

Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

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*

КОМПЕТЕНЦИОННЫЙ  
ЦЕНТР  
ФГБОУ ВО «НИИ  
Экологии и  
Гигиены  
Минздрава России

Минздрав России  
Москва 1997

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора  
Информационный ресурс

## 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 4.1.650—96  
Дата введения: с момента утверждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

## Методические указания

**по газохроматографическому определению ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, пентана, о-, м-, п-ксилола, гексана, октана и декана в воде**

Настоящие методические указания устанавливают методику газохроматографического количественного химического анализа воды центрифугированного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания определяемых веществ в диапазоне концентраций 0,005—20 мг/дм<sup>3</sup>.

Физико-химические свойства ацетона, метанола, бензола, толуола, этилбензола, о-, м-, п-ксилола, пентана, гексана, октана и декана представлены в табл. 1, а их гигиенические нормативы – в табл. 2.

Таблица 1

## Физико-химические свойства веществ

Наименование вещества	Формула	Молек. масса	Т <sub>кип.</sub> , °С	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Растворимость, г/л	
					вода	этанол эфир
1	2	3	4	5	6	7
Ацетон	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	58,08	56,24	0,791	~	~
Метанол	CH <sub>3</sub> OH	32,04	64,06	0,793	~	~

Издание официальное

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

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8
Бензол	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	76,00	80,01	0,879	0,72	~	~
Толуол	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	92,00	110,00	0,867	0,57	~	~
Этилбензол	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106,17	136,15	0,867	0,14	~	~
о-Ксилол	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	106,17	144,41	0,881	н.р.	л.р.	л.р.
м-, п-Ксилолы	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	106,17	139,10 138,35	0,864 0,861	н.р.	л.р.	л.р.
Пентан	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	72,15	36,07	0,626	0,036	~	~
Гексан	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86,18	68,70	0,659	0,014	50	р
Октан	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub>	114,00	124,00	0,703	0,0015	р	р
Декан	C <sub>10</sub> H <sub>22</sub>	144,00	174,00	0,730	н.р.	~	~

\* **Примечание:** н. р. — нерастворимо; р — растворимо; л. р. — хорошо растворимо; ~ — смешивается с водой в любых соотношениях

Таблица 2

Гигиенические нормы титры анализируемых веществ

Наименование вещества	ПДК, мг/л	Класс опасности
Ацетон	3,00	3
Метанол	2,20	3
Бензол	0,01	2
Толуол	0,5	4
Этилбензол	0,01	4
о-Ксилол	0,05	3
м-, п-Ксилолы	0,05	3
Пентан	—	—
Гексан	—	—
Октан	—	—
Декан	—	—

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 13 % при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерения концентрации анализируемых соединений выполняют методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

Метод основан на извлечении соединений из воды газовой экстракцией при нагревании в замкнутом объеме и последующем анализе равновесной паровой фазы на приборе.

Нижний предел измерения 0,025 мкг.

Определению не мешают галоген-, азот- и серосодержащие соединения.

## 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 типа Цвет-530 или 3700 с пламенно-ионизационным детектором

Весы аналитические лабораторные

типа ВЛА-200

Линейка измерительная

Лула измерительная

Меры массы

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер СДС пр.1—2—000

Термостат водяной

Флаконы стеклянные вместимостью

10 см<sup>3</sup> с резиновыми пробками и

металлическими держателями,

ФО-1-10-Б-1

ГОСТ 24104—80Е

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 8309—75

ГОСТ 7328—82Е

ГОСТ 1770—74Е

ГОСТ 5072—79

ТУ 64—2—10—87

### 3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из кварцевого стекла длиной 2,5 м и

внутренним диаметром 0,3 мм с  
жидкой фазой SE-54 (толщина пленки 5 мк)  
Дистиллятор  
Редуктор водородный  
Редуктор кислородный  
Электроплитка

ТУ 61—1—721—79  
ТУ 26—05—463—76  
ТУ 26—05—235—70  
ГОСТ 14919—83

### 3.3. Материалы

Азот сжатый  
Водород сжатый  
Воздух сжатый  
Перчатки хлопчатобумажные

ГОСТ 9293—4  
ГОСТ 3022—77  
ГОСТ 17433—80

### 3.4. Реактивы

Ацетон, ч. д. а.  
Бензол, х. ч.  
Вода артезианская (кипяченая)  
Гексан, декан, пентан — реагенты  
для хроматографии  
м-Ксилол, х. ч.  
о-Ксилол, х. ч.  
Метанол, х. ч.  
Октан, х. ч.  
Толуол, х. ч.  
Этилбензол, х. ч.

ГОСТ 2768—84  
ГОСТ 5955—75

ТУ 6—09—4556—77  
ТУ 6—09—915—76  
ГОСТ 6995—77  
ТУ 6—09—661—76  
ГОСТ 5789—78  
ГОСТ 9385—77

## 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.

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—69 при температуре воздуха  $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ , атмосферном давлении  $630 \pm 800$  мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка хроматографической колонки, установка градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор № 1 ацетона и метанола для градуировки ( $c = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ). 25 мг каждого вещества вносят в колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , доводят до метки кипяченой артезианской водой и перемешивают. Срок хранения раствора — 1 месяц.

Исходный раствор № 2 бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилола, пентана, гексана, октана и декана для градуировки ( $c = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ). 10 мг каждого вещества вносят в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят до метки метанолом и перемешивают. Срок хранения растворов — 1 месяц.

Рабочие растворы бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-, п-ксилола для градуировки ( $c = 0,01 \text{ мг/см}^3$ ).  $5 \text{ см}^3$  исходного раствора № 2 вносят в колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , доводят до метки метанолом и перемешивают. Срок хранения — 1 месяц.

### 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую капиллярную колонку, не подключая к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя с расходом 2,5 см<sup>3</sup>/мин при температуре 250 °С в течение 18 часов. 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

Градуировочные характеристики устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах. Они выражают зависимость площади пика соответствующего вещества на хроматограмме (мм<sup>2</sup>) от концентрации (мг/дм<sup>3</sup>) и строятся по 7-ми сериям растворов для градуировки.

Градуировочные растворы ацетона и метанола готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор № 1 для градуировки в соответствии с табл. 3, доводят объем охлажденной до 20 °С кипяченой артезианской водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы пентана, гексана, октана, декана готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор № 2 в соответствии с табл. 4 и доводят объем до метки охлажденной артезианской водой и перемешивают.

Градуировочные растворы бензола, толуола, этилбензола, *о*-ксилола, *м*-, *п*-ксилолов готовят в мерных колбах вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор в соответствии с табл. 5 и доводят объем до метки охлажденной до 20 °С кипяченой артезианской водой.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации ацетона и метанола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного р-ра (с = 0,1 мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0	100,0	200,0
Концентрация вещества, мг/дм <sup>3</sup>	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	10,0	20,0

Таблица 4

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации пентана, гексана, октана, декана в воде

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного р-ра (с = 0,1 мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	1,0	5,0	10,0	30,0	60,0	80,0	100,0
Концентрация вещества, мг/дм <sup>3</sup>	0,1	0,5	1,0	3,0	6,0	8,0	10,0

Таблица 5

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации бензола, толуола, этилбензола, *о*-ксилола, *м*-, *п*-ксилолов

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего р-ра (с = 0,01 мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,5	2,0	5,0	10,0	30,0	60,0	100,0	200,0
Концентрация вещества, мг/дм <sup>3</sup>	0,005	0,02	0,05	0,1	0,3	0,6	1,0	2,0

По 5 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, закрывают резиновой пробкой, прижимают ее металлическим держателем, опускают нижнюю половину флакона в термостат и выдерживают его при температуре 80 °С в течение 60 мин. Нагретым до 80 °С шприцем отбирают пробу воздуха объемом 2 см<sup>3</sup> над раствором, вводят в испаритель хроматографа и анализируют при следующих условиях:

Температура термостата колонки программируется от 50 °С (7 мин в изотермическом режиме) до 150 °С со скоростью 5 град/мин

Температура испарителя 250 °С

Температура детектора 250 °С

Расход азота через колонку 2 см<sup>3</sup>/мин

Расход азота, сорасываемого в испарителе 5 см<sup>3</sup>/мин

Расход азота, поддуваемого в детектор 40 см<sup>3</sup>/мин

Чувствительность шкалы электрометра 50 × 10<sup>-12</sup> А

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час

Время удерживания метанола 2 мин 06 сек

ацетона 3 мин 12 сек

пентана 4 мин 28 сек

гексан	6 мин 35 сек
бензол	10 мин 18 сек
толуол	16 мин 48 сек
октан	17 мин 10 сек
этилбензол	20 мин 10 сек
м-, п-ксилолы	21 мин 22 сек
о-ксилол	28 мин 18 сек
декан	27 мин 03 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пиков компонентов и по средним значениям из 5-ти серий строят градуировочные характеристики для каждого вещества. Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при изменении условий газохроматографического разделения смеси на колонке.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор пробы воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874—82, 4979—49, 17.1.5.04—81 в бутылки из темного стекла.

#### 8. Выполнение измерений

При выходе прибора на режим  $5 \text{ см}^3$  пробы воды помещают во флакон и обрабатывают по схеме, аналогичной установлению градуировочных характеристик, затем отбирают над раствором  $2 \text{ см}^3$  паргазовой (воздушной) фазы, вводят ее в испаритель и включают программирование температурного режима колонки. Анализ проводят в условиях построения градуировочной характеристики (п. 7.3.).

На хроматограмме рассчитывают площадь пиков.

#### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию анализируемого вещества ( $\text{мг/дм}^3$ ) определяют по градуировочной характеристике.

Методические указания разработаны А. Г. Мальцевой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва) и Е. Е. Сотниковым (Всероссийский центр медицины катастроф МЗ и МП РФ, г. Москва).