

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Министра здраво-  
охранения Российской Федерации – Глав-  
ный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

от 10 апреля 1999 г.

МУК 4.1.738—99

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Хромато-масс-спектрометрическое  
определение фталатов  
и органических кислот в воде**

Настоящие методические указания устанавливают количественный хромато-масс-спектрометрический анализ воды централизованных систем хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания фталатов в диапазоне концентраций от 0,1 до 3 мг/дм<sup>3</sup> и предельных органических кислот в диапазоне концентраций от 0,125 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Физико-химические свойства веществ и их гигиенические нормативы представлены в табл. 1 и 2.

**1. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 18,9\%$  ( $\delta_{\text{отн.}}$ ), 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

Измерение концентраций органических соединений основано на извлечении их из подкисленной воды жидкостной экстракцией диэтиловым эфиром, упаривании растворителя до безводного органического масла, рекстракции этанолом, хроматографическом разделении на капиллярной колонке, идентификации веществ по масс-спектрам и количественному определению по извлеченным ионам.

Нижний предел измерения в объеме экстракта составляет 0,01 мкг в пробе. Определению не мешают летучие органические соединения: этанол, пентан, гексан, бензол, ксилол и др.

Продолжительность проведения хромато-масс-спектрометрического анализа для фталатов составляет 45 мин, для кислот – 35 мин.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

### 3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с масс-селективным детектором с программным обеспечением HP G 1034c MS ChemStation (серия DOS)

Микрошприц, вместимостью 10 мм <sup>3</sup> , МШ-10М	ГОСТ 8043—75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Меры массы	ГОСТ 7328—82Е
Посуда стеклянная лабораторная	ГОСТы 20292—80, 25336—82

### 3.2. Вспомогательные устройства

Колонка кварцевая капиллярная хроматографическая длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, покрывающая неподвижной фазой HP-5MS (метилполисилоксан с 5 % фенильных групп) с толщиной пленки 0,25 мкм  
 Контейнеры для отбора проб – емкости из темного стекла, объемом 0,5 дм<sup>3</sup>, снабженные закручивающейся крышечкой с тефлоновой прокладкой

Воронки делительные ВД-3—500 или аналогичные	ГОСТ 9613—75
Колбы с оттянутым дном, емкостью 25 см <sup>3</sup>	ГОСТ 10394—72
Микрососуды с узким коническим дном типа Microvial фирмы Хьюлетт-Паккард	
Баня водяная	ТУ 61—1—423—72
Шкаф сушильный электрический 2В-151	

### 3.3. *Материалы и реактивы*

Кислота серная концентрированная, ч.	ГОСТ 4204—77
Вода артезианская (дополнительно очищенная кипячением)	
Эфир серный для наркоза стабилизированный	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Этанол для хроматографии	ТУ 6—09—1710—77
Гелий газообразный очищенный марки А	ТУ 51—940—60
Универсальная индикаторная бумага фирмы “Лахема” (Чехия) или аналогичная	
Диметилфталат, ч.	
Диэтилфталат, ч.	ТУ 6—09—272—86
Дибутилфталат, ч.	
Дигексилфталат, ч.	ТУ 6—09—3547—74
Диоктилфталат, ч.	ТУ 6—09—08—1504—83
Динонилфталат, ч. д. а.	ТУ 6—09—280—83
Дифенилфталат, ч.	ТУ 6—09—09—608—75
Гексановая (капроновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—126—75
Гептановая (энантовая) кислота, ч.	ТУ 6—09—613—76
Октановая (каприловая) кислота, ч.	ТУ 6—09—529—75
Нонановая (пеларгоновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—531—75
Декановая (каприновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—320—75
Ундекановая кислота, ч.	ТУ 6—09—18—53—79
Додекановая (лауриновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—612—76
Тридекановая кислота, ч.	ТУ 6—09—18—55—59
Тетрадекановая (миристиновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—127—75
Пентадекановая кислота, ч.	ТУ 6—09—18—16—76
Гексадекановая (пальмитиновая) кислота, ч.	ТУ 6—09—4132—75
Гептадекановая кислота, ч.	
Октадекановая (стеариновая) кислота, ч.	ГОСТ 9419—78
Нонадекановая кислота, ч.	ТУ 6—09—1720—72

#### 4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений концентраций веществ с использованием хромато-масс-спектрометра следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации хромато-масс-спектрометра.

4.2. При работе с реактивами следует соблюдать необходимые меры безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88 и ГОСТу 12.1.007—76.

4.3. Диэтиловый эфир является наркотическим средством, вызывающим раздражение дыхательных путей, относится к IV классу опасности (ПДК = 0,6 мг/м<sup>3</sup>). При работе с этим растворителем следует соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.007—76.

4.4. Этанол – наркотик, вызывающий сначала возбуждение, затем паралич центральной нервной системы. Этанол относится к IV классу опасности (ПДК = 5 мг/м<sup>3</sup>). При работе с этим растворителем следует соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.007—76.

#### 5. Требования к квалификации операторов

5.1. К обработке проб воды допускают лиц, имеющих квалификацию инженера- или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

5.2. К выполнению измерений на хромато-масс-спектрометре допускают лиц, имеющих квалификационную группу по работе на установках с высоким напряжением не ниже четвертой, прошедших соответствующий курс обучения и знающих устройство и правила эксплуатации прибора.

#### 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

6.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу, согласно ГОСТу 15150—69, осуществляют в следующих условиях:

температура окружающего воздуха	20 ± 10 °С;
относительная влажность	не более 80 %
при температуре	25 °С;