

4.1.654-96.

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

ЦЕНТРОНАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИНСТИТУТ
ГИГИЕНЫ
И ЭПИДЕМИОЛОГИИ
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 концентрации 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".

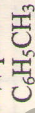
УТВЕРЖДЕНО

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/дм³.



Мол. масса. 92,4

Толуол (метилбензол) — бесцветная жидкость со специфическим запахом. Толуол ограниченно 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/см³ 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/дм³ (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 19 %, при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента государственного санитарно-эпидемиологического надзора 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/дм³.

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

Барометр-анероид М-67

Весы аналитические

лабораторные ВЛА—200

Линейка масштабная

Лула измерительная

Меры массы Г-2-2106 2-го кл.

Микрошприц МШ-10М

Посуда стеклянная лабораторная

Секундомер, 2-го кл. точности

с погрешностью $\pm 0,1$,

СДС пр—1—2—000

Термометр лабораторный

шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С,

цена деления 1 °С

Шприц медицинский 2 см³

ТУ 2504—1797—75

ГОСТ 24104—80 Е

ГОСТ 17435—72

ГОСТ 8309—75

ГОСТ 7328—82 Е

ГОСТ 8043—74

ГОСТ 1770—74 Е и 20292—74 Е

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 215—73 Е

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

Редуктор водородный

Редуктор кислородный

Термостат

ТУ 61—1—721—79

ТУ 26—05—463—76

ТУ 26—05—235—70

ТУ 64—1—14 11—72

Флаконы для медицинских препаратов из стекла НС-1 емкостью 40 см³ с резиновыми прокладками и навинчивающимися крышками. В крышке высверлено отверстие диаметром 2,0 мм.

3.3. Материалы

Азот сжатый

Воздух сжатый

Водород сжатый

Стекловата или стекловолокно

ГОСТ 9293—74

ГОСТ 11882—73

ГОСТ 3022—89

3.4. Реактивы

Апиезон L 5% на хромагоне

N-AW HMDS зернением

0,125—0,160 мм, готовая насадка

для хроматографической колонки

(производство "Снепарол", Чехия)

Ацетон, х. ч.

Вода дистиллированная

Спирт этиловый, х. ч.

Толуол ч. д. а

ГОСТ 2603—79

ГОСТ 6709—72

ГОСТ 18300—72

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 ± 10 °С, 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, установка градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор толуола для градуировки ($c = 100$ мг/дм³), 25,0 мг толуола вносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения 10 дней.

Рабочий раствор для градуировки ($c = 10$ мг/дм³), 10,0 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 0,1 дм³, 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), высушенную 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 см³/мин, постепенно повышая температуру термостага колонок от 80 до 250 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 250 °С 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 см³ 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 раствора ($c = 10$ мг/дм ³), см ³	0,25	0,5	1,25	2,5	3,0	5,0
Концентрация толуола, мг/дм ³	0,1	0,2	0,5	1,0	1,2	2,0

В стеклянные флаконы вместимостью 40 см³ вносят по 20 см³ градуировочных растворов, полученных согласно табл. 1, закрывают резиновыми прокладками с навинчивающимися крышками, устанавливают в термостат, нагревают до 90 °С и выдерживают 30 мин. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см³ паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостага колонок 100 °С

Температура термостага испарителя 150 °С

Расход газа-носителя (азота) 40 см³/мин

МУК 4.1.651—96

Расход водорода	35 см ³ /мин
Расход воздуха	300 см ³ /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 площадь пиков этилбензола и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм²) от концентрации (мг/дм³) 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 см³ пробы вносят во флакон, закрывают резиновой прокладкой с навинчивающейся крышечкой. Пробу ставят в термостат, нагревают до 90 °С и выдерживают в течение 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см³ 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/дм³) определяют по градуировочной характеристике.

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