

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 4.1.652—96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методические указания по газохроматографическому
определению этилбензола в воде**

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания этилбензола в диапазоне концентраций 0,005—0,5 мг/дм³.

$C_6H_5CH_2CH_3$ мол. масса. 106,17

Этилбензол – бесцветная жидкость, температура кипения – 136,2 °С, температура плавления – 95 °С, ограничено растворим в воде, хорошо растворим в этиловом спирте и эфире, плотность – 0,86 г/см³.

Этилбензол обладает раздражающим действием, относится к 4-му классу опасности. ПДК для хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования – 0,01 мг/дм³ (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 17 %, 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 этилбензола выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием.

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

Нижний предел измерений в анализируемом объеме пробы 0,005 мг/дм³. Определению не мешают стирол, алкилбензин, дивинилбензол 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	ТУ 2504—1797—75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—80 Е
Линейка масштабная	ГОСТ 17435—72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Меры массы Г-2-2106 2-го кл.	ГОСТ 7328—82 Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043—74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770—74 Е и 20292—74 Е
Секундомер, 2-го кл. точности с погрешностью $\pm 0,1$, СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С, ГОСТ 215—73 Е	
Шприц медицинский 2 см ³	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 ОВН-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 см³ 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 — 15% на хроматоне N-AW HMDS зернением 0,125—0,160 мм, готовая насадка для хроматографической колонки (производство "Chemapol" Чехия)	
Ацетон, х. ч.	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Спирт этиловый, х. ч.	ГОСТ 18300—72
Этилбензол, х. ч.	ТУ 6—09—3375—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, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор этилбензола для градуировки ($c = 1000$ мг/дм³). 100,0 мг этилбензола вносят в мерную колбу вместимостью 0,1 дм³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — 10 дней.

Рабочий стандартный раствор для градуировки ($c = 1,0$ мг/дм³). 1,0 см³ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1,0 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 50 см³/мин, постепенно повышая температуру термостата колонок от 80 до 250 °С со скоростью 1 град/мин. При температуре 250 °С колонку выдерживают 4 часа. После охлаждения колон-

ку 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 6-ти сериям градуировочных растворов этилбензола, каждая из которых состоит из 6-ти растворов. В мерные колбы вместимостью 100 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 этилбензола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора ($c = 1,0$ мг/дм ³), см ³	0,5	2,5	5,0	10,0	30,0	50,0
Концентрация этилбензола, мг/дм ³	0,005	0,025	0,05	0,1	0,3	0,5

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, нагретый до 90 °С и выдерживают 30 мин. Затем нагретым шприцем отбирают 3,0 см³ паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	150 °С
Температура термостата испарителя	180 °С
Расход газа-носителя (азота)	50 см ³ /мин
Расход водорода	40 см ³ /мин
Расход воздуха	400 см ³ /мин
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 5
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин
Время удерживания этилбензола	3 мин 15 сек

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков этилбензола и по средним результатам из 6-ти серий строят градуировочную

характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм^2) от концентрации (мг/дм^3) этилбензола.

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

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию этилбензола в воде (мг/дм^3) определяют по градуировочной характеристике.

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