

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 4.1.659—96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**Методические указания по газохроматографическому
определению динила в воде**

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

Динил (дифенильная смесь, даутерм) – жидкость с резким запахом; состоит из смеси дифенила (26,5 %) и дифенилового эфира (73,5 %). Температура плавления динила – 12,3 °С, температура кипения – 258 °С, при температуре выше 385 °С разлагается, плотность – 825 мг/см³ испаряется азеотропно, хорошо растворяется в спиртах, эфире, хлороформе, ацетоне, в воде мало растворим.

ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования – 0,01 мг/дм³ (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 16 %, 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 динила выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием. Концентрирование динила из воды осуществляют экстракцией органическим растворителем. Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,005 мкг.

Определению не мешают: спирты, ацетон, бензол, ксилолы, уксусная кислота, фенол.

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

Микрошприц типа МШ-10

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер

Термометр лабораторный

шкальный, ТЛ-2

ТУ 2504—1797—75

ГОСТ 19491—74

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 8309—75

ГОСТ 7328—82

ГОСТ 8043—74

ГОСТ 1770—74Е, 20292—74Е

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 215—73Е

3.2. Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая

из стекла длиной 2,5 м и

внутренним диаметром 3 мм

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

Воронка делительная вместимостью 250 см³ ГОСТ 10054—75

Дистиллятор ТУ 61—1—721—79

Редуктор водородный ТУ 26—05—463—76

Редуктор кислородный ТУ 26—05—235—70

3.3 Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293—74
Водород сжатый	ГОСТ 3022—77
Воздух сжатый	ГОСТ 17433—80
Стекловата или стекловолокно	ГОСТ 10176—74

3.4. Реактивы

Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Динил (26,5 % дифенила и 73,5 % дифенилового эфира), чистый с температурой плавления 12,3 °С	
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—87
Полифенилметилсилоксан (ПФМС), 15 % на хроматоне N-AW зернением 0,20—0,25 мм (готовая насадка для колонок)	
Углерод четыреххлористый, х. ч.	ГОСТ 20288—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 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 ± 10) °С, 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 динила для градуировки ($c = 1000 \text{ мг/дм}^3$). $0,3 \text{ см}^3$ динила вносят в мерную колбу вместимостью $0,25 \text{ дм}^3$, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения раствора – 2 месяца.

Рабочий раствор динила для градуировки ($c = 1,0 \text{ мг/дм}^3$). $0,1 \text{ см}^3$ исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения раствора – 10 дней.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку перед заполнением насадкой промывают горячей водой, дистиллированной водой, ацетоном, спиртом, высушивают в токе инертного газа (азота) и заполняют насадкой с помощью вакуумного насоса. Концы колонки фиксируют стекловатой слоем 1 см. Заполненную колонку помещают в термостат прибора и, не подключая к детектору, кондиционируют в токе азота с расходом $35 \text{ см}^3/\text{мин}$ при температуре 180°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 динила. Для этого готовят 5 серий растворов для градуировки, каждая из которых состоит из 7-ми растворов. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят рабочие растворы для градуировки в соответствии с табл. 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы тщательно перемешивают. Срок хранения растворов – 7 дней.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении концентрации динила

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора ($c = 1,0 \text{ мг/дм}^3$), см^3	0,5	0,8	1,0	2,0	5,0	8,0	10,0
Концентрация динила, мг/дм^3	0,005	0,008	0,010	0,020	0,050	0,080	0,100

Растворы для градуировки вносят в делительные воронки, приливают 5,0 см³ четыреххлористого углерода и в течение 5 минут проводят экстракцию динила энергичным встряхиванием. Через 5 минут после разделения слоев, нижний органический слой помещают в пробирку с пришлифованной пробкой. 5,0 мм³ каждого экстракта вводят в испаритель прибора и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок	170 °С
Температура испарителя	260 °С
Расход газа-носителя (азота)	35 см ³ /мин
Расход водорода	35 см ³ /мин
Расход воздуха	350 см ³ /мин
Скорость движения диаграммной ленты	60 мм/ч
Чувствительность шкалы электрометра	20 · 10 ⁻¹² А
Время удерживания дифенила	13 мин 45 сек
дифенилового эфира	12 мин 15 сек
четырёххлористого углерода	40 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика дифенилового эфира (его содержание в диниле 73,5 %, а испарение азеотропное) и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от концентрации вещества (мг/дм³).

7.4. Отбор проб

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

8. Выполнение измерений

100 см³ пробы помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 5,0 см³ четыреххлористого углерода и далее обрабатывают пробу в условиях, указанных в п. 7.3.

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика дифенилового эфира (мм²).

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию динила в воде (мг/дм³) определяют по градуировочной характеристике.

Методические указания разработаны Н. П. Зиновьевой, Л. С. Канунниковой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).