

Утверждаю
Первый заместитель Председателя
Госкомсанэпиднадзора России,
заместитель Главного
государственного санитарного
врача Российской Федерации
С.В.СЕМЕНОВ
31 октября 1996 года

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИНИЛА В ВОДЕ МУК 4.1.659-96

Дата введения - с момента утверждения

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Малышева А.Г. (руководитель), Зиновьева Н.П., Суворова Ю.Б., Растянников 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.

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 17.00.02-79 "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 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".

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/куб. дм.

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/куб. см 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/куб. дм (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей +/- 16%, при доверительной вероятности 0,95.

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 - aneroid М-67	ТУ 2504-1797-75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 19491-74
Линейка масштабная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы	ГОСТ 7328-82
Микрошприц типа МШ-10	ГОСТ 8043-74
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, 20292-74Е
Секундомер	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный, ТЛ-2	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 куб. см	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 (с = 1000 мг/куб. дм). 0,3 куб. см динила вносят в мерную колбу вместимостью 0,25 куб. дм, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения раствора - 2 месяца.

Рабочий раствор динила для градуировки (с = 1,0 мг/куб. дм). 0,1 куб. см исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 куб. см, 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 куб. см/мин. при температуре 180° С 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 растворов. В мерные колбы вместимостью 100 куб. см 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 (с = 1,0 мг/куб. дм), куб. см	0,5	0,8	1,0	2,0	5,0	8,0	10,0
Концентрация динила, мг/куб. дм	0,005	0,008	0,010	0,020	0,050	0,080	0,100

Растворы для градуировки вносят в делительные воронки, приливают 5,0 куб. см 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 шлифованной пробкой. 5,0 куб. мм 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 куб. см/мин.
Расход водорода	35 куб. см/мин.
Расход воздуха	350 куб. см/мин.
Скорость движения диаграммной ленты	60 мм/ч
Чувствительность шкалы электрометра	20 x 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 серий строят градуировочную характеристику, выражают зависимость площади пика (кв. мм) от концентрации вещества (мг/куб. дм).

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

На полученной хроматограмме рассчитывают площадь пика дифенилового эфира (кв. мм).

9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию динила в воде (мг/кв. дм) определяют по градуировочной характеристике. Методические указания разработаны Н.П. Зиновьевой, Л.С. Канунниковой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды, г. Москва).