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 4.1.656—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению метилакрилата и метилметакрилата в воде

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания метилакрилата и метилметакрилата в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/дм^3.

$CH_2 = CH\text{-}COOCH_3$ мол. масса 86,09

Метилакрилат – бесцветная жидкость с резким специфическим запахом, в воде нестабильна. Температура кипения – 80,5 °С, плотность – 0,95 г/см^3. Растворима в органических растворителях, растворимость в воде 5,48 % (20 °С).

$CH_2=C(CH_3)\text{-}COOCH_3$ мол. масса 100,11

Метилметакрилат – бесцветная жидкость с резким специфическим запахом, в воде не стабильна. Температура кипения – 100,6 °С, плотность – 0,94 г/см^3; растворимость в воде 1,59 % (20 °С).

Метилакрилат и метилметакрилат обладают наркотическим, раздражающим и общетоксическим действием. Предельно допустимые концентрации этих веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования соответственно 0,02 и 0,01 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.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 11 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций метилакрилата и метилметакрилата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воды осуществляют методом газовой экстракции и улавливанием паров на твердый сорбент. Анализ проводят с использованием метода термодесорбции.

Нижний предел измерения 0,005 мг/дм^3.

Определению не мешают: спирты C_1 – C_4, ацетон, хлороформ, акролеин, акрилонитрил, этилакрилат, бутилакрилат, бутилметакрилат, ароматические углеводороды.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Весы аналитические ВЛА-200, 2-го кл.	ГОСТ 24104—88
Линейка измерительная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74, 20292—74
Реометр для измерения расхода газа-экстрагента	
Секундомер	ГОСТ 5072—70
Термометр ТМ-8	ГОСТ 212—78

3.2. Вспомогательные устройства

Колонки хроматографические длиной 3 м – 3 шт.

Втулка металлическая с внутренним конусом (рис.)	
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Насос вакуумный В11-461	
Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1	
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Трубки сорбционные металлические (рис.)	
Чашки фарфоровые	ГОСТ 9147—69

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Резиновая трубка	
Стекловата или стекловолокно	
Стеклянные заглушки	
Тефлоновая муфта	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Дидецилфталат, МР	ТУ 6—09—958—63
Метилакрилат	ТУ 8П—145—68
Метилметакрилат	ТУ ИРЕА 29—66
Полиметилсилоксан ПМС-100	
Полифенилметилсилоксан ПФМС-4	ГОСТ 15866—70
Силохром С-80, фр. 0,25—0,50 мм	ТУ 6—09—17—48—74
Хроматон N-AW-HMDS, 0,2—0,25 мм	
Эфир для наркоза	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы 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.

5. Требования к квалификации оператора

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—69 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 проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

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

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор метилакрилата и метилметакрилата для градуировки (с = 1,0 мг/см^3). 50 мг каждого вещества вносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы стабильны в течение 6 часов.

Рабочие растворы метилакрилата и метилметакрилата для градуировки (с = 1,0 мг/дм^3). 1,0 см^3 каждого исходного раствора вносят в мерные колбы вместимостью 1000 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы стабильны в течение 6 часов.

7.2. Подготовка хроматографа

Из испарителя хроматографа извлекают газонаправляющую трубку и помещают втулку для фиксации сорбционной трубки. При проведении измерений втулка находится в испарителе постоянно.

7.3. Подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки

Для определения концентрации метилакрилата и метилметакрилата используют 3 хроматографические колонки. Колонку № 1 заполняют насадкой, состоящей из 10 % ПМС-100 и 20% ПФМС-4 на хроматоне. 10 г ПМС-100 и 20 г ПФМС-4 растворяют в эфире и полученным раствором заливают 100 г твердого носителя. Фарфоровую чашку с насадкой помещают на водяную баню и, перемешивая, доводят насадку до сыпучего состояния.

Колонки №№ 2 и 3 заполняют насадкой, состоящей из 15 % дидецилфталата на Хроматоне NAW. 15 г дидецилфталата растворяют в эфире и полученным раствором заливают 100 г твердого носителя. Испарение эфира и подсушивание насадки проводят вышеуказанным способом.

Хроматографические колонки и сорбционные трубки перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, высушивают в токе газа-носителя и заполняют насадками с помощью вакуумного насоса. Колонки №№ 2 и 3 соединяют последовательно с помощью тефлоновой муфты. Заполненные колонки помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют при 150 °С в течение 8 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, выводят прибор на рабочий режим и записывают нулевую линию. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Насадка для сорбционных трубок. 0,5 г ПМС-100 растворяют в эфире и полученным раствором заливают 10 г силохрома С-80. Испарение эфира и подсушивание насадками проводят вышеуказанным способом. Сорбционные трубки заполняют готовой насадкой (по 0,4 г) и кондиционируют в испарителе хроматографа при 200 °С в течение 2 часов. Если нулевая линия стабильна, сорбционную трубку вынимают из испарителя, охлаждают и герметизируют стеклянными заглушками. Срок хранения кондиционированной сорбционной трубки – 1 неделя.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочный коэффициент устанавливают методом абсолютной градуировки на 5-ти сериях градуировочных растворов метилакрилата и метилметакрилата. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации метилакрилата и метилметакрилата

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 1,0 мг/$дм^3$), $см^3$	0,5	0,8	1,0	5,0	8,0	10,0
Концентрация метилакрилата и метилметакрилата, мг/$дм^3$	0,005	0,008	0,010	0,050	0,080	0,100

В поглотительные приборы с пористой пластинкой вводят по 5,0 $см^3$ градуировочных растворов каждой концентрации и проводят газовую экстракцию. Для этого к входному концу поглотительного прибора присоединяют источник газа-экстрагента (азота), к выходному – сорбционную трубку. Через поглотительный прибор пропускают азот со скоростью 0,1 $дм^3$/мин в течение 10 мин. Скорость пропускания азота контролируют реометром. Сорбционную трубку с отобранной пробой помещают в испаритель и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок:

с дидецилфталатом	90 °С
со смешанными фазами	70 °С
Температура испарителя	160 °С
Расход газа-носителя (азота)	40 $см^3$/мин
Расход водорода	40 $см^3$/мин
Расход воздуха	400 $см^3$/мин

Время удерживания на колонке с дидецилфталатом:

метилакрилата	6 мин 17 сек
метилметакрилата	10 мин 10 сек

Время удерживания на колонке со смешанными фазами:

метилакрилата	5 мин 23 сек
метилметакрилата	9 мин 53 сек

На полученной хроматограмме измеряют высоты пиков метилакрилата и метилметакрилата и по средним значениям из 5-ти серий вычисляют градуировочный коэффициент К для каждого вещества:

$$K = \frac{C}{X}, \text{ где}$$

С – концентрация градуировочного раствора, мг/дм^3;

Х – высота хроматографического пика, см.

7.5. Отбор проб

Для анализа отбирают 200 см^3 воды по ГОСТу 2761—84, 4979—49 и 17.1.5.04—81. Пробу помещают в склянки с притертыми пробками, заполняя доверху. Срок хранения пробы – 6 часов.

8. Выполнение измерений

5,0 см^3 исследуемой воды помещают в поглотительный прибор с пористой пластинкой и анализируют аналогично п. 7.3. На полученной хроматограмме измеряют высоту пиков метилакрилата и метилметакрилата.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию метилакрилата и метилметакрилата в пробе (мг/дм^3) вычисляют по формуле:

$$C = K \cdot X, \text{ где}$$

К – градуировочный коэффициент, мг/дм^3 · см;

Х – высота хроматографического пика, см.

Методические указания разработаны: Е. А. Комраковой (Нижегородский НИИ гигиены труда и профзаболеваний).

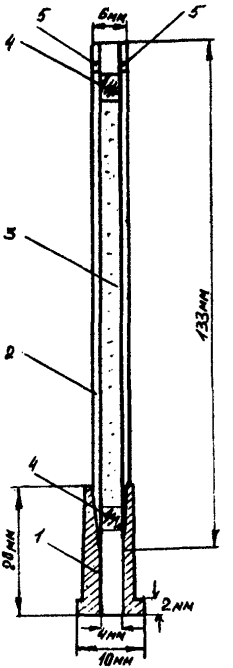

Рис. Схема устройства для термодесорбции примесей в испарителе хроматографа.

1 – крепежная втулка;

2 –сорбционная трубка;

3 – сорбент;

4 – пробки из стекловолокна;

5 – отверстие для газа-носителя.

gost.e-ecolog.ru