

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., Растворникова Е. Г., Гопорова 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 оригинала-макета в филиале Государственного ордена
Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия "Первая Образцовая типография"
Комитета Российской Федерации по печати.
113114, Москва, Шпилевая 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-этилгексанала, 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 4.1.648—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/дм³.

C6H5NH2 мол. масса 93,12

Анилин – маслянистая прозрачная светло-желтая жидкость, температура кипения – 184,4 °С, плотность – 1,022 г/см³, растворим в этаноле, эфире, бензоле, хлороформе, гексане. Растворимость в воде – 3,4 г/100г.

CH3C6H4NH2 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/см³, растворим в этаноле, 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 оксигенации гемоглобина, с вторичным поражением нервной системы. Класс опасности – 2. ПДК анилина в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 0,1 мг/дм³ (мг/л).

Издание официальное

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

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 25\%$, 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 – твёрдый 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 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, 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 ($c = 1,0 \text{ мг}/\text{см}^3$). 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 ($c = 10,0 \text{ мг}/\text{дм}^3$). 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 ($c = 1,0 \text{ мг}/\text{см}^3$). 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 ($c = 0,1 \text{ мг}/\text{см}^3$). 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 $50\text{--}100 \text{ см}^3$ 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 $100\text{--}150^\circ\text{C}$. 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°C в токе газа-носителя с расходом $20\text{--}30 \text{ см}^3/\text{мин}$ 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 см³ хлороформа в течение 10 минут. После разделения органический слой сливают в пробирку с притертоей пробкой, добавляют 1 г безводного сульфата натрия, всрывают и оставляют на 10 минут. Обезвоженный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в коническую пробирку и добавляют 1,0 см³ рабочего раствора внутреннего стандарта. Растворитель выпаривают под вакуумом досуха, сухой остаток растворяют в 0,1 см³ хлороформа, добавленного с помощью микропипетки. 1,0 мм³ полученного раствора вводят в испаритель хроматографа и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок	110 °C
Температура испарителя	180 °C
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:

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

S_i – площадь пика анилина или о-толуидина, мм²;

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

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

m_{ct} – 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 отобранный 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:

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

K – градуировочный коэффициент;

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

m_{ct} – количество внутреннего стандарта в пробе, мг;

S_{ct} – площадь 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).