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 4.1.650—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде

Настоящие методические указания устанавливают методику газохроматографического количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания определяемых веществ в диапазоне концентраций 0,005—20 мг/дм^3.

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

Таблица 1

Физико-химические свойства веществ

Наименование вещества	Формула	Молек. масса	$T_{кип.}$, °С	Плотность, г/см^3	Растворимость, г/л		
					вода	этанол	эфир
1	2	3	4	5	6	7	8
Ацетон	C_3H_6O	58,08	56,24	0,791	~	~	~
Метанол	CH_3OH	32,04	64,06	0,793	~	~	~

Издание официальное

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

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8
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	$(CH_3)_2C_6H_4$	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:** *н. р. – нерастворимо; р – растворимо; л. р. – хорошо растворимо; ~ –смешивается с водой в любых соотношениях*

Таблица 2

Гигиенические нормативы анализируемых веществ

Наименование вещества	ПДК, мг/л	Класс опасности
Ацетон	3,00	3
Метанол	2,20	3
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	–	–

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерений

Измерения концентрации 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.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый типа Цвет-530 или 3700 с пламенно-ионизационным детектором	
Весы аналитические лабораторные типа 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
Секундомер СДС пр.1— 2— 000	ГОСТ 5072— 79
Термостат водяной	
Флаконы стеклянные вместимостью 10 $см^3$ с резиновыми пробками и металлическими держателями, ФО-1-10-Б-1	ТУ 64— 2—10— 87

3.2. 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	ТУ 61—1—721—79
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Электроплитка	ГОСТ 14919—83

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—4
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Перчатки хлопчатобумажные	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.	ГОСТ 2768—84
Бензол, х. ч.	ГОСТ 5955—75
Вода артезианская (кипяченая)	
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

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.

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—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, рекомендуемых 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 № 1 ацетона и метанола для градуировки (с = 0,1 мг/см^3). 25 мг каждого вещества вносят в колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки кипяченой артезианской водой и перемешивают. Срок хранения раствора – 1 месяц.

Исходный раствор № 2 бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилола, пентана, гексана, октана и декана для градуировки (с = 0,1 мг/см^3). 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). 5 см^3 исходного раствора № 2 вносят в колбы вместимостью 50 см^3, доводят до метки метанолом и перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую капиллярную колонку, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 2,5 $см^3$/мин при температуре 250 °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.

7.3. Установление градуировочной 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.

Градуировочные растворы ацетона и метанола готовят в мерных колбах вместимостью 1000 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор № 1 для градуировки в соответствии с табл. 3, доводят объем охлажденной до 20 °С кипяченой артезианской 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 раствор № 2 в соответствии с табл. 4 и доводят объем до метки охлажденной артезианской водой и перемешивают.

Градуировочные растворы бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилолов готовят в мерных колбах вместимостью 1000 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор в соответствии с табл. 5 и доводят объем до метки охлажденной до 20 °С кипяченой артезианской водой.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации ацетона и метанола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного р-ра (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 4

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

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного р-ра (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 5

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

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего р-ра (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

По 5 см^3 каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, закрывают резиновой пробкой, прижимают ее металлическим держателем, опускают нижнюю половину флакона в термостат и выдерживают его при температуре 80 °С в течение 60 мин. Нагретым до 80 °С 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 °С (7 мин в изотермическом режиме) до 150 °С со скоростью 5 град/мин

Температура испарителя	250 °С
Температура детектора	250 °С
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

гексан	6 мин 35 сек
бензол	10 мин 18 сек
толуол	16 мин 48 сек
октан	17 мин 10 сек
этилбензол	20 мин 10 сек
м-, п-ксилолы	21 мин 22 сек
о-ксилол	28 мин 18 сек
декан	27 мин 03 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.

7.4. Отбор проб

Отбор пробы воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874—82, 4979—49, 17.1.5.04—81 в бутыли из темного стекла.

8. 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 и включают программирование температурного режима колонок. Анализ проводят в условиях построения градуировочной характеристики (п. 7.3.).

На хроматограмме рассчитывают площадь пиков.

9. Вычисление результатов измерений

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

Методические указания разработаны 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).

gost.e-ecolog.ru