

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

M54

M54 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., Растворников 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, 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 4.1.655—96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по газохроматографическому определению диметилового эфира в воде

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воды централизованного хозяйствственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания диметилового эфира в диапазоне концентраций 2,5—80 мг/дм³.



Диметиловый эфир – бесцветный газ, температура кипения – ($-4,5^{\circ}\text{C}$), температура плавления – ($-138,5^{\circ}\text{C}$), плотность – $2,091\text{ г/дм}^3$. Растворим в спиртах, эфире, воде и концентрированной серной кислоте.

Обладает наркотическим действием. Класс опасности 4. Предельно допустимая концентрация в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения 5 мг/дм³ (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 23.5\%$, при доверительной вероятности 0.95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций диметилового эфира выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Издание официальное

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

Концентрирование из воды осуществляют переводом диметилового эфира в равновесную паровую fazу.

Нижний предел измерения в объеме пробы – 2,5 мг/дм³.

Определению не мешают: бензин, хлороформ, дизтиловый эфир.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором

Барометр-анероид М-67	ТУ 2504—1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Линейка измерительная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74Е, 20292—80Е
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С	ГОСТ 215—73Е
Шприц медицинский вместимостью 1 см ³	ТУ 64—1—378

3.2. Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая
металлическая длиной 2,4 м и
внутренним диаметром 3 мм

Вакуумный компрессор марки ВН-461М ТУ 26—06—459—69

Дистиллятор ТУ 61—1—721—79

Капилляр стеклянный

Пробки резиновые, марки ИР-119 ТУ 38—00—6108—76

Редуктор водородный ТУ 26—05—463—76

Редуктор кислородный ТУ 26—05—235—70

Термостат ТУ 64—1—1411—72

Флаконы для медпрепаратов из стекла

НС-1 вместимостью 50 см³ с навинчиваю-

щимися крышками. В крышке
высверлено отверстие диаметром 2 мм

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 11882—73
Стекловата или стекловолокно	
Трубки резиновые, диаметром 5 мм	

3.4. Реактивы

Ацетон, ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Диметиловый эфир, в баллоне с редуктором	
Натрия хлорид, ч.	ГОСТ 4233—77
Хромосорб NAW, фр. 0,25—0,35 мм – насадка для хроматографической колонки	

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющими 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 диметилового эфира для градуировки. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 воды, закрывают колбу пробкой и взвешивают. К редуктору баллона с диметиловым эфиром присоединяют резиновый шланг со стеклянным капилляром на конце. Капилляр опускают до дна мерной колбы, пропускают диметиловый эфир в течение 10 минут, вынимают капилляр, закрывают колбу пробкой и снова взвешивают. Доводят объем колбы до метки дистиллированной водой и по разнице навесок рассчитывают концентрацию диметилового эфира ($\text{мг}/\text{дм}^3$).

Рабочий раствор диметилового эфира для градуировки ($c = 100 \text{ мг}/\text{дм}^3$) готовят соответствующим разведением исходного раствора дистиллированной водой. Все растворы используют свежеприготовленными.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадкой промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, высушивают в токе газа-носителя и заполняют насадкой с помощью вакуумного насоса. Заполненную колонку помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре $100 ^\circ\text{C}$ в течение 8 часов. После охлаждения колонку подключают к детектору, 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 диметилового эфира. Она выражает зависимость площади пика вещества на хроматограмме (мм^2) от концентрации диметилового эфира ($\text{мг}/\text{дм}^3$) и строится по 5-ти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 6-ти растворов готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3 . Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор для градуировки в соответствии с табл. 1, доводят объем дистilledированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1
Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении концентрации диметилового эфира

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего р-ра ($c = 100 \text{ мг}/\text{дм}^3$), см^3	1,25	5,0	10,0	20,0	30,0	40,0
Концентрация диметилового эфира, $\text{мг}/\text{дм}^3$	2,5	10,0	20,0	40,0	60,0	80,0

По 20 см^3 каждого градуировочного раствора помещают в флаконы, вместимостью 50 см^3 , добавляют 6 г хлорида натрия и герметично закрывают навинчивающейся крышкой с отверстием и резиновой прокладкой. Флаконы и шприц помещают в термостат, нагретый до 60°C , через 15 минут отбирают из флакона $1,0 \text{ см}^3$ паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа. Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	60°C
Температура испарителя	100°C
Расход газа-носителя (азота)	$30 \text{ см}^3/\text{мин}$
Расход водорода	$30 \text{ см}^3/\text{мин}$
Расход воздуха	$300 \text{ см}^3/\text{мин}$
Скорость движения диаграммной ленты	$0,5 \text{ см}/\text{мин}$
Чувствительность шкалы электрометра	$1 : 20$
Время удерживания диметилового эфира	3 мин 20 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков диметилового эфира и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочную характеристику.

7.4. Отбор проб

Для анализа отбирают 200 см³ воды по ГОСТу 2761—84, 4979—49 и 17.1.5.04—81. Пробу не консервируют, герметично закрывают и анализируют в день отбора.

8. Выполнение измерений

20 см³ исследуемой воды помещают в флакон емкостью 50 см³, затем проводят обработку пробы и анализ аналогично п. 7.3. На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика диметилового эфира (мм²).

9. Вычисление результатов измерений

По градуировочной характеристике находят концентрацию диметилового эфира в пробе (мг/дм³).

Методические указания разработаны Ю. Б. Суворовой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).