

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., Растяльников 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 60х88/16

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-этилгексенала 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.

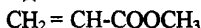
МУК 4.1.656—96

Дата введения: с момента утверждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

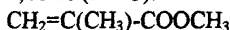
**Методические указания  
по газохроматографическому определению  
метилакрилата и метилметакрилата в воде**

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания метилакрилата и метилметакрилата в диапазоне концентраций 0,005—0,1 мг/дм<sup>3</sup>.



мол. масса 86,09

Метилакрилат – бесцветная жидкость с резким специфическим запахом, в воде нестабильна. Температура кипения – 80,5 °С, плотность – 0,95 г/см<sup>3</sup>. Растворима в органических растворителях, растворимость в воде 5,48 % (20 °С).



мол. масса 100,11

Метилметакрилат – бесцветная жидкость с резким специфическим запахом, в воде не стабильна. Температура кипения – 100,6 °С, плотность – 0,94 г/см<sup>3</sup>; растворимость в воде 1,59 % (20 °С).

Метилакрилат и метилметакрилат обладают наркотическим, раздражающим и общетоксическим действием. Предельно допустимые концентрации этих веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования соответственно 0,02 и 0,01 мг/дм<sup>3</sup> (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  $\pm 11\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерения концентраций метилакрилата и метилметакрилата выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование веществ из воды осуществляют методом газовой экстракции и улавливанием паров на твердый сорбент. Анализ проводят с использованием метода термодесорбции.

Нижний предел измерения 0,005 мг/дм<sup>3</sup>.

Определению не мешают: спирты C<sub>1</sub> – C<sub>4</sub>, ацетон, хлороформ, акролеин, акрилонитрил, этилакрилат, бутилакрилат, бутилметакрилат, ароматические углеводороды.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

### 3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические ВЛА-200, 2-го кл.

Линейка измерительная

Лупа измерительная

Меры массы

Посуда стеклянная лабораторная

Реометр для измерения расхода газа-экстрагента

Секундомер

Термометр ТМ-8

ТУ 2504—1797—75

ГОСТ 24104—88

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 25706—83

ГОСТ 7328—82Е

ГОСТ 1770—74, 20292—74

ГОСТ 5072—70

ГОСТ 212—78

### 3.2. Вспомогательные устройства

Колонки хроматографические  
длиной 3 м – 3 шт.



Втулка металлическая с внутренним конусом (рис.)

Дистиллятор

ТУ 61—1—721—79

Насос вакуумный В11-461

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1

Редуктор водородный

ТУ 26—05—463—76

Редуктор кислородный

ТУ 26—05—235—70

Трубки сорбционные металлические (рис.)

Чашки фарфоровые

ГОСТ 9147—69

### 3.3. Материалы

Азот сжатый

ГОСТ 9293—74

Водород сжатый

ГОСТ 3022—77

Воздух сжатый

ГОСТ 17433—80

Резиновая трубка

Стекловата или стекловолокно

Стекланные заглушки

Тефлоновая муфта

### 3.4. Реактивы

Ацетон, ч.

ГОСТ 2603—79

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709—72

Дидецилфталат, МР

ТУ 6—09—958—63

Метилакрилат

ТУ 8П—145—68

Метилметакрилат

ТУ ИРЕА 29—66

Полиметилсилоксан ПМС-100

Полифенилметилсилоксан ПФМС-4

ГОСТ 15866—70

Силохром С-80, фр. 0,25—0,50 мм

ТУ 6—09—17—48—74

Хроматон N-AW-HMDS, 0,2—0,25 мм

Эфир для наркоза

## 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 оператора

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 хроматографа, подготовка хроматографической колонки и сорбционной трубки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор метилакрилата и метилметакрилата для градуировки ( $c = 1,0 \text{ мг/см}^3$ ). 50 мг каждого вещества вносят в мерные колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы стабильны в течение 6 часов.

Рабочие растворы метилакрилата и метилметакрилата для градуировки ( $c = 1,0 \text{ мг/дм}^3$ ).  $1,0 \text{ см}^3$  каждого исходного раствора вносят в мерные колбы вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы стабильны в течение 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*

Для определения концентрации метилакрилата и метилметакрилата используют 3 хроматографические колонки. Колонку № 1 заполняют насадкой, состоящей из 10 % ПМС-100 и 20% ПФМС-4 на хроматоне. 10 г ПМС-100 и 20 г ПФМС-4 растворяют в эфире и полученным раствором заливают 100 г твердого носителя. Фарфоровую чашку с насадкой помещают на водяную баню и, перемешивая, доводят насадку до сыпучего состояния.

Колонки №№ 2 и 3 заполняют насадкой, состоящей из 15 % дидецилфталата на Хроматоне NAW. 15 г дидецилфталата растворяют в эфире и полученным раствором заливают 100 г твердого носителя. Испарение эфира и подсушивание насадки проводят вышеуказанным способом.

Хроматографические колонки и сорбционные трубки перед заполнением насадками промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, высушивают в токе газа-носителя и заполняют насадками с помощью вакуумного насоса. Колонки №№ 2 и 3 соединяют последовательно с помощью тефлоновой муфты. Заполненные колонки помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют при 150 °С в течение 8 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, выводят прибор на рабочий режим и записывают нулевую линию. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

Насадка для сорбционных трубок. 0,5 г ПМС-100 растворяют в эфире и полученным раствором заливают 10 г силохрома С-80. Испарение эфира и подсушивание насадками проводят вышеуказанным способом. Сорбционные трубки заполняют готовой насадкой (по 0,4 г) и кондиционируют в испарителе хроматографа при 200 °С в течение 2 часов. Если нулевая линия стабильна, сорбционную трубку вынимают из испарителя, охлаждают и герметизируют стеклянными заглушками. Срок хранения кондиционированной сорбционной трубки – 1 неделя.

#### 7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочный коэффициент устанавливают методом абсолютной градуировки на 5-ти сериях градуировочных растворов метилакрилата и метилметакрилата. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1  
Растворы для установления градуировочной характеристики  
при определении концентрации метилакрилата и метилметакрилата

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора (с = 1,0 мг/дм <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,5	0,8	1,0	5,0	8,0	10,0
Концентрация метилакрилата и метилметакрилата, мг/дм <sup>3</sup>	0,005	0,008	0,010	0,050	0,080	0,100

В поглотительные приборы с пористой пластинкой вводят по 5,0 см<sup>3</sup> градуировочных растворов каждой концентрации и проводят газовую экстракцию. Для этого к входному концу поглотительного прибора присоединяют источник газа-экстрагента (азота), к выходному — сорбционную трубку. Через поглотительный прибор пропускают азот со скоростью 0,1 дм<sup>3</sup>/мин в течение 10 мин. Скорость пропускания азота контролируют реометром. Сорбционную трубку с отобранной пробой помещают в испаритель и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок:

с дидецилфталатом 90 °С

со смешанными фазами 70 °С

Температура испарителя 160 °С

Расход газа-носителя (азота) 40 см<sup>3</sup>/мин

Расход водорода 40 см<sup>3</sup>/мин

Расход воздуха 400 см<sup>3</sup>/мин

Время удерживания на колонке с дидецилфталатом:

метилакрилата 6 мин 17 сек

метилметакрилата 10 мин 10 сек

Время удерживания на колонке со смешанными фазами:

метилакрилата	5 мин 23 сек
метилметакрилата	9 мин 53 сек

На полученной хроматограмме измеряют высоты пиков метилакрилата и метилметакрилата и по средним значениям из 5-ти серий вычисляют градуировочный коэффициент  $K$  для каждого вещества:

$$K = \frac{C}{X}, \text{ где}$$

$C$  – концентрация градуировочного раствора, мг/дм<sup>3</sup>;

$X$  – высота хроматографического пика, см.

### 7.5. Отбор проб

Для анализа отбирают 200 см<sup>3</sup> воды по ГОСТу 2761—84, 4979—49 и 17.1.5.04—81. Пробу помещают в склянки с притертыми пробками, заполняя доверху. Срок хранения пробы – 6 часов.

## 8. Выполнение измерений

5,0 см<sup>3</sup> исследуемой воды помещают в поглотительный прибор с пористой пластинкой и анализируют аналогично п. 7.3. На полученной хроматограмме измеряют высоту пиков метилакрилата и метилметакрилата.

## 9. Вычисление результатов измерений

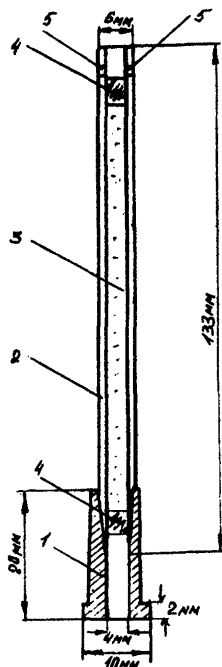
Концентрацию метилакрилата и метилметакрилата в пробе (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = K \cdot X, \text{ где}$$

$K$  – градуировочный коэффициент, мг/дм<sup>3</sup> · см;

$X$  – высота хроматографического пика, см.

Методические указания разработаны: Е. А. Комраковой (Нижегородский НИИ гигиены труда и профзаболеваний).



**Рис.** Схема устройства для термодесорбции примесей в испарителе хроматографа.

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