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 4.1.655—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению диметилового эфира в воде

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания диметилового эфира в диапазоне концентраций 2,5—80 мг/дм^3.

CH_3-O-CH_3 мол. масса 46,0

Диметиловый эфир – бесцветный газ, температура кипения – (– 4,5 °С), температура плавления – (– 138,5 °С), плотность – 2,091 г/дм^3. Растворим в спиртах, эфире, воде и концентрированной серной кислоте.

Обладает наркотическим действием. Класс опасности 4. Предельно допустимая концентрация в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения 5 мг/дм^3 (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 23,5 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций диметилового эфира выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Издание официальное

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

Концентрирование из воды осуществляют переводом диметилового эфира в равновесную паровую фазу.

Нижний предел измерения в объеме пробы – 2,5 мг/дм^3.

Определению не мешают: бензин, хлороформ, диэтиловый эфир.

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	ГОСТ 24104—80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74Е, 20292—80Е
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215—73Е
Шприц медицинский вместимостью 1 см^3	ТУ 64—1—378

3.2. Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая металлическая длиной 2,4 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461М	ТУ 26—06—459—69
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Капилляр стеклянный	
Пробки резиновые, марки ИР-119	ТУ 38—00—6108—76
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Термостат	ТУ 64—1—1411—72
Флаконы для медпрепаратов из стекла НС-1 вместимостью 50 см^3 с навинчиваю-	

щимися крышками. В крышке
высверлено отверстие диаметром 2 мм

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 11882—73
Стекловата или стекловолокно	
Трубки резиновые, диаметром 5 мм	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Диметиловый эфир, в баллоне с редуктором	
Натрия хлорид, ч.	ГОСТ 4233—77
Хромосорб NAW, фр. 0,25—0,35 мм – насадка для хроматографической колонки	

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 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—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 хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1.Приготовление растворов

Исходный раствор диметилового эфира для градуировки. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ воды, закрывают колбу пробкой и взвешивают. К редуктору баллона с диметиловым эфиром присоединяют резиновый шланг со стеклянным капилляром на конце. Капилляр опускают до дна мерной колбы, пропускают диметиловый эфир в течение 10 минут, вынимают капилляр, закрывают колбу пробкой и снова взвешивают. Доводят объем колбы до метки дистиллированной водой и по разнице навесок рассчитывают концентрацию диметилового эфира ($мг/дм^3$).

Рабочий раствор диметилового эфира для градуировки (с = 100 $мг/дм^3$) готовят соответствующим разведением исходного раствора дистиллированной водой. Все растворы используют свежеприготовленными.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадкой промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, высушивают в токе газа-носителя и заполняют насадкой с помощью вакуумного насоса. Заполненную колонку помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом 30 $см^3$/мин при температуре 100 °С в течение 8 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, выводят прибор на рабочий режим и записывают нулевую линию. При стабильной нулевой линии колонка готова к работе.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах диметилового эфира. Она выражает зависимость площади пика вещества на хроматограмме ($мм^2$) от концентрации диметилового эфира ($мг/дм^3$) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов готовят в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$. 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 диметилового эфира

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего р-ра (с = 100 $мг/дм^3$), $см^3$	1,25	5,0	10,0	20,0	30,0	40,0
Концентрация диметилового эфира, $мг/дм^3$	2,5	10,0	20,0	40,0	60,0	80,0

По 20 $см^3$ каждого градуировочного раствора помещают в флаконы, вместимостью 50 $см^3$, добавляют 6 г хлорида натрия и герметично закрывают навинчивающейся крышкой с отверстием и резиновой прокладкой. Флаконы и шприц помещают в термостат, нагретый до 60 °С, через 15 минут отбирают из флакона 1,0 $см^3$ паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа. Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	60 °С
Температура испарителя	100 °С
Расход газа-носителя (азота)	30 $см^3$/мин
Расход водорода	30 $см^3$/мин
Расход воздуха	300 $см^3$/мин
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 20
Время удерживания диметилового эфира	3 мин 20 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилового эфира и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочную характеристику.

7.4. Отбор проб

Для анализа отбирают 200 $см^3$ воды по ГОСТу 2761—84, 4979—49 и 17.1.5.04—81. Пробу не консервируют, герметично закрывают и анализируют в день отбора.

8. Выполнение измерений

20 $см^3$ исследуемой воды помещают в флакон емкостью 50 $см^3$, затем проводят обработку пробы и анализ аналогично п. 7.3. На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика диметилового эфира ($мм^2$).

9. Вычисление результатов измерений

По градуировочной характеристике находят концентрацию диметилового эфира в пробе ($мг/дм^3$).

Методические указания разработаны Ю. Б. Суворовой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).

gost.e-ecolog.ru