РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ
Міністэрства аховы здароўя
ГАЛОЎНЫ ДЗЯРЖАЎНЫ САНІТАРНЫ ЎРАЧ РЭСПУБЛІКІ БЕЛАРУСЬ
220048, г. Мінск, вул. Мяснікова, 39
факс 220-64-59 gost.e-ecolog.ru

Телефон 222-69-97

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ
Министерство здравоохранения
ГЛАВНЫЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ САНИТАРНЫЙ ВРАЧ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
220048, г. Минск, ул. Мясникова, 39
факс 220-64-59 E-mail:gost.e-ecolog.ru

«31» октября 2005 г. № _____

На № _____

ПОСТАНОВЛЕНИЕ № 159

Об утверждении Сборника Инструкций 4.1.10-12-35 - 2005 – 4.1.10-12-49- 2005 «Методики выполнения измерений концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения»

В целях исполнения Закона Республики Беларусь «О санитарно-эпидемическом благополучии населения» в редакции от 23 мая 2000 года (Национальный реестр правовых актов Республики Беларусь, 2000 г., № 52, 2/172) постановляю:

1. Утвердить прилагаемый Сборник инструкций 4.1.10-12-35-2005 – 4.1.10-12-49 - 2005 «Методики выполнения измерений концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения» и ввести его в действие на территории Республики Беларусь с 01 марта 2006 г.

2. Главным государственным санитарным врачам областей и г. Минска довести данное постановление до сведения всех заинтересованных и установить контроль за его выполнением.

М.И. Римжа

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
Постановление
Главного государственного
санитарного врача
Республики Беларусь
31.10.2005 № 159

Инструкция 4.1.10-12-39-2005 «МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТОНА, МЕТАНОЛА, БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА, ЭТИЛБЕНЗОЛА, ПЕНТАНА, О-, М-, П-КСИЛОЛА, ГЕКСАНА, ОКТАНА И ДЕКАНА В ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ»

Настоящая Инструкция устанавливает газохроматографическую методику выполнения измерений концентраций ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения в диапазоне концентраций 0,005-20 мг/дм^3.

1. Характеристика веществ

Физико-химические свойства ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, о-, м-, п-ксилола, пентана, гексана, октана и декана представлены в таблице 1 приложения 1, а их гигиенические нормативы – в таблице 2 приложения 1 к настоящей Инструкции.

2. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 13 % при доверительной вероятности 0,95.

3. Метод измерений

Измерения концентраций анализируемых соединений выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Метод основан на извлечении соединений из воды газовой экстракцией при нагревании в замкнутом объеме и последующем анализе равновесной паровой фазы на приборе.

Нижний предел измерения – 0,025 мкг.

Определению не мешают галоген-, азот- и серосодержащие соединения.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

4.1. Средства измерений

Хроматограф газовый типа Цвет-530 или 3700 с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические лабораторные типа ВЛА-200	ГОСТ 24104-2001
Линейка измерительная	ГОСТ 427-75
Лупа измерительная	ГОСТ 225706-83
Меры массы	ГОСТ 7328-2001
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е
Секундомер	ТУ 25-1819.0021-90
Термостат водяной	
Флаконы стеклянные вместимостью 10 $см^3$ с резиновыми пробками и металлическими держателями, ФО-1-10-Б-1	ТУ 64-2-10-87

4.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из кварцевого стекла длиной 25 м и внутренним диаметром 0,3 мм с жидкой фазой SE-54 (толщина пленки 5 мк)	
Дистиллятор	
Редуктор водородный	
Редуктор кислородный	
Электроплитка	ГОСТ 14919-83

4.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Водород сжатый	ГОСТ 3022-80
Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Перчатки хлопчатобумажные	

4.4. Реактивы

Ацетон, чистый для анализа (ч.д.а.)	ГОСТ 2768-84
Бензол, химически чистый (далее – х.ч.)	ГОСТ 5955-75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Гексан, декан, пентан - реагенты для хроматографии	
м-Ксилол, х.ч.	ТУ 6-09-4556-77

о-Ксилол, х.ч.	ТУ 6-09-915-76
Метанол, х.ч.	ГОСТ 6995-77
Октан, х.ч.	ТУ 6-09-661-76
Толуол, х.ч.	ГОСТ 5789-78
Этилбензол, х.ч.	ГОСТ 9385-77

Могут быть использованы реактивы-эквиваленты, средства измерений и вспомогательные устройства, по точности и квалификации, не уступающие указанным в настоящей Инструкции.

5. Требования безопасности

5.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и ГОСТ 12.1.007-76 «Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования».

5.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и руководством по эксплуатации прибора.

5.3. При отборе проб разогретым шприцем надевают на руки хлопчатобумажные перчатки.

6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика с опытом работы на газовом хроматографе, изучивших настоящую Инструкцию.

7. Условия выполнения измерений

Приготовление растворов, подготовку проб к анализу, выполнение измерений на газовом хроматографе согласно ГОСТ 15150-69 «Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды», ГОСТ 27025-86 (СТ СЭВ 804-77) «Реактивы. Общие требования по проведению испытаний», технической документации к прибору и настоящей Инструкции осуществляют при следующих условиях:

температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)\ ^0C$;
относительная влажность воздуха	не более 80 %
атмосферное давление	630-800 мм рт. ст.

8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

8.1. Приготовление растворов

Исходные стандартные растворы № 1 ацетона и метанола для градуировки (с = 0,1 мг/см^3). По 25 мг каждого вещества вносят в колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения растворов – 1 месяц.

Исходные стандартные растворы № 2 бензола, толуола, этилбензо-ла, о-ксилола, м-, п-ксилола, пентана, гексана, октана и декана для градуировки (с = 0,1 мг/см^3). По 10 мг каждого вещества вносят в колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки метанолом и перемешивают. Срок хранения растворов – 1 месяц.

Рабочие растворы бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилола для градуировки (с = 0,01 мг/см^3). По 5 см^3 исходных стандартных растворов № 2 вносят в колбы вместимостью 50 см^3, доводят до метки метанолом и перемешивают. Срок хранения растворов – 1 месяц.

Градуировочные растворы ацетона и метанола готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см^3. Для этого в каждую колбу вносят исходный стандартный раствор № 1 для градуировки в соответствии с таблицей 1 приложения 2 к настоящей Инструкции, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы пентана, гексана, октана, декана готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см^3. Для этого в каждую колбу вносят исходный стандартный раствор № 2 в соответствии с таблицей 2 приложения 2 к настоящей Инструкции, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Градуировочные растворы бензола, толуола, этилбензола, о-кси-лола, м-, п-ксилолов готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см^3. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор в соответствии с таблицей 3 приложения 2 к настоящей Инструкции, доводят объем до метки дистиллированной водой.

8.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую капиллярную колонку, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 2,5 см^3/минуту при температуре 250^{0}С в течение 18 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

8.3. Установление градировочной характеристики

Градуировочные характеристики устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах. Они выражают зависимость

площади пика соответствующего вещества на хроматограмме ($мм^2$) от концентрации ($мг/дм^3$) и строятся по 7-ми сериям растворов для градуировки.

По 5 $см^3$ каждого градуировочного раствора помешают в стеклянный флакон, закрывают резиновой пробкой, прижимают ее металлическим держателем, опускают нижнюю половину флакона в термостат и выдерживают его при температуре 80^0С в течение 60 минут. Нагретым до 80^0С шприцем отбирают пробу воздуха объемом 2 $см^3$ над раствором, вводят в испаритель хроматографа и анализируют при следующих условиях:

Температура термостата колонки программируется от 50^0С (7 мин в изотермическом режиме) до 150^0С со скоростью 5 градусов/минуту.

Температура испарителя	250^0С
Температура детектора	250^0С
Расход азота через колонку	2 $см^3$/мин
Расход азота, сбрасываемого в испарителе	5 $см^3$/мин
Расход азота, поддуваемого в детектор	40 $см^3$/мин
Чувствительность шкалы электрометра	50 х 10^{-12} А
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/час
Время удерживания метанола	2 мин 06 сек
ацетона	3 мин 12 сек
пентана	4 мин 28 сек
гексана	6 мин 35 сек
бензола	10 мин 18 сек
толуола	16 мин 48 сек
октана	17 мин 10 сек
этилбензола	20 мин 10 сек
м-, п-ксилолов	21 мин 22 сек
декана	27 мин 03 сек
о-ксилола	28 мин 18 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков компонентов и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочные характеристики для каждого вещества. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при изменении условий газохроматографического разделения смеси на колонке.

8.4. Отбор проб

Отбор проб воды производят в соответствии с требованиями СТБ ГОСТ Р 51593-2001 «Вода питьевая. Отбор проб» в бутыли из темного стекла.

9. Выполнение измерений

При выходе прибора на режим 5 $см^3$ пробы воды помещают во флакон и обрабатывают по схеме, аналогичной установлению градуировочных характеристик, затем отбирают над раствором 2 $см^3$ парогазовой (воздушной)

фазы, вводят ее в испаритель хроматографа и включают программирование температурного режима колонок. Анализ проводят в условиях построения градуировочной характеристики (п. 8.3).

На хроматограмме рассчитывают площади пиков.

10. Вычисление результатов измерений

Концентрацию анализируемого вещества (мг/дм^3) определяют по градуировочной характеристике.

Настоящая Инструкция создана на основе МУК 4.1.650-96 «Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде» разработанных А.Г. Малышевой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва) и Е.Е. Сотниковым (Всероссийский центр медицины катастроф МЗ и МП РФ, г. Москва), утвержденных заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 31 октября 1996 г.

Приложение 1
к Инструкции 4.1.10-12-39-2005
«Методика выполнения измерений концентраций ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде методом газовой хроматографии»

Таблица 1

Физико-химические свойства веществ

Наименование вещества	Формула	Молек. масса	$T_{кип.}$, ^0C	Плотность, г/см^3	Растворимость, г/л		
					вода	этанол	эфир
Ацетон	C_3H_6O	58,08	56,24	0,791	~	~	~
Метанол	CH_3OH	32,04	64,06	0,793	~	~	~
Бензол	C_6H_6	76,00	80,01	0,879	0,72	~	~
Толуол	C_7H_8	92,00	110,00	0,867	0,57	~	~
Этилбензол	$C_6H_5C_2H_5$	106,17	136,15	0,867	0,14	~	~
о-Ксилол	$C_6H_4(CH_3)_2$	106,17	144,41	0,881	н. р.	л. р.	л. р.
м-, п-Ксилолы	$C_6H_4(CH_3)_2$	106,17	139,10 138,35	0,864 0,861	н. р.	л. р.	л. р.
Пентан	C_5H_{12}	72,15	36,07	0,626	0,036	~	~
Гексан	C_6H_{14}	86,18	68,70	0,659	0,014	50	р.
Октан	C_8H_{18}	114,00	124,00	0,703	0,0015	р.	р.
Декан	$C_{10}H_{22}$	144,00	174,00	0,730	н. р.	~	~

Примечание: ~ смешивается с водой в любых соотношениях; н. р. – нерастворимо; р. - растворимо; л. р. – легко растворимо

Таблица 2

Гигиенические нормативы анализируемых веществ

Наименование вещества	ПДК, мгл	Класс опасности
Ацетон	-	-
Метанол	3,0	2
Бензол	0,01	2
Толуол	0,5	4
Этилбензол	0,01	4
о- Ксилол	0,05	3
м-, п- Ксилолы	0,05	3
Пентан	-	-
Гексан	-	-
Октан	-	-
Декан	-	-

Приложение 2
к Инструкции 4.1.10-12-39-2005
«Методика выполнения измерений концентраций ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде методом газовой хроматографии»

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций ацетона и метанола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного стандартного раствора (с = 0,1 мг/см^3), см^3	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0	100,0	200,0
Концентрация вещества, мг/дм^3	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	10,0	20,0

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций пентана, гексана, октана, декана в воде

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного стандартного раствора (с = 0,1 мг/см^3), см^3	1,0	5,0	10,0	30,0	60,0	80,0	100,0
Концентрация вещества, мг/дм^3	0,1	0,5	1,0	3,0	6,0	8,0	10,0

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилолов

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего раствора (с = 0,01 мг/см^3), см^3	0,5	2,0	5,0	10,0	30,0	60,0	100,0	200,0
Концентрация вещества, мг/дм^3	0,005	0,02	0,05	0,1	0,3	0,6	1,0	2,0

gost.e-ecolog.ru