

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

123167, 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 4.1.651—96

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Методические указания по газохроматографическому определению толуола в воде

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания толуола в диапазоне концентраций 0,1—1,2 мг/дм<sup>3</sup>.

C6H5CH3 мол. масса 92,4

Толуол (метилбензол) – бесцветная жидкость со специфическим запахом. Толуол ограничено растворим в воде, хорошо растворим в спирте, эфире, хлороформе, ледяной уксусной кислоте и ацетоне. Температура кипения – 110,6 °С, температура плавления – 95 °С, плотность – 0,801 г/см<sup>3</sup> при 15 °С.

Толуол обладает наркотическим действием, вызывает раздражение слизистых глаз и горла, относится к 4-му классу опасности. ПДК для хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 0,5 мг/дм<sup>3</sup> (мг/л).

#### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 19\%$ , 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 толуола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Концентрирование толуола из воды осуществляют методом газовой экстракции с последующим анализом равновесной паровой фазы.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

Определению не мешают дивинилбензол, алкилбензин, триэтилен-тетрамин, этилстирол, бензол в количестве до 10 ПДК их содержания в воде.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

### 3.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

ТУ 2504—1797—75

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические

ГОСТ 24104—80 Е

лабораторные ВЛА—200

Линейка масштабная

ГОСТ 17435—72

Лупа измерительная

ГОСТ 8309—75

Меры массы Г-2-2106 2-го кл.

ГОСТ 7328—82 Е

Микрошлиц МШ-10М

ГОСТ 8043—74

Посуда стеклянная лабораторная

ГОСТ 1770—74 Е и 20292—74 Е

Секундомер, 2-го кл. точности

с погрешностью  $\pm 0,1$ ,

ГОСТ 5072—79

СДС пр—1—2—000

Термометр лабораторный

шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °C,

ГОСТ 215—73 Е

цена деления 1 °C

Шприц медицинский 2 см<sup>3</sup>

ТУ 64—1—3776—83

### 3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из  
нержавеющей стали длиной 3 м  
и внутренним диаметром 3 мм

Вакуумный компрессор марки ВН-461 М

Дистиллятор ТУ 61—1—721—79

Редуктор водородный ТУ 26—05—463—76

Редуктор кислородный ТУ 26—05—235—70

Термостат ТУ 64—1—14 11—72

Флаконы для медицинских препаратов из стекла НС-1 емкостью 40 см<sup>3</sup>  
с резиновыми прокладками и навинчивающимися крышками. В крышке  
высверлено отверстие диаметром 2,0 мм.

### 3.3. Материалы

Азот сжатый ГОСТ 9293—74

Воздух сжатый ГОСТ 11882—73

Водород сжатый ГОСТ 3022—89

Стекловата или стекловолокно

### 3.4. Реактивы

Апиезон L 5% на хроматоне

N-AW HMDS зернением

0,125—0,160 мм, готовая насадка  
для хроматографической колонки  
(производство "Chempol", Чехия)

Ацетон, х. ч.

ГОСТ 2603—79

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709—72

Спирт этиловый, х. ч.

ГОСТ 18300—72

Толуол ч. д. а

ГОСТ 14710—78

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ 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.

4.3. При отборе проб разогретым шприцем надевают на руки хлопчатобумажные перчатки.

## 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—89 при температуре воздуха  $20 \pm 10$  °C, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе производят 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 толуола для градуировки ( $c = 100$  мг/дм<sup>3</sup>). 25,0 мг толуола вносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения 10 дней.

Рабочий раствор для градуировки ( $c = 10$  мг/дм<sup>3</sup>). 10,0 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Готовят перед употреблением.

## 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Стальную хроматографическую колонку, промытую растворителем (ацетоном, этиловым спиртом), высушеннную в токе инертного газа, заполняют с помощью вакуум-насоса готовой насадкой и закрепляют в термостате хроматографа, не присоединяя к детектору. Продувают газом-носителем с расходом 40 см<sup>3</sup>/мин, постепенно повышая температуру термостата колонок от 80 до 250 °C со скоростью 1 град/мин. При температуре 250 °C колонку выдерживают 4 часа. После охлаждения колонку подключают к детектору, записывают нулевую линию в рабочем режиме. При отсутствии дрейфа нулевой линии колонка готова к работе.

## 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки по 5-ти сериям градуировочных растворов толуола, каждая из которых состоит из 6-ти растворов. В мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят исходные 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 толуола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего р-ра (с = 10 мг/дм <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,25	0,5	1,25	2,5	3,0	5,0
Концентрация толуола, мг/дм <sup>3</sup>	0,1	0,2	0,5	1,0	1,2	2,0

В стеклянные флаконы вместимостью 40 см<sup>3</sup> вносят по 20 см<sup>3</sup> градуировочных растворов, полученных согласно табл. 1, закрывают резиновыми прокладками с навинчивающимися крышками, устанавливают в термостат, нагретый до 90 °C и выдерживают 30 мин. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см<sup>3</sup> паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	100 °C
Температура термостата испарителя	150 °C
Расход газа-носителя (азота)	40 см <sup>3</sup> /мин

Расход водорода	35 см <sup>3</sup> /мин
Расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 5
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин
Время удерживания толуола	2 мин 50 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков этилбензола и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от концентрации (мг/дм<sup>3</sup>) толуола.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874—82, 4979—49, 17.1.5.04—81. Анализируют в день отбора.

### 8. Выполнение измерений

20 см<sup>3</sup> пробы вносят во флакон, закрывают резиновой прокладкой с навинчивающейся крышкой. Пробу ставят в термостат, нагревают до 90 °С и выдерживают в течение 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см<sup>3</sup> паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа для разделения в условиях анализа градуировочных растворов. На хроматограмме измеряют площадь пика толуола по средним результатам из 3-х измерений пробы.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию толуола в воде (мг/дм<sup>3</sup>) определяют по градуировочной характеристике.

Методические указания разработаны И. Н. Топоровой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды имени А. Н. Сысина, г. Москва)