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 4.1.648—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Методические указания по газохроматографическому определению анилина и о-толуидина в воде

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания анилина и о-толуидина в диапазоне концентраций 0,05—1,0 г/дм$^3$.

$C_6H_5NH_2$ мол. масса 93,12

Анилин – маслянистая прозрачная светло-желтая жидкость, температура кипения – 184,4 °С, плотность – 1,022 г/см$^3$, растворим в этаноле, эфире, бензоле, хлороформе, гексане. Растворимость в воде – 3,4 г/100г.

$CH_3C_6H_4NH_2$ мол. масса 107,15

о-Толуидин – маслообразная прозрачная жидкость от светло-желтого до красновато-коричневого цвета, температура кипения – 199,8 °С, плотность – 0,998 г/см$^3$, растворим в эталоне, эфире, хлороформе. Растворимость в воде – 1,7 г/100г.

Анилин и о-толуидин являются политропными ядами с преимущественным действием на систему крови, с нарушениями функций оксиге моглобина, с вторичным поражением нервной системы. Класс опасности – 2. ПДК анилина в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 0,1 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 ± 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерения концентрации анилина и о-толуидина выполняют методом газо-жидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воды осуществляют методом газовой экстракции.

Нижний предел измерения 0,04 мкг.

Определению не мешают нефтепродукты.

## 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 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—82 |
| Микрошприц МШ—10 | ТУ 2.833.106 |
| Посуда стеклянная лабораторная | ГОСТ 1770—74, 20292—74 |
| Секундомер | ГОСТ 5072—79 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2 | ГОСТ 215—73Е |

### *3.2. Вспомогательные устройства*

| | |
|---|---|
| Хроматографическая колонка стальная длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм | |

| | |
|---|---|
| Воронки делительные вместимостью 200 см$^3$ | ГОСТ 8613—75 |
| Баня водяная | ТУ 61—1—2850—76 |
| Дистиллятор | ТУ 61—1—721—79 |
| Насос вакуумный В11—461 | |
| Редуктор водородный | ТУ 26—05—463—76 |
| Редуктор кислородный | ТУ 26—05—235—70 |
| Чашка фарфоровая вместимостью 250 см$^3$ | ГОСТ 9147—73 |
| Шкаф сушильный | ТУ 64—1—1411—72 |

*3.3 Материалы*

| | |
|---|---|
| Водород сжатый | ГОСТ 3022—77 |
| Воздух сжатый | ГОСТ 11882—73 |
| Гелий сжатый | ТУ 51—940—80 |
| Резиновая трубка | |
| Стекловата или стекловолокно | |
| Фильтры беззольные "белая лента" | |

*3.4. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Анилин, ч. д. а. | ГОСТ 5819—78 |
| Ацетон, ч. | ГОСТ 2603—79 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—72 |
| Дифенил, ч. д. а. | ГОСТ 13487—78 – внутренний стандарт |
| Силиконовый полимер OV-1– неподвижная жидкая фаза | |
| о-Толуидин, ч. д. а. | ГОСТ 10205—73 |
| Хлороформ, х. ч. | ТУ 6—09—4263—76 |
| Хроматон N-AW-HMDS, 0,2—0,25 мм – твердый носитель для газовой хроматографии, производство фирмы " Chemapol" (Чехия) | |

## 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 анилина и о-толуидина 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 1 недели при хранении в холодильнике.

Рабочие растворы анилина и о-толуидина для градуировки (с = 10,0 мг/дм$^3$). 1,0 см$^3$ каждого исходного раствора вносят в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения растворов – 24 часа.

Исходный раствор внутреннего стандарта (с = 1,0 мг/см$^3$). 50 мг дифенила помещают в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ доводят объем до метки хлороформом и тщательно перемешивают. Раствор стабилен в течение 1 недели при хранении в холодильнике.

Рабочий раствор внутреннего стандарта (с = 0,1 мг/см$^3$). 10 см$^3$ исходного раствора внутреннего стандарта помещают в колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки хлороформом и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 24 часа.

### *7.2. Подготовка хроматографической колонки*

Хроматографическую насадку (3 % OV-1 на хроматоне N-AW) готовят следующим образом: в колбу с притертой пробкой вносят 1,5 г OV-1, заливают 50—100 см$^3$ хлороформа, закрывают пробкой и оставляют на сутки для набухания. Затем растворяют OV-1, доводя объем хлороформа до 150 см$^3$. В стеклянный стакан помещают 50 г твердого носителя хроматон N-AW фракции 0,20—0,25 мм и приливают к нему приготовленный раствор OV-1 в хлороформе. Растворитель удаляют при нагревании на водяной бане и при перемешивании. Затем насадку переносят в фарфоровую чашку и сушат в сушильном шкафу при температуре 100—150 °С. Хроматографическую колонку перед заполнением насадкой промывают горячей водой, дистиллированной водой и ацетоном, высушивают в токе газа-носителя и заполняют готовой насадкой с помощью вакуумного насоса. Заполненную колонку закрывают с обеих концов тампонами из стекловаты, помещают в термостат хроматографа и, не подключая к детектору, кондиционируют при 250 °С в токе газа-носителя с расходом 20—30 см$^3$/мин в течение 24 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, выводят прибор на рабочий режим и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

### *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику устанавливают с помощью градуировочного коэффициента на 6-ти градуировочных растворах. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ вносят рабочий раствор анилина и о-толуидина согласно табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации анилина и о-толуидина**

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем рабочего р-ра (с = 10 мг/дм$^3$), см$^3$ | 0,5 | 0,8 | 1,0 | 5,0 | 8,0 | 10,0 |
| Концентрация анилина или о-толуидина, мг/дм$^3$ | 0,05 | 0,08 | 0,10 | 0,50 | 0,80 | 1,00 |

Каждый градуировочный раствор из мерной колбы переносят в делительную воронку и экстрагируют 10 см$^3$ хлороформа в течение 10 минут. После разделения органический слой сливают в пробирку с притертой пробкой, добавляют 1 г безводного сульфата натрия, всряхивают и оставляют на 10 минут. Обезвоженный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в коническую пробирку и добавляют 1,0 см$^3$ рабочего раствора внутреннего стандарта. Растворитель выпаривают под вакуумом досуха, сухой остаток растворяют в 0,1 см$^3$ хлороформа, добавленного с помощью микропипетки. 1,0 мм$^3$ полученного раствора вводят в испаритель хроматографа и анализируют в следующих условиях:

| | |
|---|---|
| Температура термостата колонок | 110 °С |
| Температура испарителя | 180 °С |
| Расход газа-носителя (гелия) | 55 см$^3$/мин |
| Расход водорода | 33 см$^3$/мин |
| Расход воздуха | 300 см$^3$/мин |
| Скорость диаграммной ленты | 240 мм/час |
| Чувствительность УД-2М | 16 |
| Время удерживания хлороформа | 1 мин 15 сек |
| анилина | 6 мин 15 сек |
| о-толуидина | 9 мин 15 сек |
| дифенила (внутр. стандарт) | 37 мин |

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков и по результатам анализа 5-ти серий находят среднее значение градуировочного коэффициента по формуле:

$$K = \frac{S_{ст} \cdot m_i}{S_i \cdot m_{ст}}$$, где

$S_i$ – площадь пика анилина или о-толуидина, мм$^2$;

$S_{ст}$ – площадь пика внутреннего стандарта, мм$^2$;

$m_i$ – количество анилина или о-толуидина во всей пробе, мг;

$m_{ст}$ – количество внутреннего стандарта, добавленного ко всей пробе – 0,1 мг.

### *7.4. Отбор проб*

Отбор проб проводят согласно ГОСТу 2761—84, 4979—49 и 17.1.5.04—81. Пробу помещают в склянки с притертыми пробками. Анализ выполняют в день отбора.

## 8. Выполнение измерений

100 см$^3$ отобранной пробы фильтруют через бумажный фильтр и помещают в делительную воронку. Подготовку пробы и анализ проводят аналогично п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков определяемого компонента и внутреннего стандарта (мм$^2$).

## 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию анилина или о-толуидина в воде рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{K \cdot S_i \cdot m_{C\,T}}{S_{C\,T} V}, \text{ где}$$

K – градуировочный коэффициент;

$S_i$ – площадь пика анилина или о-толудина, мм$^2$;

$m_{ст}$ – количество внутреннего стандарта в пробе, мг:

$S_{ст}$ – площади пика внутреннего стандарта, мм$^2$;

V – объем пробы, дм$^3$.

Методические указания разработаны: Т. С. Улановой, В. Ю. Малковым, Т. В. Нурисламовой (Политехнический институт г. Пермь).

gost.e-ecolog.ru