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 этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля), с объемной долей 1,0; 2,5; 5,0; 7,0 % об. Процедура контроля состоит в приготовлении растворов по п. 8.2, определении содержания этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля) 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 10 %;

$X$  – результат определения объемной доли этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля), % об.;

$X_m$  – содержание этиленгликоля (дизиленгликоля, пропиленгликоля) 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 этиленгликоля (диэтиленгликоля, пропиленгликоля), % об.;

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

$D$  – норматив оперативного контроля воспроизводимости измерений, равный 8 %.

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.).