Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения

Сборник методических указаний
МУК 4.1.646–4.1.660–96

Издание официальное

Минздрав России
Москва 1997

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения

Сборник методических указаний
МУК 4.1.646—4.1.660—96

ББК 51.21я8
М54

М54 **Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения: Сборник методических указаний.–М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997.—112 с.**

ISBN 5—7508—0080—6

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Малышева А. Г. (руководитель), Зиновьева Н. П., Суворова Ю. Б., Растянников Е. Г., Топорова И. Н., Евстигнеева М. А., при участии Кучеренко А. И. (Госкомсанэпиднадзор России).

2. Утверждены и введены в действие Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации С. В. Семеновым 31 октября 1996 года.

3. Введены впервые.

ББК 51.21я8

Редакторы Максакова Е. И., Карнаухова А. А.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 12.05.97.

Формат 60x88/16 Печ. л. 7,0

Тираж 5000 экз. Заказ 6712

ЛР № 020877 от 20.05.94 г.
Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати
Информационно-издательским центром Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11. Отдел реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с готового оригинал-макета в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия "Первая Образцовая типография" Комитета Российской Федерации по печати.
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10

© Информационно-издательский центр Минздрава России

Содержание

Область применения ... 4
Методические указания по газохроматографическому определению галогенсодержащих веществ в воде: МУК 4.1.646—96 ... 6
Методические указания по газохроматографическому определению фенола в воде: МУК 4.1.647—96 ... 13
Методические указания по газохроматографическому определению анилина и о-толуидина в воде: МУК 4.1.648—96 ... 22
Методические указания по хромато-масс-спектрометрическому определению летучих органических веществ в воде: МУК 4.1.649—96 ... 29
Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде: МУК 4.1.650—96 ... 39
Методические указания по газохроматографическому определению толуола в воде: МУК 4.1.651—96 ... 47
Методические указания по газохроматографическому определению этилбензола в воде: МУК 4.1.652—96 ... 53
Методические указания по реакционно-хроматографическому определению формальдегида в воде: МУК 4.1.653—96 ... 59
Методические указания по газохроматографическому определению бутаналя, бутанола, изобутанола, 2-этилгексаналя, 2-этилгексеналя и 2-этилгексанола в воде: МУК 4.1.654—96 ... 66
Методические указания по газохроматографическому определению диметилового эфира в воде: МУК 4.1.655—96 ... 75
Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата и метилметакрилата в воде: МУК 4.1.656—96 ... 81
Методические указания по газохроматографическому определению бутилакрилата и бутилметакрилата в воде: МУК 4.1.657—96 ... 89
Методические указания по газохроматографическому определению акрилонитрила в воде: МУК 4.1.658—96 ... 97
Методические указания по газохроматографическому определению динила в воде: МУК 4.1.659—96 ... 103
Методические указания по газохроматографическому определению дивинилбензола в воде: МУК 4.1.660—96 ... 108

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Председателя
Госкомсанэпиднадзора России
заместитель Главного государственного
санитарного врача Российской Федерации
С.В.Семенов
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.646—4.1.660—96
Дата введения – с момента утверждения

Область применения

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде предназначены для использования органами государсвенного санитарно-эпидемиологического надзора при осуществлении государственного контроля за соблюдением требований к качеству воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения, водохозяйственными организациями, производственными лабораториями предприятий, контролирующими состояние водных объектов, а также научно-исседовательскими институтами, работающими в области гигиены водных объектов.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 8.010—90 "Методики выполнения измереий", ГОСТа 17.0.0.02—79 "Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения". В сборнике приведены методики по измерению концентраций 40 химических веществ.

Методики выполнены с использованием современных физико-химичесих методов исследования газовой хроматографии с различного вида детектированием, метрологически аттестованы и дают возможность контолировать содержание химических веществ на уровне и меньше их предельно допустимых концентраций в воде, установленных в СанПиН 2.1.4.559—96 "Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества", а для веществ не включенных в перечень нового документа – в действующих "Санитарных правилах и нормах охраны поверхностых вод от загрязнения".

Методические указания одобрены и приняты на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по санитарно-гигиеническому нормированию "Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение" Госкомсанэпиднадзора России и бюро секции по физико-хиическим методам исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии "Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды".

УТВЕРЖДЕНО
Первым заместителем Председателя Госкомсанэпиднадзора России – заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации
31 октября 1996 г.
МУК 4.1.658—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению акрилонитрила в воде

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания акрилонитрила в диапазоне концентраций 0,5—15 мг/дм^3.

$CH_2 = CH - CN$ мол. масса 53,6

Акрилонитрил (цианистый винил) – бесцветная жидкость со специфическим запахом. Акрилонитрил растворим в воде (17,3 % при 20 °С), хорошо растворим в этаноле, эфире. Температура плавления – 83 °С, температура кипения – 77 °С, плотность – 0,801 г/см^3 при 25 °С.

Акрилонитрил обладает раздражающим, эмбриотоксическим и мутагенным действием, проникает через неповрежденную кожу. Является канцерогеном группы 2А, относится ко 2-му классу опасности. ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования – 2,0 мг/дм^3 (мг/л).

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

7-6712

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 12 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентрации акрилонитрила выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Концентрирование акрилонитрила из воды осуществляют методом газовой экстракции с последующим анализом равновесной паровой фазы .

Нижний предел измерений в анализируемом объеме пробы 0,5 мг/дм^3. Определению не мешают дивинилбензол, алкилбензин, триэтилентетрамин, этилстирол, бензол, толуол.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—80 Е
Линейка масштабная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Меры массы Г-2-210б 2-го кл.	ГОСТ 7328—82 Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043—74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74 Е и 20292—74 Е
Секундомер, 2 кл. точности с погрешностью ± 0,1, СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215—73 Е
Шприц медицинский 2 см^3	ТУ 64—1—3776—83

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461 М	
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Термостат	ТУ 64—1—1411—72
Флаконы для медицинских препаратов из стекла НС-1 емкостью 40 $см^3$ с резиновыми прокладками и навинчивающимися крышками. В крышке высверлено отверстие диаметром 2,0 мм.	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Воздух сжатый	ГОСТ 11882—73
Водород сжатый	ГОСТ 3022—89
Стекловата или стекловолокно	
Перчатки хлопчатобумажные	

3.4. Реактивы

Апиезон L 5 % на хроматоне N-AW HMDS зернением 0,125—0,160 мм, готовая насадка для хроматографической колонки (производство "Chemapol", Чехия)	
Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Акрилонитрил, х. ч.	ГОСТ 14710—78

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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

5. Требования к квалификации операторов

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

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

6.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150—89 при температуре воздуха 20 ± 10 °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе производят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор акрилонитрила для градуировки (с = 100 мг/дм^3). 25 мг акрилонитрила вносят в мерную колбу вместимостью 0,25 дм^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 7 дней.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Стальную хроматографическую колонку, промытую растворителями (ацетоном, этиловым спиртом), высушенную в токе инертного газа, заполняют с помощью вакуум-насоса готовой насадкой. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой слоем 1 см, колонку помещают в термостат и, не подключая к детектору, кондиционируют газом-носи-

телем с расходом 50 $см^3$/мин, постепенно повышая температуру термостата колонок от 80 до 250 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 250 °С колонку выдерживают 4 часа. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки по 5-ти сериям градуировочных растворов акрилонитрила, каждая из которых состоит из 6-ти растворов. В мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ вносят исходные растворы для градуировки в соответствии с табл. 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы тщательно перемешивают. Готовят в день проведения измерений.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации акрилонитрила

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 100 мг/$дм^3$), $см^3$	0,125	0,25	0,5	1,25	2,5	3,75
Концентрация акрилонитрила, мг/$дм^3$	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	15,0

В стеклянные флаконы вместимостью 40 $см^3$ вносят по 20,0 $см^3$ градуировочных растворов, полученных согласно табл. 1, закрывают резиновыми прокладками с навинчивающимися крышками, устанавливают в термостат, нагретый до 90 °С и выдерживают 30 мин. Затем нагретым шприцем отбирают 3,0 $см^3$ паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	100 °С
Температура термостата испарителя	150 °С
Расход газа-носителя (азота)	40 $см^3$/мин
Расход водорода	35 $см^3$/мин
Расход воздуха	350 $см^3$/мин
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 2
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин
Время удерживания акрилонитрила	3 мин 15 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков акрилонитрила и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ($мм^2$) от концентрации ($мг/дм^3$) акрилонитрила.

7.4. Отбор проб

Отбор проб воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874—82, 4979—49, 17.1.5.04.81.

8. Выполнение измерений

20 $см^3$ пробы вносят во флакон, закрывают резиновой прокладкой с навинчивающейся крышкой. Пробу ставят в термостат, нагревают до 90 °С и выдерживают в течение 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 $см^3$ паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа для разделения в условиях анализа градуировочных растворов. На хроматограмме измеряют площадь пика акрилонитрила и по результатам 3-х измерений пробы находят среднее значение ($мм^2$).

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию акрилонитрила в воде ($мг/дм^3$) определяют по градуировочной характеристике.

Методические указания разработаны И. Н. Топоровой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды имени А. Н. Сысина, г. Москва).

gost.e-ecolog.ru