

УТВЕРЖДЕНО  
Постановление  
Главного государственного  
санитарного врача  
Республики Беларусь  
31.10.2005 № 159

Инструкция 4.1.10-12-40-2005  
«МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
ТОЛУОЛА В ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ»

Настоящая Инструкция устанавливает газохроматографическую методику выполнения измерений концентраций толуола в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения в диапазоне концентраций 0,1-1,2 мг/дм<sup>3</sup>.

1. Характеристика вещества

Толуол (метилбензол),  $C_6H_5CH_3$ , молекулярная масса 92,4. Представляет собой бесцветную жидкость со специфическим запахом. Толуол ограничено растворим в воде, хорошо растворим в спирте, эфире, хлороформе, ледяной уксусной кислоте и ацетоне. Температура кипения – 110,6<sup>0</sup>С, температура плавления – (-95<sup>0</sup>С), плотность – 0,801 г/см<sup>3</sup> при 15<sup>0</sup>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 составляет 0,5 мг/дм<sup>3</sup> (мг/л).

2. Погрешность измерений

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

3. Метод измерений

Измерения концентраций 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/дм<sup>3</sup>.

Определению не мешают дивинилбензол, алкилбензин, триэтилен-тетрамин, этилстирол, бензол в количестве до 10 ПДК их содержания в воде.

#### 4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы:

##### 4.1. Средства измерений

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором	
Барометр-анероид	
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104-2001
Линейка масштабная	ГОСТ 427-75
Лупа измерительная	ГОСТ 25706-83
Меры массы	ГОСТ 7328-2001
Микрошприц МШ-10М	ГОСТ 8043-75
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТ 1770-74Е, ГОСТ 29227-91
Секундомер	ТУ 25-1819.0021-90
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; пределы 0-55 <sup>0</sup> С, цена деления 1 <sup>0</sup> С	ГОСТ 215-73Е
Шприц медицинский, 2 см <sup>3</sup>	ТУ 64-1-3776-83

##### 4.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	
Вакуумный компрессор марки ВН-461	
Дистиллятор	
Редуктор водородный	
Редуктор кислородный	
Термостат	
Флаконы для медицинских препаратов из стекла НС-1 емкостью 40 см <sup>3</sup> с резиновыми прокладками и навинчивающимися крышками. В крышке высверлено отверстие диаметром 2,0 мм	

## 4.3. Материалы

Азот сжатый	ГОСТ 9293-74
Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80
Водород сжатый	ГОСТ 3022-80
Стекловата или стекловолокно	

## 4.4. Реактивы

Апиезон L 5% на хроматоне N-AW HMDS зерна 0,125-0,160 мм, готовая насадка для хроматографической колонки (производство "Chemapol", Чехия)	
Ацетон, химически чистый (далее - х.ч.)	ГОСТ 2603-79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый, х.ч.	ГОСТ 18300-72
Толуол, чистый для анализа (ч.д.а.)	ГОСТ 14710-78

Могут быть использованы реактивы-эквиваленты, средства измерений и вспомогательные устройства, по точности и квалификации, не уступающие указанным в настоящей Инструкции.

## 5. Требования безопасности

5.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и ГОСТ 12.1.007-76 «Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования».

5.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и руководством по эксплуатации прибора.

5.3. При отборе проб разогретым шприцем надевают на руки хлопчатобумажные перчатки.

## 6. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика с опытом работы на газовом хроматографе, изучивших настоящую Инструкцию.

## 7. Условия выполнения измерений

Приготовление растворов, подготовку проб к анализу, выполнение измерений на газовом хроматографе согласно ГОСТ 15150-69 «Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды», ГОСТ 27025-86 (СТ СЭВ 804-77) «Реактивы. Общие требования по проведению испытаний», технической документации к прибору и настоящей Инструкции осуществляют при следующих условиях:

температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
относительная влажность воздуха	не более 80 %
атмосферное давление	630-800 мм рт. ст.

## 8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 8.1. Приготовление растворов

Исходный стандартный раствор толуола для градуировки ( $c = 100$  мг/дм<sup>3</sup>). 25,0 мг толуола вносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 10 дней.

Рабочий стандартный раствор для градуировки ( $c = 10$  мг/дм<sup>3</sup>). 10,0 см<sup>3</sup> исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Готовят перед употреблением.

### 8.2. Подготовка хроматографической колонки

Стальную 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 см<sup>3</sup>/мин, постепенно повышая температуру термостата колонок от 80 до 250<sup>0</sup>С со скоростью 1 градус/минуту. При температуре 250<sup>0</sup>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.

### 8.3. 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 см<sup>3</sup> вносят рабочие стандартные растворы для градуировки в соответствии с приложением 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Растворы тщательно перемешивают. Готовят в день проведения измерений.

В стеклянные флаконы вместимостью 40 см<sup>3</sup> вносят по 20 см<sup>3</sup> градуировочных растворов, полученных согласно приложению 1, закрывают резиновыми прокладками с навинчивающимися крышками, устанавливают в термостат, нагретый до 90<sup>0</sup>С и выдерживают 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см<sup>3</sup> паровой фазы и вводят в колонку хроматографа через испаритель.

Анализ проводят в следующих условиях:

Температура термостата колонок	100 <sup>0</sup> С
Температура термостата испарителя	50 <sup>0</sup> С
Расход газа-носителя (азота)	40 см <sup>3</sup> /мин
Расход водорода	35 см <sup>3</sup> /мин
Расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /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 площади пиков толуола и по средним результатам из 5-ти серий строят градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мм<sup>2</sup>) от концентрации (мг/дм<sup>3</sup>) толуола.

#### 8.4. Отбор проб

Отбор проб воды производят в соответствии с требованиями СТБ ГОСТ Р 51593-2001 «Вода питьевая. Отбор проб». Анализируют в день отбора.

#### 9. Выполнение измерений

20 см<sup>3</sup> пробы вносят во флакон, закрывают резиновой прокладкой с навинчивающейся крышкой. Пробу ставят в термостат, нагревают до 90<sup>0</sup>С и выдерживают в течение 30 минут. Затем нагретым шприцем отбирают 1,0 см<sup>3</sup> паровой фазы и вводят в испаритель хроматографа для разделения в условиях анализа градуировочных растворов. На хроматограмме измеряют площади пиков толуола. Рассчитывают среднее значение площади пика по результатам из 3-х измерений.

#### 10. Вычисление результатов измерений

Концентрацию толуола в воде ( $\text{мг/дм}^3$ ) определяют по градуировочной характеристике.

Настоящая Инструкция создана на основе МУК 4.1.651-96 «Методические указания по газохроматографическому определению толуола в воде», разработанных И.Н. Топоровой (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды имени А.Н. Сысина, г. Москва), утвержденных заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 31 октября 1996 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Приложение 1  
к Инструкции 4.1.10-12-40-2005  
«Методика выполнения измерений  
концентраций толуола в воде  
методом газовой хроматографии»

Растворы для установления градуировочной характеристики  
при определении концентраций толуола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего стандартного раствора (с = 10 мг/дм <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0,25	0,5	1,25	2,5	3,0	5,0
Концентрация толуола, мг/дм <sup>3</sup>	0,1	0,2	0,5	1,0	1,2	2,0