

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 АКРИЛОНИТРИЛА В ВОДЕ

МУК 4.1.658-96

Дата введения - с момента утверждения

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов в составе: Малышева А.Г. (руководитель), Зиновьева Н.П., Суворова Ю.Б., Растянкин 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 акрилонитрила в диапазоне концентраций 0,5 - 15 мг/куб. дм.

$\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CN}$ мол. масса 53,6

Акрилонитрил (цианистый винил) - бесцветная жидкость со специфическим запахом. Акрилонитрил растворим в воде (17,3% при 20° С), хорошо растворим в этаноле, эфире. Температура плавления - 83° С, температура кипения - 77° С, плотность - 0,801 г/куб. см при 25° С.

Акрилонитрил обладает раздражающим, эмбриотоксическим и мутагенным действием, проникает через неповрежденную кожу. Является канцерогеном группы 2А, относится ко 2 классу опасности. ПДК в воде водных объектов хозяйственно - питьевого и культурно - бытового водопользования - 2,0 мг/куб. дм (мг/л).

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей +/- 12%, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

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

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

Нижний предел измерений в анализируемом объеме пробы 0,5 мг/куб. дм. Определению не мешают дивинилбензол, алкилбензин, триэтилентетрамин, этилстирол, бензол, толуол.

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 24104-80Е
Линейка масштабная	ГОСТ 17435-72
Лупа измерительная	ГОСТ 8309-75
Меры массы Г-2-2106 2 кл.	ГОСТ 7328-82Е
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043-74
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 215-73 Е
Шприц медицинский 2 куб. см	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

ТУ 61-1-721-79

Редуктор водородный

ТУ 26-05-463-76

Редуктор кислородный

ТУ 26-05-235-70

Термостат

ТУ 64-1-1411-72

Флаконы для медицинских препаратов из стекла НС-1 емкостью 40 куб. см 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

Перчатки хлопчатобумажные

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

Спирт этиловый х.ч.

ГОСТ 18300-72

Акрилонитрил, х.ч.

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, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Исходный раствор акрилонитрила для градуировки ($c = 100$ мг/куб. дм). 25 мг акрилонитрила вносят в мерную колбу вместимостью 0,25 куб. дм, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения - 7 дней.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Стальную хроматографическую колонку, промытую растворителями (ацетоном, этиловым спиртом), высушенную в токе инертного газа, заполняют с помощью вакуум - насоса готовой насадкой. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой слоем 1 см, колонку помещают в термостат и, не подключая к детектору, кондиционируют газом - носителем с расходом 50 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 акрилонитрила, каждая из которых состоит из 6 растворов. В мерные колбы вместимостью 25 куб. см 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 АКРИЛОНИТРИЛА

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора ($c = 100$ мг/куб. дм), куб. см	0,125	0,25	0,5	1,25	2,5	3,75
Концентрация акрилонитрила, мг/куб. дм	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	15,0

В стеклянные флаконы вместимостью 40 куб. см вносят по 20,0 куб. см градуировочных растворов, полуденных 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 куб. см паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	100° С
Температура термостата испарителя	150° С
Расход газа - носителя (азота)	40 куб. см/мин.
Расход водорода	35 куб. см/мин.
Расход воздуха	350 куб. см/мин.
Чувствительность шкалы электрометра	1 : 2
Скорость движения диаграммной ленты	0,5 см/мин.
Время удерживания акрилонитрила	3 мин. 15 сек.

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

7.4. Отбор проб

Отбор проб воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874-82, 4979-49, 17.1.5.04-81.

8. Выполнение измерений

20 куб. см пробы вносят во флакон, закрывают резиновой прокладкой с навинчивающейся крышкой. Пробу ставят в термостат, нагревают до 90° С и выдерживают в течение 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 куб. см паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа для разделения в условиях анализа градуировочных растворов. На хроматограмме измеряют площадь пика акрилонитрила и по результатам 3 измерений пробы находят среднее значение (кв. мм).

9. Вычисление результатов измерений

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

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