

**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

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.

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 гликолей (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, кртонового 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 октаакетата 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 скандиара 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 битрекса (денатоний бензоата) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методами спектрофотометрии и тонкослойной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1489—03

1. Введение

Настоящий документ устанавливает метод спектрофотометрии (СФ) и тонкослойной хроматографии (ТСХ) для определения массовой концентрации битрекса (денатоний бензоата) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья в диапазонах соответственно 0,00025 % масс.– 0,00125 % масс. и 0,00025 % масс.– 0,0025 % масс.

Денатоний бензоат – Битрекс.

Химическое наименование: N-[2-((2,6-Диметилфенил)амино)-2-оксоэтил]-N,N-диэтилбензолметанаммонийбензоат.

C₂₈H₃₄N₂O₃

М. м. 446,59

2. Характеристика погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью (δ), не превышающей $\pm 15\%$ (спектрофотометрический метод) и $\pm 20\%$ (метод ТСХ), при доверительной вероятности 0,95.

3. Метод измерений

Спектрофотометрический метод основан на образовании извлекаемых бензолом окрашенных в желтый цвет продуктов реакции битрекса с бромфеноловым синим в кислой среде.

Определению не мешают диэтилфталат, алифатические спирты.

4.3. Вспомогательные устройства и материалы

Бюксы	ГОСТ 25336
Делительные воронки, вместимостью 150 см^3	ГОСТ 25336
Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм	
Масляная баня с контактным термометром	
Пластинки «Силуфол УФ-254» размером $20 \times 20\text{ см}$ (Хемапол, Чехия)	
Пробирки колориметрические, плоскодонные из бесцветного стекла, высота 120 мм, внутренний диаметр 15 мм	ГОСТ 9737
Пробирки центрифужные, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 1770
Камера хроматографическая	ГОСТ 25336
Пульверизатор	ГОСТ 25336
Колба плоскодонная на шлифе, вместимостью 150 см^3	ГОСТ 9737
Фарфоровые чашки	ГОСТ 9147

Допускается применение другого оборудования и хроматографических пластинок с аналогичными техническими характеристиками, обеспечивающих 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 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 ± 1) Гц.

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Метод спектрофотометрии

8.1.1. Приготовление 0,04 %-ного раствора бромфенолого синего

Раствор индикатора готовят в день проведения анализа. Навеску красителя массой 40 мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, вносят 1 см³ 0,01 н раствора едкого натра, доводят объем до метки водой.

8.1.2. Приготовление рабочих стандартных растворов для градуировки прибора

Рабочие стандартные растворы битрекса с массовыми концентрациями 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 % масс. готовят из основного стандартного 1 %-ного раствора битрекса соответствующим разбавлением водой.

8.1.3. Установление градуировочной характеристики

В пять делительных воронок вносят по 50 см³ каждого из стандартных растворов битрекса с массовыми концентрациями 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 %, добавляют 0,5 см³ 4 н раствора соляной кислоты, 2 см³ 0,04 %-ного раствора бромфенолого синего и 10 см³ бензола.

Реакционную смесь в воронке встряхивают 2 мин, дают расслоиться (20—30 с), затем снова энергично встряхивают и выдерживают несколько минут до полного разделения смеси. Верхний бензольный слой переносят в колориметрическую пробирку и фотометрируют в кювете толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 410 нм относительно контрольной пробы, которую готовят одновременно и аналогично стандартным пробам, используя вместо стандартного раствора 50 см³ дистиллированной воды.

няют 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 параллельных определений концентрации битрекса, % масс.;

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

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости измерений, равный 20 % .

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).