

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**

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., Растяников 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

Тираж 5000 экз.

Печ. л. 7,0
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 государственного 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-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены водных объектов.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 8.010—90 "Методики выполнения измерений", 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-химических методов исследования газовой хроматографии с различного вида детектированием, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать 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 поверхностных 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-химическим 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 4.1.657—96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания
по газохроматографическому определению
бутилакрилата и бутилметакрилата в воде**

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания бутилакрилата и бутилметакрилата в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/дм³.



мол. масса 128,17

Бутилакрилат – бесцветная жидкость, температура кипения – 147,4 °С, плотность – 0,91 г/см³. Растворяется в спиртах, эфире, в воде – 0,32 % при 20 °С.

Бутилакрилат обладает наркотическим и общетоксическим действием, относится к 4-му классу опасности. ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 0,01 мг/дм³ (мг/л).



мол. масса 142,2

Бутилметакрилат – жидкость, температура кипения – 163,0 °С, плотность – 0,89 г/см³. Растворяется в органических растворителях. Растворяется в воде – 0,32 % при 20 °С.

Бутилметакрилат обладает наркотическим и общетоксическим действием. ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 0,02 мг/дм³ (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 выполнения измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 10 \%$, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций бутилакрилата и бутилметакрилата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воды осуществляют газовой экстракцией на твердый сорбент. Термодесорбцию проводят в испарителе прибора.

Нижний предел измерения в объеме пробы 0,005 мг/дм³.

Определению не мешают спирты C₁ – C₄, метилакрилат, этилакрилат, метилметакрилат, акриловая и метакриловая кислоты, ароматические углеводороды.

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

Весы аналитические ВЛА-200

Линейка масштабная

Лупа измерительная

Меры массы Г-2-210, 2-го кл.

Посуда стеклянная лабораторная

Реометр для измерения потока газа

Секундомер 2-го кл.

Термометр лабораторный

шкальный ТЛ-2

ТУ 2504—1797—75

ГОСТ 24104—80Е

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 8309—75

ГОСТ 7328—82Е

ГОСТ 1770—74Е, 20292—74Е

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 215—73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Вакуумный насос	ТУ 26—06—459—69
Втулка металлическая длиной 2 см с внутренним конусом (рис.)	
Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Поглотительные приборы с пористой пластиной № 1	
Редуктор водородный	ТУ 26—05—463—76
Редуктор кислородный	ТУ 26—05—235—70
Сорбционные трубки из нержавеющей стали длиной 13 см и внутренним диаметром 4 мм, с наружным конусом на одном конце и сквозным отверстием диаметром 0,2 см на другом (рис.)	
Хроматографическая колонка из стекла длиной 3 м и внутренним диаметром 4 мм	

3.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Водород сжатый	ГОСТ 3022—89
Стекловата	
Стеклянные заглушки	

3.4. Реактивы

Бензол, х. ч.	ГОСТ 5955—75
Бутилакрилат, для хроматографии	ТУ 817—232—69
Бутилметакрилат МР	ТУ 6—09—2941—66
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Силохром С-80, зернением 0,25—0,50 мм	ТУ 6—09—17—48—74
Синтетическое моющее средство	
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Полиметилсилоксан, ПМС-100	
Полифенилметилсилоксан (ПФМС-4)	ГОСТ 15866—70
Полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА)	ТУ 611—65—67
Хлороформ, х. ч.	ГОСТ 20015—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 инструкцию 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 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, 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 хроматографа, подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходные растворы бутилакрилата и бутилметакрилата для градуировки ($c = 1000 \text{ мг/дм}^3$). 1000 мг бутилакрилата и бутилметакрилата вносят в мерные колбы вместимостью $1,0 \text{ дм}^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения растворов — 6 часов.

Рабочие растворы бутилакрилата и бутилметакрилата для градуировки ($c = 1,0 \text{ мг/дм}^3$). $1,0 \text{ см}^3$ исходного раствора вносят в мерные колбы вместимостью $1,0 \text{ дм}^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения растворов – 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

Хроматографические колонки и сорбционную трубку перед заполнением насадками промывают горячей водой, раствором синтетических моющих средств, дистиллированной водой, спиртом, бензолом и высушивают в токе газа-носителя. Заполнение хроматографических колонок насадками проводят под вакуумом. Одну хроматографическую колонку заполняют смесью фаз 10 % ПМС-100 и 20 % ПФМС-4 на хроматоне N-AW-HMDS. Вторую хроматографическую колонку заполняют фазой 20 % ПЭГА на хроматоне N-AW-HMDS. Концы заполненных колонок закрывают стекловатой слоем 1 см, колонки помещают в термостат и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре 150°C в течение 12 часов. После охлаждения колонки подключают к детектору и записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонки готовы к работе.

Сорбционную трубку заполняют насадкой в количестве 0,4 г вручную. Насадка состоит из 5 % ПМС-100 на силохроме С-80. Сорбционную трубку кондиционируют в испарителе прибора в токе газа-носителя с расходом $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре 150°C в течение 2 часов. Хранят сорбционную трубку в пробирке с притертой пробкой не более 7 дней.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах бутилакрилата и бутилметакрилата. Для этого готовят 5 серий растворов для градуировки, ка-

жда из которых состоит из 7-ми растворов. В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят рабочие растворы для градуировки в соответствии с табл. 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы тщательно перемешивают. Готовят в день проведения измерений.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации бутилакрилата и бутилметакрилата

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 вещества, мг/дм ³	0,005	0,008	0,010	0,020	0,050	0,080	0,100

5,0 см³ каждого градуировочного раствора помещают в поглотительный прибор и проводят газовую экстракцию веществ. Для этого к входному концу поглотительного прибора подсоединяют источник газа-носителя (азот), к выходному концу – сорбционную трубку. Расход азота устанавливают 100 см³/мин, время пропускания азота 10 мин. Контролируют расход азота реометром. По истечении 10 мин сорбционную трубку с сорбированными веществами вставляют в испаритель прибора так, чтобы ее конусообразный конец вошел плотно в конус втулки. После этого испаритель быстро закрывается крышкой с прокладкой с одновременным включением секундомера (время стабилизации нулевой линии составляет 30 сек). Поток газа-носителя вещества переносятся в хроматографическую колонку на анализ в следующих условиях:

Температура термостата колонок:

со смесью фаз 10 % ПМС-100 и 20 % ПФМС-4 130 °С

с 20 % ПЭГА 80 °С

Температура испарителя 200 °С

Расход газа-носителя (азота) 40 см³/мин

Расход водорода 40 см³/мин

Расход воздуха 400 см³/мин

Чувствительность шкалы электрометра $20 \cdot 10^{-10}$ А

Время удерживания бутилакрилата на колонке:

со смесью фаз 10 % ПМС-100 и 20 % ПФМС-4 5 мин 43 сек

с 20 % ПЭГА 6 мин 12 сек

Время удерживания бутилметакрилата на колонке:

со смесью 10 % ПМС-100 и 20 % ПФМС-4
с 20 % ПЭГА

8 мин 50 сек
8 мин 15 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пиков бутилакрилата и бутилметакрилата и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади пика (мм^2) от концентрации веществ (мг/дм^3). Градуировочные характеристики проверяют 1 раз в квартал или при смене партии реактивов.

7.5. Отбор проб

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

8. Выполнение измерений

$5,0 \text{ см}^3$ пробы воды помещают в поглотительный прибор и проводят газовую экстракцию веществ в условиях, указанных в п. 7.3.

На хроматограмме рассчитывают площади пиков бутилакрилата и бутилметакрилата.

9. Вычисление результатов измерений

Концентрации бутилакрилата и бутилметакрилата в воде (мг/дм^3) определяют по градуировочным характеристикам.

Методические указания разработаны Е. А. Комраковой (НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Н.-Новгород).

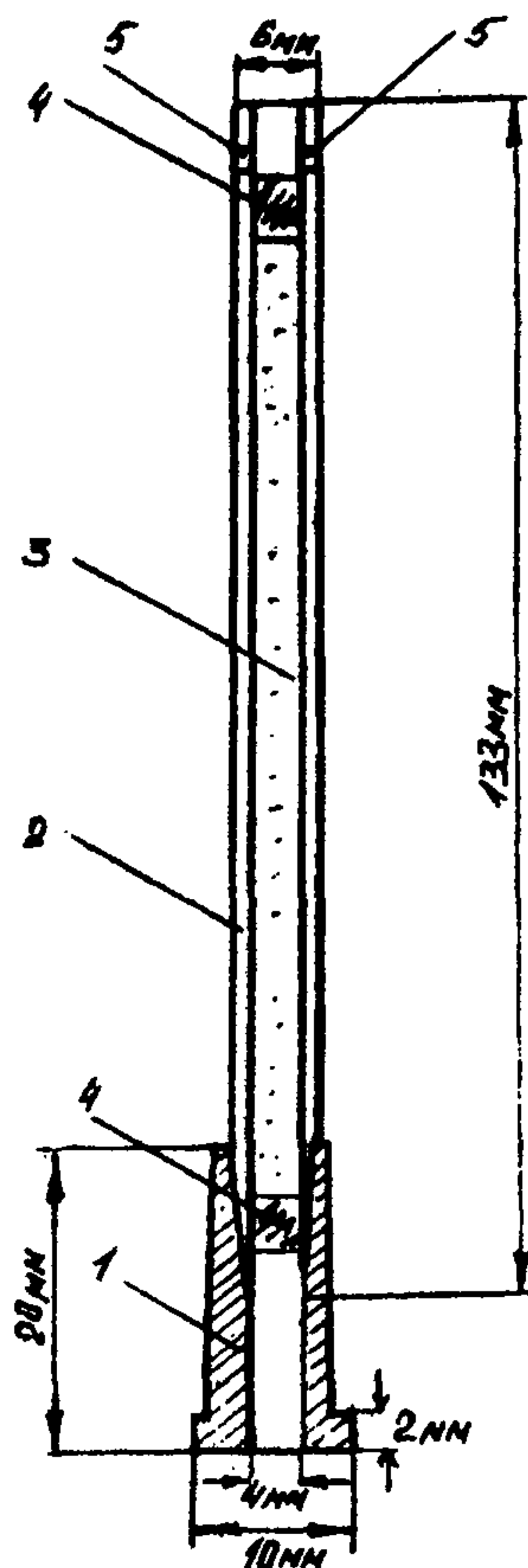


Рис. Схема устройства для термодесорбции примесей в испарителе хроматографа.

- 1 – крепежная втулка;
- 2 – сорбционная трубка;
- 3 – сорбент;
- 4 – пробки из стекловолокна;
- 5 – отверстие для газа-носителя.