

**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**

**БКБ 51.23**  
**О60**

**О60** **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.

**БКБ 51.23**

Редакторы Аколова Н. Е., Глазкова М. Ф., Кожока Н. В.,  
Кучурова Л. С., Макасова Е. И.

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

Подписано в печать 30.03.04

Формат 60x88/16

Тираж 1000 экз.

Печ. л. 6,0

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 бипрекса (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 гликолей (этиленгликоля, диэтиленгликоля, 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 октаацетата 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 массовой доли октаацетата сахарозы  
в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех  
видов сырья методом газожидкостной хроматографии**

**Методические указания**

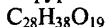
**МУК 4.1.1496—03**

---

**1. Введение**

Настоящий документ устанавливает газохроматографический метод определения массовой концентрации октаацетата сахарозы в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья в диапазоне 0,01—0,2 % масс.

Сахароза октаацетат – октаацетат  $\alpha$ -D-глюкопиранозил- $\beta$ -D-фруктофуранозида.



М. м. 678,6

Твердое вещество белого или желтоватого цвета.

**2. Характеристика погрешности измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью (δ), не превышающей ± 13 %, 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 хроматографируемом объеме пробы (0,5 мм<sup>3</sup>) – 0,4 мкг.

Измерению не мешают диэтиловый эфир, уксусный и кротоновый альдегиды, диэтилфталат, метиловый, n-пропиловый, изопропиловый и трет-бутиловый спирты, ацетон.

#### 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 0,1; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> ГОСТ 29227  
 Микрошприц МШ-1 ГОСТ 8043  
 Колбы мерные 2—50—2 и 2—100—2 ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

##### 4.2. Реактивы

Октаацетат сахарозы Фармакопейная статья  
 Спирт этиловый ректификованный или ГОСТ Р 51652  
 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 1 м, внутренним диаметром 3 мм  
 Колбы круглодонные или плоскодонные на шлифе, вместимостью 100 см<sup>3</sup> ГОСТ 10394  
 Насос водоструйный стеклянный ГОСТ 25336  
 Газхром Q (0,16—0,20 мм) с 5 % OV-210, Хемапол, Чехия

Допускается применение другого оборудования и хроматографических колонок с аналогичными техническими характеристиками, обеспечивающими аналогичное разделение.

#### 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 электро-

установками 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  $(20 \pm 5)$  °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;
- 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 % OV-210 на Газхrome Q) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 270 °С в течение 10—12 ч.

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

Для приготовления основного стандартного раствора октаацетата сахарозы с концентрацией 1,0 % масс. во взвешенную на аналитических весах мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0 г октаацетата сахарозы, добавляют спирт этиловый ректифицированный до общей массы содержимого колбы 80,0 г.

Для приготовления рабочего стандартного раствора октаацетата сахарозы с массовой долей 0,2 % масс. в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора, добавляют спирт этиловый ректификованный до метки.

Для приготовления рабочих стандартных растворов октаацетата сахарозы с массовой долей 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 % масс. в пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 10, 5, 2 и 1 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора, добавляют спирт этиловый ректификованный до метки.

Растворы хранятся в холодильнике в течение 3 месяцев.

### 8.3. Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с ГОСТ 5964—93.

### 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 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 и 0,2 % масс.

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

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика от содержания октаацетата сахарозы в растворе, % масс.

Градуировочный график проверяют ежедневно по одному-двум 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 – Газхром Q (0,16—0,20 мм) с 5 % OV-210.

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Рабочая шкала электрометра 32 × 10<sup>9</sup> Ом.

Скорость движения ленты самописца 240 мм/ч.

Температура термостата колонки 270 °С;

детектора 320 °С;

испарителя 280 °С.

Скорость газа-носителя (азота) (60 ± 2) см<sup>3</sup>/мин;

водорода (30 ± 1) см<sup>3</sup>/мин;

воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин.

Объем вводимой пробы 0,5 мкл.



Абсолютное время удерживания	(185 ± 1) с.
Линейный диапазон детектирования	0,01—0,20 % масс.

### 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 мембрану. 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 0,2 % масс. разбавляют этанолом.

### 10. Обработка и оформление результатов измерений

Массовую концентрацию октаацетата сахарозы в пробе (% масс.) 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 ± 23 %.

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

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

$\delta$  – граница допускаемой погрешности измерения массовой концентрации октаацетата сахарозы (п. 2), % масс.

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 октаацетата сахарозы с массовыми концентрациями 0,01; 0,02;

0,05; 0,1 и 0,2 % масс. Процедура контроля состоит в приготовлении растворов по п. 8.2, определении содержания октаацетата сахарозы 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 13 %;

$X$  – результат определения концентрации октаацетата сахарозы, % масс.;

$X_m$  – содержание октаацетата сахарозы в контрольном растворе, % масс.

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 определений 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 концентрации октаацетата сахарозы, % масс.;

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

$D$  – норматив оперативного контроля воспроизводимости измерений, равный 23 %.

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).