

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ КАЗЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
«ЦЕНТР СУДЕБНЫХ ЭКСПЕРТИЗ
МИНИСТЕРСТВА ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН»

“Қазақстан Республикасы Әділет Министірілігінің
Сот сараптамалары орталығы”
БАҚЫЛАУ ҮЛГІСІ
ҚР ӘМ ССО ғылыми кеңесінің № 2
«6-7» маусым 20 19 ж. хаттамасы
реттік номері № 27.1(1)

МЕТОДИКА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В БИООБЪЕКТАХ
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (АЛКИЛНИТРИТНЫМ)

(шифр специальности – 27.1)

ПАСПОРТ МЕТОДИКИ

1. Наименование методики	Методика определения этилового спирта в биобъектах газохроматографическим методом (алкилнитритным)
2. Шифр специальности методики	27.1(1)
3. Информация о разработчике методики	Жуматаева Г.С. - судебно-медицинский эксперт химико-токсикологического исследования ИСЭ по г.Нур-Султан ЦСЭ МЮ РК
4. Сущность методики	Сущность метода заключается в превращении спиртов, содержащихся в пробе, в соответствующие алкилнитриты, более летучие, чем спирты соединения, которые затем подвергаются хроматографическому разделению
4.1. Объекты исследования	Биологические жидкости и ткани, жидкости не биологического происхождения
4.2. Методы исследования	Газохроматографический метод с использованием детектора по теплопроводности
4.3. Краткое поэтапное описание методики	<ol style="list-style-type: none"> 1. Подготовка оборудования к выполнению измерений; 2. Подготовка рабочих растворов; 3. Приготовление стандартных растворов; 4. Стандартизация оборудования по идентификации спиртов; 5. Калибровка по стандартным растворам; 6. Определение фактора чувствительности; 7. Проведение исследования для установления наличия этилового спирта; 8. Определение количественного содержания этилового спирта; 9. Оценка результатов, установление концентрации
5. Дата одобрения методики Ученым Советом ЦСЭ МЮ РК	Протокол № 2 от 6-7.06.2019г.
6. Информация о составителях паспорта методики	Жуматаева Г.С. - судебно-медицинский эксперт химико-токсикологического исследования ИСЭ по г.Нур-Султан ЦСЭ МЮ РК

Содержание:

1. Введение	4
2. Область применения	4
3. Термины и обозначения	4
4. Основная часть	11
5. Заключение	12
6. Список использованных источников	13
7. Приложение	

1. Введение

Сущность метода заключается в превращении спиртов, содержащихся в пробе, в соответствующие алкилнитриты, более летучие, чем спирты соединения, которые затем подвергаются хроматографическому разделению.

На хроматографической колонке компоненты смеси разделяются и поочередно поступают в детектор по теплопроводности (ДТП), сигналы которого регистрируются в виде хроматографических пиков и обрабатываются регистрирующей системой. Система обнаруживает пики, определяет их высоты и идентифицирует путём сравнения параметров удерживания с параметрами, полученными при анализе стандартной смеси. Расчёт концентрации этилового спирта производится после градуировки с использованием внутреннего стандарта. Детектор по теплопроводности по своему типу является дифференциальным концентрационным детектором, передающим мгновенное значение одной из характеристик (концентрации) во времени и фиксирующее изменение концентрации вещества на выходе из колонки. В концентрационном детекторе площадь пика обратно пропорциональна скорости потока газа носителя и прямо пропорциональна количеству вещества. Отсюда следует, что с изменением скорости потока изменяется и площадь пика, высота же остаётся постоянной. Поэтому в концентрационных детекторах концентрацию вещества следует рассчитывать по высоте хроматографического пика. Внутренним стандартом служит водный раствор пропилового спирта известной концентрации. В качестве газа-носителя целесообразно использовать гелий, так как при этом во всем диапазоне определяемых концентраций обеспечивается удовлетворительная зависимость сигнала детектора от концентрации этилового спирта.

2. Область применения

Используется для идентификации этилового спирта в любых объектах и определения его концентрации, в том числе биологических объектах судебной химико-токсикологической экспертизы.

Также применяется при проведении исследования на наличие суррогатов алкоголя и других «летучих ядов».

3. Термины и обозначения

ДТП- детектор по теплопроводности

C_0 - массовую концентрацию

ρ_0 - плотность раствора

‰- концентрация в промиллях (1г в 1000мл)

ТХУ- трихлоруксусная кислота

О.С.Ч.- особая степень чистоты

ч.д.а – чистый для анализа

ГОСТ- Национальный (государственный) стандарт — стандарт, принятый органом по стандартизации государства-члена Евразийского экономического союза. Стандарт, принятый национальным органом по стандартизации

4. Исследование

4.1.Условия при проведении измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $22 \pm 4^{\circ}\text{C}$;
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°C ;
- электропитание в соответствии с паспортом хроматографа и системы регистрации;

Параметры прибора для проведения анализа задаются, исходя из вида используемой колонки. Ориентировочные значения параметров приведены. Таблица 1.

Таблица 1.
Диапазоны параметров анализа

Наименование	условия
Термостат колонки:	40-105 ⁰ С
Начальная температура	-
Программирование температуры	нет
Инжектор:	
температура	70-120 ⁰ С
объем вводимой пробы	0,5 см ³
Детектор:	
тип	ДТП
температура	100-170 ⁰ С
Газ-носитель:	
тип	Гелий
расход через колонку	20-30 см ³ /мин

4.2.Подготовка оборудования к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- готовят измерительную аппаратуру, рабочие растворы, вспомогательный материал;
- включают хроматограф и выводят его на режим работы, в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации;
- задают оптимальные условия анализа.

Таблица 2.
Оптимальные параметры анализа

Наименование	условия
Термостат колонки насадочной колонки – длина 2м, диаметр 3мм, сорбент: фаза 7% ПФМС-4, твёрдый носитель хроматон AW-DMCS фракция 0,16 – 0,20 мм.: начальная температура	60 ⁰ С

программирование температуры	нет
Инжектор: температура объем вводимой пробы	70 ⁰ С 0,5 см ³
Детектор: тип температура	ДТП 100 ⁰ С
Газ-носитель Тип Расход через колонку при 60 ⁰ С	Гелий 25 мл\мин

4.3. ПОДГОТОВКА РАБОЧИХ РАСТВОРОВ

(Температура в помещении на момент приготовления рабочих растворов должна составлять 22 ±4⁰С).

4.3.1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 100 МЛ РАСТВОРА 30 % НАТРИЯ НИТРИТА.

Взвешивают 30 г натрия нитрита и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в деионизированной воде. После полного растворения натрия нитрита, объем раствора доводят деионизированной водой до метки и перемешивают.

4.3.2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 100 МЛ РАСТВОРА 4 ‰ Н-ПРОПИЛОВОГО СПИРТА.

В мерную колбу вместимостью 100 мл, вносят 1-2 мл деионизированной воды, затем 0,4 мл н-пропилового спирта и доводят объем раствора деионизированной водой до метки (температура воды и н-пропилового спирта должна быть 20 ⁰С ±2⁰С).

4.3.3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 100 МЛ РАСТВОРА 50% ТРИХЛОРУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ.

Взвешивают 50 г трихлоруксусной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Трихлоруксусную кислоту растворяют в деионизированной воде и доводят объем раствора деионизированной водой до метки, тщательно перемешивают.

4.4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ.

4.4.1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 100 МЛ РАСТВОРА 1% ЭТИЛОВОГО СПИРТА.

Для приготовления раствора берут этиловый спирт с объемной концентрацией этанола не менее 75 об % (исходный раствор). По объемной концентрации этанола в исходном растворе определяют массовую концентрацию C_0 и плотность раствора ρ_0 . По массовой концентрации $C_1=1\%$ определяют плотность 1% раствора этанола $\rho_1= 0.9964$. Рассчитывают объем исходного раствора V_0 необходимый для приготовления 1% раствора этанола в объеме $V_1=500$ мл по формуле:

$$V_0 = V_1 \frac{\rho_1 C_1}{\rho_0 C_0} \quad (1)$$

Используя пипетку вместимостью 10 мл, переносят рассчитанный объем V_0 исходного раствора в мерную колбу и доводят объем раствора деионизированной водой до 500 мл.

4.4.2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 50 МЛ ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ 0,1‰, 0,3‰, 1‰, 2‰, 4‰, 6‰ ЭТИЛОВОГО СПИТРА

Приготовление растворов проводят в соответствии с данными указанными в таблице 3.

Необходимый объем 1‰ раствора этанола переносят пипеткой в мерную колбу емкостью 50 мл содержащую небольшое количество деионизированной воды и доводят объем раствора деионизированной водой до метки.

Таблица 3.

Таблица исходных объемов рабочего - 1%, водного раствора этилового спирта для эталонных растворов.

Приготавливаемая Концентрация,‰	Объем исходного раствора, мл	Емкость пипетки,мл
0,1	0,5	1
0,3	1,5	2
1	5	5
2	10	10
4	20	10*
6	30	10* *

* Раствор переносят в два приема по 10 мл каждый.

* * Раствор переносят в три приема по 10 мл каждый

4.5.ТРЕБОВАНИЯ МАРКИРОВКИ И УСЛОВИЙ ХРАНЕНИЯ РАСТВОРОВ.

4.5.1. На ёмкостях с готовыми растворами должны быть наклеены этикетки с указанием наименования раствора, его концентрации, даты приготовления и срока хранения.

4.5.2. Раствор натрия нитрита хранят в ёмкостях из темного стекла с притертой пробкой при температуре от 0⁰ до 5⁰С, срок хранения 1 месяц.

4.5.3. Раствор трихлоруксусной кислоты, хранят в ёмкостях из стекла с притертой пробкой при температуре от 0⁰С до 5⁰С, срок хранения 1 месяц.

4.5.4. Раствор н-пропанола хранят в ёмкостях из темного стекла с притертой пробкой при температуре 0⁰С до 5⁰С, срок хранения 5 суток.

4.5.5. Растворы этанола хранят в ёмкостях из стекла с притертой пробкой при температуре от 0⁰С до 5⁰С, срок хранения 5 суток

4.6. СТАНДАРТИЗАЦИИ ОБОРУДОВАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ СПИРТОВ

4.6.1. Раствор смеси спиртов для качественного определения.

4.6.1.1. Приготовление стандартной смеси: В колбу вместимостью 100 мл вносят по 0,06 мл метилового и этилового спирта, и по 0,12 мл н-амилового, изоамилового, н-бутилового, изобутилового, н-пропилового, изопропилового спиртов. Доводят до метки деионизированной водой и перемешивают. Смесь хранят в ёмкостях из темного стекла с притертой пробкой при температуре от 0° до 5°C, срок хранения 1 месяц.

4.6.1.2. Анализ смеси спиртов проводится по следующей методике: В пенициллиновый флакон содержащий 0,5 мл 50% раствора ТХУ вносят 0,5 мл смеси восьми спиртов. Флакон закрывают стандартной резиновой пробкой, фиксируют пробку к горловине и тщательно перемешивают. Затем во флакон шприцем через пробку добавляют 0,3 мл раствора нитрита натрия и встряхивают маятникообразными движениями 20-30 раз, Флакон оставляют на 1 минуту. После чего из флакона шприцем путем прокола пробки отбирают 1 мл паро-газовой фазы, которую тотчас вводят в прибор. Фиксируют времена выхода пиков алкилнитритов. В дальнейшем идентификацию проводят по полученным временам удерживания. Исследуемую пробу исследуют в тех же условиях и по той же методике.

4.7. КАЛИБРОВКА ОБОРУДОВАНИЯ.

Калибровка выполняется каждый раз после перерыва в измерениях более 1 недели, установки, настройки и ремонта хроматографа, замены колонки.

Калибровка выполняется по методу внутреннего стандарта, при этом для расчета используется отношение высот или площадей пика этилнитрита к пику пропилнитрита.

Для каждой концентрации проводят 3 измерения.

Калибровку проводят используя смесь эталонных растворов этилового спирта и внутреннего стандарта, которую готовят непосредственно перед калибровкой путём смешения точно измеренных равных объёмов эталонного раствора и внутреннего стандарта.

4.7.1. Во флакон вносят 0,5 мл раствора трихлоруксусной кислоты. В другом флаконе смешивается 2 мл исследуемой пробы и 2 мл 0,4% раствора пропанола. Из этого флакона отбирается 1 мл смеси и переносится во флакон с трихлоруксусной кислотой. Флакон закрывают резиновой пробкой и фиксируют в горловине флакона, перемешивают.

4.7.2. После перемешиваний за минуту до начала измерения во флакон шприцом вводят 0,3 мл 50% раствора нитрита натрия. Содержимое флакона встряхивают (около 30 маятникообразных движений) и оставляют на 1 минуту.

4.7.3. Из флакона шприцем путем прокола пробки отбирают 0,5 мл парогазовой фазы, вводят в хроматограф и начинают анализ. Регистрируют хроматограмму. После сбора данных 12 измерений, для трёх проб каждой концентрации, проводится градуировка с помощью программного обеспечения в зависимости от типа используемого хроматографа.

4.8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАКТОРА ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ

Определение фактора чувствительности проводится перед каждой серией измерений, по одной пробе каждой концентрации ежедневно. Средствами

контроля служат эталонные растворы этилового спирта с внутренним стандартом (н-пропилового спирта) с содержанием этилового спирта 0,1%, 0,3% и 6%, которые подвергаются газохроматографическому исследованию в тех же условиях, что и исследуемые пробы.

4.8.1. Во флакон вносят 0,5 мл раствора трихлоруксусной кислоты. В другом флаконе смешивается 2 мл исследуемой пробы и 2 мл 0,4% раствора пропанола. Из этого флакона отбирается 1 мл смеси и переносится во флакон с трихлоруксусной кислотой. Флакон закрывают резиновой пробкой и фиксируют в горловине флакона, перемешивают.

4.8.2. После перемешивания за минуту до начала измерения во флакон шприцом вводят 0,3 мл 50% раствора нитрита натрия. Содержимое флакона встряхивают (около 30 маятникообразных движений) и оставляют на 1 минуту.

4.8.3. Из флакона шприцом путем прокола пробки отбирают 0,5 мл парогазовой фазы, вводят в хроматограф и начинают анализ. Регистрируют хроматограмму. Если расхождения во временах удерживания спиртов превышают 5%, вносят соответствующие изменения в идентификационную таблицу компонентов.

4.9. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ.

Исследование проводится для установления наличия в анализируемых пробах этилового спирта и н-пропилового спирта. В случае обнаружения н-пропилового спирта необходимо использовать в качестве внутреннего стандарта другой спирт, например изо-пропиловый (О.С.Ч).

4.9.1. Измерение без внесения внутреннего стандарта.

Во флакон вносят 0,5 мл 50% раствора трихлоруксусной кислоты, после чего – 0,5 мл исследуемой пробы. Флакон закрывают резиновой пробкой, пробку фиксируют в горловине флакона, смесь перемешивают.

4.9.2. После перемешиваний за минуту до начала измерения во флакон шприцом вводят 0,3 мл 30% раствора натрия нитрита. Содержимое флакона встряхивают (около 30 маятникообразных движений) и оставляют на 1 минуту.

4.9.3. Из флакона шприцом путем прокола пробки отбирают 0,5 мл парогазовой фазы, вводят в хроматограф и начинают анализ. Анализ проводится в течение того времени, которое должно быть не менее времени выхода используемого внутреннего стандарта (при использовании в качестве внутреннего стандарта н-пропанола обычно среднее значение времени анализа составляет 2 минуты).

При обнаружении пиков регистрируют времена удерживания компонентов, идентифицируют алкилнитриты по временам удерживания в соответствии с компонентами тестовой смеси спиртов, фиксируют их высоты. Регистрируют результат.

4.9.4. Измерение с внутренним стандартом (первое измерение).

Во флакон вносят 2 мл исследуемой пробы и 2 мл 0,4% раствора пропанола, тщательно перемешивают.

4.9.5. Далее отбирают 1 мл смеси и переносят во флакон, содержащий 0,5 мл 50% раствора трихлоруксусной кислотой. Флакон закрывают резиновой пробкой и фиксируют в горловине флакона, перемешивают. Далее выполняют действия согласно п.п. 4.10.2, 4.10.3.

Если измерения без внутреннего стандарта и первого измерения с внутренним стандартом показали отсутствие этилового спирта в пробе, то повторное измерение с внутренним стандартом не проводится. Констатируют отсутствие этилового спирта, регистрируют результат.

Если измерение показало присутствие этилового спирта в пробе необходимо провести второе измерение с внутренним стандартом согласно п.10.5.

При судебно-медицинской экспертизе трупного материала в случаях, когда забор крови не представляется возможным, на судебно-химическое исследование направляют ликвор, стекловидное тело, перикардальную жидкость, которые исследуются по той же методике описанной выше.

Также могут направляться на исследования ткани глубоких мышц бедра, и ткань почки (средняя проба). Исследования тканей мышц и органов проводится по той же методике, их навеска берётся в граммах.

4.9.6. Измерение без внесения внутреннего стандарта (1-е измерение). Во флакон вносят 0,5 мл 30% раствора трихлоруксусной кислоты, после чего вносят 0,5 грамм гомогенизата средней пробы ткани (мышцы или почки). Флакон закрывают резиновой пробкой, пробку фиксируют в горловине флакона, смесь перемешивают. Далее выполняют действия согласно п.п. 4.9.2, 4.9.3.

4.9.7. Измерение с внутренним стандартом (первое измерение). Во флакон вносят 0,5 мл 30% раствора трихлоруксусной кислоты, после чего - 0,5 грамм гомогенизата средней пробы ткани и 0,5 мл 0,4% раствора пропанола. Флакон закрывают резиновой пробкой и фиксируют в горловине флакона, перемешивают. Далее выполняют действия согласно п.п. 4.9.2, 4.9.3.

Если измерения без внутреннего стандарта и первого измерения с внутренним стандартом показали отсутствие этилового спирта в пробе, то второе измерение с внутренним стандартом не проводится. Констатируют отсутствие этилового спирта, регистрируют результат.

Если измерение показало присутствие этилового спирта в пробе необходимо провести второе измерение с внутренним стандартом согласно п.10.7.

4.10. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ.

При результате определения концентрации этилового спирта более 6 ‰, необходимо проводить разбавление пробы. Разбавление пробы проводят деионизированной водой, и учитывают соотношение разбавления при расчёте содержания этилового спирта.

Например: При разбавлении пробы в соотношении 1:2, результаты повторных измерений пробы соответственно увеличивают в два раза.

Вследствие не однородности исследуемых биологических жидкостей для расчёта концентрации этилового спирта используются коэффициенты пересчета: для крови - 0,95, для мочи - 1,05. При разбавлении проб при расчетах коэффициенты пересчета не используют.

Для ликвора, стекловидного тела, содержимого желудка, тканей глубоких мышц бедра, ткани почки (средняя проба) коэффициент пересчета принимают за 1,0.

4.11. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов 2-х параллельных измерений, если Показатель сходимости не более $0,050 \cdot \bar{C} + 0,0352$.

\bar{C} - среднее значение концентрации параллельных измерений

C- концентрация стандартного раствора этилового спирта используемого для проверки градуировочной характеристики.

В случае расхождения между результатами параллельных измерений больше указанных в таблице, измерения повторяют дважды, и окончательный результат рассчитывают исходя из результатов четырех измерений.

Учитывая высокие разрешающие возможности метода и литературные данные о физиологических нормах, а также влияние начальных гнилостных процессов на результаты, в случае содержания этилового спирта в пробе до 0,1‰ включительно, дается заключение об отсутствии в исследуемых объектах этилового спирта.

При обнаружении содержания этилового спирта в пробе в концентрации свыше 0,1‰, выносится заключение об его обнаружении, и результат выдаётся в числовых показателях, с точностью до сотых долей.

При длительном хранении биологических объектов, возможны процессы гниения, приводящие к получению результатов, не связанных с употреблением алкогольных напитков. В этой связи в случаях поступления биологических объектов направленных на определение содержания этилового спирта, период хранения и доставки, которых составляет более 10 дней, а также при поступлении объектов исследования с гнилостными изменениями, в выводах необходимо производить пометку об относительности результатов исследования.

Интерпретация результатов даётся лицом (органом) направившим материал.

4.12.Примечание:

4.12.1. После проведения серии из 10-15 измерений, но не реже, чем через 1 час, и после окончания измерений устанавливают температуру термостата колонок 95⁰С на 15-20 минут для удаления из колонки воды. После чего, при необходимости продолжения измерений, вновь устанавливают оптимальную температуру в термостате (60⁰С).

4.12.2. Вариацией температуры термостата колонок и скорости потока газа-носителя можно повысить эффективность разделения.

4.12.3. Колонка работоспособна более одного года при условии соблюдения температурного режима (не выше 95⁰С) и чистоты газа-носителя. Необходимо также избегать перегрузки колонок большим количеством исследуемой пробы (не более 1 см³ парогазовой фазы или 5 мкл жидкой пробы).

5. Заключение

Чувствительность для этилового спирта составляет 0,01%. Методика позволяет идентифицировать этиловый спирт в любых объектах и

определения его концентрации, в том числе биологических объектах судебной химико-токсикологической экспертизы, чувствительность методики на уровне естественного содержания искомого вещества, что обеспечивает решение вопроса по установлению алкогольного опьянения. В судебно-химическом анализе и в диагностике алкогольного опьянения наиболее предпочтительным, а иногда и единственным допустимым методом идентификации и количественного определения спиртов является метод газожидкостной хроматографии.

6. Список использованных источников

- 6.1. Степанов В.А., Степанов Е.В. Качественное обнаружение и количественное определение спиртов (С1-С5) в биологических жидкостях с применением аппаратно-программного комплекса «Хроматэк-Кристалл 2000М».
- 6.2. О проблемных вопросах организации производства судебно-медицинских экспертиз: сборник материалов Всероссийской научно-практической конференции, Москва, 5-6 ноября 2009 г. /под общ. ред. проф. В.В.Колкутина.- М.-2009.-С.354-360.
- 6.3. О судебно-медицинской диагностике смертельных отравлений этиловым алкоголем и допускаемых при этом ошибках. Минздрав СССР: Методические указания от 03.07.1974
- 6.4. Методическое письмо «Об обнаружении и определении этилового алкоголя и крови и моче методом газожидкостной хроматографии», М., 1971.
- 6.5. Методическое письмо «Об обнаружении и определении этилового спирта в трупном материале и судебно-медицинской оценке результатов судебно-химического анализа», М., 1961 г.
- 6.6. Методическое письмо «Об определении этилового алкоголя и крови и моче трупов фотометрическим методом», М., 1964 г.
- 6.7. Методическое письмо «О дефектах при производстве судебно-химических экспертиз», М., 1966 г.

7. Приложение

Необходимые средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы.

7.1. Средства измерений

Автоматизированный газовый хроматограф «Кристаллюкс 4000М» ТУ 4300-002-41390585-2002 с детектором по теплопроводности.

Версия программного обеспечения «NetChrom v 2.1» или выше.

Колба мерная 2-500-2 ГОСТ 8.234-77.

Колба мерная 2-250-2 ГОСТ 8.234-77.

Колба мерная 2-100-2 ГОСТ 8.234-77.

Колба мерная 2-50-2 ГОСТ 8.234-77.

Цилиндр измерительный 100 ГОСТ 8.234-77.

Стаканчики для взвешивания СВ-34/12 ГОСТ 25336-82.

Дозатор пипеточный переменного объема однокональный ДВП-1-100-1000 ГОСТ 8234-77 Меры вместимости

Пипетка мерная 1-1-2-1 ГОСТ 8.234-77.

Пипетка мерная 1-1-2-2 ГОСТ 8.234-77.

Пипетка мерная 1-1-2-5 ГОСТ 8.234-77.

Пипетка мерная 1-1-2-10 ГОСТ 8.234-77.

Ареометр для спирта АСП-Т ГОСТ 18481 -81.

Термометр лабораторный ГОСТ 28498-90.

Весы лабораторные ГОСТ 8.520-2005 высокого класса точности.

Газоплотный шприц типа «Hamilton» объемом 10 мкл; погрешность $\pm 1\%$.

Линейка измерительная ГОСТ 427-75

Психрометр ТУ 25-1607-054-85 и МИ 737-83

7.2. Реактивы

Гелий газообразный очищенный марки Б ТУ 51-940-80 изм 1-5

Вода очищенная ФС 42-2619-97

Кислота трихлоруксусная ТУ 6-09-1926-77

Натрия нитрит ТУ 6-09-590-75

Спирт метиловый ГОСТ 6995-77

Спирт этиловый 95% ГФХ ст. 631

Спирт изопропиловый ТУ 6-09-402-87

Спирт пропиловый ТУ 6-09-402-87

Спирт изобутиловый ГОСТ 6016-77

Спирт бутиловый ГОСТ 6006-78

Спирт изоамиловый ТУ 6-09-40-703-85

Спирт амиловый ТУ 6-09-3467-79

Квалификация используемых реактивов должна быть не ниже «ч.д.а».

Допускается использовать в качестве внутреннего стандарта изопропиловый спирт (о.с.ч.) вместо пропилового спирта.

Вспомогательные устройства и материалы.

Насадочная колонка – длина 2м, диаметр 3мм, фаза 7% ПФМС-4, насадка – хроматон АW-DMCS 0,16 – 0,20 мм.

Иглы к шприцам типа «Hamilton» (для отбора парогазовой фазы).

Шкаф сушильный.

Шкаф вытяжной.

Холодильник бытовой.

Фиксаторы для пробок. Для фиксации пробок можно использовать контейнеры с навинчивающейся крышкой

Дистиллятор.

7.3. Допускается использование других средств измерения, устройств и материалов, которые не уступают по своим характеристикам средствам измерения, устройствам и материалам, описанным в данной методике.