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 4.1.659—96
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению динила в воде

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

Динил (дифенильная смесь, даутерм) – жидкость с резким запахом; состоит из смеси дифенила (26,5 %) и дифенилового эфира (73,5 %). Температура плавления динила – 12,3 °С, температура кипения – 258 °С, при температуре выше 385 °С разлагается, плотность – 825 мг/см^3, испаряется азеотропно, хорошо растворяется в спиртах, эфире, хлороформе, ацетоне, в воде мало растворим.

ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования – 0,01 мг/дм^3 (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 16 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

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

2. Метод измерений

Измерения концентрации динила выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование динила из воды осуществляют экстракцией органическим растворителем.Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,005 мкг.

Определению не мешают: спирты, ацетон, бензол, ксилолы, уксусная кислота, фенол.

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	ГОСТ 19491—74
Линейка масштабная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Меры массы	ГОСТ 7328—82
Микрошприц типа МШ-10	ГОСТ 8043—74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74Е, 20292—74Е
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный, ТЛ-2	ГОСТ 215—73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая из стекла длиной 2,5 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВП-461М	ТУ 26—06—459—69
Воронка делительная вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 10054—75
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Стекловата или стекловолокно	ГОСТ 10176—74

3.4. Реактивы

Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Динил (26,5 % дифенила и 73,5 % дифенилового эфира), чистый с температурой плавления 12,3 °С	
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—87
Полифенилметилсилоксан (ПФМС), 15 % на хроматоне N-AW зернением 0,20—0,25 мм (готовая насадка для колонок)	
Углерод четыреххлористый, х. ч.	ГОСТ 20288—74

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 динила для градуировки (с = 1000 мг/дм^3). 0,3 см^3 динила вносят в мерную колбу вместимостью 0,25 дм^3, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения раствора – 2 месяца.

Рабочий раствор динила для градуировки (с = 1,0 мг/дм^3). 0,1 см^3 исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения раствора – 10 дней.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадкой промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, спиртом, высушивают в токе инертного газа (азота) и заполняют насадкой с помощью вакуумного насоса. Концы колонки фиксируют стекловатой слоем 1 см. Заполненную колонку помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом 35 см^3/мин при температуре 180 °С в течение 8 часов. После охлаждения колонку подключают к детекору, 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 динила. Для этого готовят 5 серий растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 7-ми растворов. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят рабочие растворы для градуировки в соответствии с табл. 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы тщательно перемешивают. Срок хранения растворов – 7 дней.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации динила

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора (с = 1,0 мг/дм^3), см^3	0,5	0,8	1,0	2,0	5,0	8,0	10,0
Концентрация динила, мг/дм^3	0,005	0,008	0,010	0,020	0,050	0,080	0,100

Растворы для градуировки вносят в делительные воронки, приливают 5,0 $см^3$ четыреххлористого углерода и в течение 5 минут проводят экстракцию динила энергичным встряхиванием. Через 5 минут после разделения слоев, нижний органический слой помещают в пробирку с пришлифованной пробкой. 5,0 $мм^3$ каждого экстракта вводят в испаритель прибора и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок	170 °С
Температура испарителя	260 °С
Расход газа-носителя (азота)	35 $см^3$/мин
Расход водорода	35 $см^3$/мин
Расход воздуха	350 $см^3$/мин
Скорость движения диаграммной ленты	60 мм/ч
Чувствительность шкалы электрометра	$20 \cdot 10^{-12}$ А
Время удерживания дифенила	13 мин 45 сек
дифенилового эфира	12 мин 15 сек
четыреххлористого углерода	40 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика дифенилового эфира (его содержание в диниле 73,5 %, а испарение азеотропное) и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ($мм^2$) от концентрации вещества ($мг/дм^3$).

7.4. Отбор проб

Пробу воды отбирают согласно ГОСТу 4979—49, 2874—82 и 17.1.5.04—81. Анализ проводят в день отбора.

8. Выполнение измерений

100 $см^3$ пробы помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, приливают 5,0 $см^3$ четыреххлористого углерода и далее обрабатывают пробу в условиях, указанных в п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика дифенилового эфира ($мм^2$).

9. Вычисление результатов измерений

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

gost.e-ecolog.ru

Методические указания разработаны Н. П. Зиновьевой, Л. С. Ка- ИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).