

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 ДИВИНИЛБЕНЗОЛА В ВОДЕ МУК 4.1.660-96

*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 газохроматографическую методику количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно - питьевого водоснабжения для определения в ней содержания дивинилбензола в диапазоне концентраций 2,0 - 20,0 мг/куб. дм.

Дивинилбензол технический - жидкость с характерным запахом. Состав дивинилбензола технического: дивинилбензол - 55 - 65%, диэтилбензол - 4 - 10%, этилстирол - 20 - 25%. Температура плавления - 42° С, плотность - 0,92 г/куб. см. Растворяется в спирте, эфире, в воде малорастворим.

Обладает слабым наркотическим действием. ПДК для хозяйственно - питьевого и культурно - бытового водопользования отсутствует.

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей +/- 22%, при доверительной вероятности 0,95.

### 2. Метод измерений

Измерения концентрации дивинилбензола технического выполняют методом газожидкостной хроматографии с пламенно - ионизационным детектированием.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,002 мкг.

Определению не мешают толуол, бензол, стирол, диэтилбензол.

### 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 - aneroid 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 кл.	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц "HAMILTON COMPANY", производство США	
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е и 20292-74Е
Секундомер, 2 кл. точности с погрешностью +/- 0,1, СДС пр-1-2-000	ГОСТ 5072-79
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0 - 55° С, цена деления 1° С	ГОСТ 215-73Е

#### 3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461 М	
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
Воздух сжатый	ГОСТ 11882-73
Водород сжатый	ГОСТ 3022-89
Стекловата или стекловолокно	

### 3.4. Реактивы

Апиезон L 5% 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
Дивинилбензол технический	
Спирт этиловый, х.ч.	ГОСТ 18300-72

### 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.

### 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  $20 \pm 10^\circ \text{C}$ , 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 дивинилбензола для градуировки ( $c = 200$  мг/куб. дм). 200 мг дивинилбензола вносят в мерную колбу вместимостью 1000 куб. см, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают в течение часа. Раствор используют по истечении суток. Срок хранения - 5 дней.

Рабочий раствор для градуировки ( $c = 20$  мг/куб. дм). 10,0 куб. см исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 0,1 кв. дм, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Готовят перед употреблением.

#### 7.2. Подготовка хроматографической колонки

Стекланную хроматографическую колонку, промытую растворителями (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 куб. см/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 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 сериям градуировочных растворов дивинилбензола, каждая из которых состоит из 6 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. Готовят в день проведения измерений.

Таблица 1

### РАСТВОРЫ ДЛЯ УСТАНОВЛЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИВИНИЛБЕНЗОЛА

Номер раствора	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (с = 20 мг/куб. дм), куб. см	10,0	20,0	30,0	50,0	100,0
Концентрация дивинилбензола, мг/куб. дм	2,0	4,0	6,0	10,0	20,0

В испаритель прибора вводят по 1,0 куб. мм каждого градуировочного раствора и анализируют в следующих условиях:

Температура термостата колонок	140° С
Температура термостата испарителя	180° С
Расход газа - носителя (азота)	40 куб. см/мин.
Расход водорода	35 куб. см/мин.
Расход воздуха	400 куб. см/мин.
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 20
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин.
Время удерживания:	
этилстирола	3 мин. 46 сек.
м-дивинилбензола	9 мин. 20 сек.
п-дивинилбензола	9 мин. 55 сек.

На полученной хроматограмме рассчитывают площади пиков этилстирола и по средним результатам из 5 серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (кв. мм) от концентрации (мг/куб. дм) дивинилбензола.

### 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

Пробу хорошо взбалтывают и анализируют соответственно с п. 7.3. Измерение пробы повторяют не менее 3 раз. На хроматограмме рассчитывают площадь пика этилстирола и по градуировочной характеристике дивинилбензола определяют его массу в пробе.

### 9. Вычисление результатов измерений

Концентрацию дивинилбензола в воде (мг/куб. дм) определяют по градуировочной характеристике.

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