

Тслефон 222-69-97

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ

Міністэрства аховы здароўя

ГАЛОЎНЫ ДЗЯРЖАЎНЫ САНІТАРНЫ ЎРАЧ РЭСПУБЛІКІ БЕЛАРУСЬ

220048, г. Мінск, вул. Мяснікова, 39 факс 222-64-59 E-mail: obabuk@health. mcd. bv.

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУС

Министерство здравоохранения

ГЛАВНЫЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ САНИТАРНЫЙ ВРАЧ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

220048, г. Минск, ул. Мясникова, 39 факс 222-64-59 E-mail: obabuk@health. med. by.

"D8"	UHOHER	200∉r. №	_
Ha Ma			

ПОСТАНОВЛЕНИЕ №

Об утверждении Сборника инструкций 4.1.11-11-2004 - 4.1.11-11-28-2004 «Методики выполнения измерений концентраций химических веществ в воде централизованных питьевого водоснабжения»

В целях исполнения Закона Республики Беларусь «О санитарноэпидемическом благополучии населения» в редакции от 23 мая 2000 года (Национальный реестр правовых актов Республики Беларусь, 2000 г., № 52,2/172) постановляю:

- 1. Утвердить прилагаемый Сборник инструкций 4.1. 11-14-14 - 2004 - 4.1. 11-11-28- 2004 «Методики выполнения измерений концентраций химических веществ в воде централизованных питьевого водоснабжения» и ввести его в действие на территории Республики Беларусь с 1 декабря 2004 года.
- 2. Главному врачу государственного учреждения «Республиканский центр гигиены, эпидемиологии и общественного здоровья», Главным государственным санитарным врачам областей и г. Минска довести данное постановление до сведения всех заинтересованных и установить контроль за его выполнением.

М.И. Римжа

УТВЕРЖДЕНО
Постановление
Главного государственного
санитарного врача
Республики Беларусь
08.06.2004 г. № 57

Инструкция 4.1.11-11-13-2004

«МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА, ХЛОРБЕНЗОЛА, ЭТИЛБЕНЗОЛА, О-КСИЛОЛА, СТИРОЛА В ВОДЕ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ»

Настоящая инструкция устанавливает количественную методику выполнения измерений (МВИ) концентраций бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в питьевой и поверхностной (источник питьевой) воде методом хромато-масс-спектрометрии для определения в ней толуола и стирола в диапазоне концентраций 0,05-20 мг/дм³, бензола, хлорбензола, этилбензола - 0,005-2,0 мг/дм³, ксилола 0,025-10 мг/дм³.

Настоящая инструкция может быть использована для определения ароматических соединений в воде в условиях чрезвычайных и послеаварийных ситуаций.

1. Характеристика веществ.

Физико-химические свойства бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола и их гигиенические нормативы представлены в приложении 1.

2. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений концентраций бензола, стирола, этилбензола, о-ксилола, толуола и хлорбензола с погрешностью, не превышающей \pm 20 % ($\delta_{\text{отн.}}$), при доверительной вероятности 0,95.

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

3.1. Средства измерений

Хромато-масс-спектрометр МАТ-90 фирмы «Finnigan MAT» (США, ФРГ), состоящий из масс-спектрометра МАТ-90, газового хроматографа Varian 3400, компьютера Micro VIP 2 или хроматомасс-спектрометр ITD-800 фирмы "Finnigan MAT" (США, ФРГ), состоящий из масс-спектрометра типа "ионная ловушка" ITD-800, газового хроматографа Varian 3400, компьютера MSI Tower фирмы IBM

Барометр-анероид, тип БАММ 1

 Весы аналитические лабораторные, тип ВЛА-200
 ГОСТ 24104-2001

 Колбы мерные 2-10-2, 2-100-2, 2-1000-2
 ГОСТ 1770-74E

 Меры массы
 ГОСТ 7328-2001

Микрошприцы для хроматографии 70I N фирмы «Hamilton» (США), вместимостью 0,001 см³

Пипетки стеклянные, вместимостью 0.5; 1.0; 2.0 и 10 см³

1 или 2 класса точности ГОСТ 29169-91 Секундомер СДС пр. 1-2-000 ТУ 25-1819.0021-90

ТУ 25-1884.003-90 Термометр ТЛ-4 4-Б 2 или ТЛ-2 1-Б 2 Цилиндры мерные типа 2-100, 2-1000 ГОСТ 25544-87 ГОСТ 1770-74Е

3.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка из кварцевого стекла DB-5 фирмы J&W Scientific (США) длиной 30 м и внутренним диаметром 0,25 мм с нанесенной жидкой 5 %-ной фенил- и 95 %-ной метилсиликоновой фазой и толщиной пленки 0,25 мкм

Хроматографическая колонка из кварцевого стекла DB-DIOXIN фирмы J&W Scientific (США) длиной 60 м и внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной пленки неподвижной фазы 0,25 мкм

and the William Country American Country and the Country American Country and	
мм с толщиной пленки неподвижной фазы 0,25 мкм	TTT (1 1 2050 00
Баня водяная	ТУ 64-1.2850-80
Воронки делительные ВД 3-1000	ΓΟCT 25336-82E
Колбы выпаривательные КнКШ-100 и КнКШ-10	ΓΟCT 25336-82E
Колбы круглодонные К-1-100-29/32 ТХС	ΓOCT 25336-82E
Контейнеры для отбора проб – емкости из темного стекла, объемом 1	
дм ³ , снабженные завинчивающейся крышкой с тефлоновой проклад-	
кой	
Шкаф сушильный электрический	ТУ 64-1.1411-76
Электроплитка	ГОСТ 14919-83
3.3. Материалы	
Бумага индикаторная универсальная фирмы«Лахема», Чехия	
Гелий газообразный марки А	ТУ 51-940-80
3.4. Реактивы	
Бензол, х.ч.	ΓΟCT 5955-75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Гексан для хроматографии, х.ч.	ТУ 6-09-4521-77
Калий двухромовокислый, х.ч.	ΓΟCT 4220-75
Кислота серная концентрированная, ч	ГОСТ 4204-77
о-Ксилол, х.ч.	ТУ 6-09-915-76
Натрия гидроксид, х.ч.	ΓΟCT 4328-77
Натрий сернокислый безводный, х.ч.	ГОСТ 4166-76
Спирт этиловый ректификованный, х.ч.	ΓΟCT 18300-87
Стирол, х.ч.	ΓΟCT 10003-90
Толуол, х.ч.	ГОСТ 5789-78
Хлорбензол, ч.д.а.	ГОСТ 646-73

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

Этилбензол, х.ч.

4. Метод измерений

ΓOCT 9385-77

Измерение концентраций анализируемых веществ выполняют методом хромато-массспектрометрии. Метод основан на извлечении соединений из воды экстракцией органическим растворителем с последующим упариванием растворителя, газохроматографическом разделении смеси на кварцевой капиллярной колонке и анализе на масс-спектрометре. Нижний предел измерения в объеме пробы - 0,01 мкг.

Определению не мешает присутствие других ароматических углеводородов и хлорорганических соединений.

5. Требования безопасности

- 5.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.01.005-88.
- 5.2. При выполнении измерений с использованием хромато-масс-спектрометров соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

6. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, изучивших работу на хромато-масс-спектрометре и настоящую инструкцию.

7. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

7.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу согласно ГОСТ 15150-69, ГОСТ 27025-86 (СТ СЭВ 804-77) осуществляют в следующих условиях:

температура окружающего воздуха $20 \pm 5^{\circ}$ C;

относительная влажность

не более 80 %;

атмосферное давление

630-800 мм рт. ст.

7.2. Выполнение измерений на хромато-масс-спектрометрах проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к приборам и настоящей инструкцией.

8. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку хромато-масс-спектрометрического детектора и хроматографической колонки, установление градуировочных характеристик, отбор проб.

8.1. Подготовка посуды

Посуду, используемую для анализа, тщательно моют с поверхностно-активным моющим средством. После этого посуду замачивают на 3-4 ч в свежеприготовленном 3 %-ном растворе двухромовокислого калия в серной кислоте (5,5 г двухромовокислого калия на 100 см³ концентрированной серной кислоты) и отмывают в проточной водопроводной воде с последующим ополаскиванием дистиллированной водой. После высущивания в сущильном шкафу при температуре 150°C отверстия в посуде закрывают притертыми крышками.

8.2. Приготовление растворов

 $10~{\rm M}$ раствор гидроксида натрия. $40~{\rm r}$ реактива вносят в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора - $30~{\rm дней}$.

Исходный раствор № 1 бензола, хлорбензола, этилбензола ($C = 0.5 \text{ мг/см}^3$). 50 мг каждого из ароматических соединений вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20-30 см³ этилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - 1 месяц при 4° C.

Рабочий раствор № 1 бензола, хлорбензола, этилбензола ($C = 0.05 \text{ мг/см}^3$). 1 см³ исходного раствора № 1 вносят в мерную колбу вместимостью 10 см³, содержащую 2-3 см³ этилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - 1 месяц при 4^0 C.

Исходный раствор № 2 о-ксилола ($C = 0.5 \text{ мг/см}^3$). 50 мг о-ксилола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20-30 см³ этилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - 1 месяц при 4° C.

Рабочий раствор № 2 о-ксилола ($C = 0.25 \text{ мг/см}^3$). 5 см³ исходного раствора № 2 вносят в мерную колбу вместимостью 10 см³, содержащую 2-3 см³ этилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - 1 месяц при 4° C.

Исходный раствор № 3 толуола, стирола ($C = 0.5 \text{ мг/см}^3$). 50 мг каждого из ароматических соединений вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20-30 см³ этилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения - 1 месяц при 4° C.

8.3. Подготовка хромато-масс-спектрометрической системы

Включают хромато-масс-спектрометр MAT-90 или масс-спектрометр типа «ионная ловушка» ITD-800 в соответствии с техническим описанием и руководством по эксплуатации приборов.

Газохроматографические колонки хроматографов Varian 3400 перед анализом кондиционируют при температуре 150°C в течение 12 ч с предварительным медленным нагревом от температуры 50°C со скоростью 1°C/мин.

8.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочные характеристики устанавливают на градуировочных растворах ароматических соединений в воде. Они выражают зависимость площади пика (безразмерные компьютерные единицы) от концентраций (мг/дм^3) каждого соединения и строятся по 6 сериям градуировочных растворов.

Градуировочные растворы бензола, хлорбензола и этилбензола готовят в мерных колбах вместимостью $1000~{\rm cm}^3$. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор № 1 для градуировки согласно приложению 2, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы о-ксилола готовят в мерных колбах, вместимостью 1000 см³. Для этого в каждую колбу вносят рабочий раствор № 2 для градуировки согласно приложению 2, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемещивают.

Градуировочные растворы толуола и стирола готовят в мерных колбах, вместимостью $1000~{\rm cm}^3$. Для этого в каждую колбу вносят исходный раствор № 3 для градуировки согласно приложению 2, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы из мерных колб вместимостью 1000 см^3 поочередно, начиная с наименьшей концентрации, переливают в делительные воронки вместимостью 1000 см^3 , снабженные тефлоновыми или хорошо притертыми и смазанными только водой стеклянными кранами. Используя 10 M раствор гидроксида натрия, создают среду в водной фазе с pH > 11. Значение pH раствора устанавливают с помощью индикаторной бумаги.

В мерную колбу из-под градуировочного раствора приливают замеренные цилиндром (100 см³) 20 см³ гексана, закрывают и встряхивают в течение 30 с для промывки внутренней поверхности колбы. После этого данную порцию растворителя переносят в делительную воронку, в которой находится анализируемый градуировочный раствор. Экстракцию проводят, встряхивая делительную воронку в течение 2 минут, периодически сбрасывая избыточное давление. После расслоения органической и водной фаз экстракт отделяют от воды и переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Градуировочный раствор последовательно экстрагируют еще 2 раза порциями по 20 см³ гексана как описано выше. Объединенные экстракты (60 см³) высушивают от воды, пропуская через сухую пипетку вместимостью 10 см³, заполненную 10 г сернокислого натрия, и собирают в выпаривательной колбе вместимостью 100 см³. Для количественного переноса круглодонную колбу и пипетку промывают 10 см³ гексана, которые затем добавляют к экстракту в выпаривательной колбе.

В выпаривательную колбу помещают 1 или 2 чистых «кипелки» и экстракт (70 см³) осторожно упаривают на водяной бане при температуре 35-40⁰C до объема 5-8 см³ и переносят в выпаривательную колбу вместимостью 10 см³. Перенесенный экстракт упаривают до объема 0,5 см³. Затем микрошприцем отбирают 0,001 см³ упаренного экстракта и вводят через инжектор в колонку хроматографа.

Анализ проводят либо на приборе MAT-90, либо на приборе ITD-800 при следующих условиях:

Масс-спектрометр МАТ-90

Режим программирования температуры хрома-	
тографической колонки:	50°С - 1 мин
в интервале 50-250°C	со скоростью 10°С/мин
250°C без деления потока с последующей продувкой	10 мин
растворителя	
температура инжектора	200°C
расход газа-носителя	1 см ³ /мин
ионизирующее напряжение	70 эВ
ток эмиссии	0,5 мА
ускоряющее напряжение	4600 B
температура ионного источника	200°C

диапазон сканируемых масс а. е. м. (ат. ед. массы) 35-260 скорость сканирования магнитного поля магнита 1 с/декада

Масс-спектрометр ITD-800

Режим программирования температуры 50°C - 5 мин

хроматографической колонки:

в интервале $50\text{-}65^{\circ}\text{C}$ со скоростью $7^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ в интервале $65\text{-}200^{\circ}\text{C}$ без деления потока с последую-

щей продувкой растворителя

 температура инжектора
 200°C

 расход газа-носителя
 1 см³/мин

 напряжение умножителя
 2000 В

 температура рестриктора
 220°C

 диапазон сканирования масс (ат.ед.массы)
 35-260 а. е. м.

скорость сканирования магнитного поля магнита 1 с/скан

Хроматографические и масс-спектрометрические характеристики ароматических соединений приведены в приложении 3.

Записывают хроматограммы в виде файлов данных. Для основного и 2 подтверждающих ионов, выбранных из приложения 3, получают масс-фрагментограммы каждого из анализируемых веществ. На каждой масс-фрагментограмме рассчитывают площади пиков соединений и по средним результатам из 6 серий строят градуировочную характеристику для каждого из компонентов. Градуировку проверяют 1 раз в полгода, либо после юстировки или ремонта хромато-масс-спектрометра.

8.5. Отбор проб

Пробы воды объемом не менее $1~{\rm дм}^3$ отбирают согласно СТБ ГОСТ Р 51593-2001 в химически чистые емкости из темного стекла с завинчивающимися крышками, предварительно промытые дистиллированной водой и высушенные в сушильном шкафу при температуре $150^{\rm o}$ С. Для получения $1~{\rm peзультата}$ измерения отбирают $2~{\rm oдинаковыe}$ пробы воды. Отобранные пробы воды хранят при температуре $\pm~4^{\rm o}$ С, срок хранения - $5~{\rm g}$ дней.

9. Выполнение измерений

Емкости с отобранными пробами воды извлекают из холодильника и выдерживают 2-3 часа при комнатной температуре. Объем пробы, используемый для анализа, замеряют с помощью мерного цилиндра вместимостью 1000 см³. Затем с пробой проводят все операции, описанные в п. 8.4. Для получения результата измерения проводят анализ 2-х параллельных проб воды.

По окончании хроматографического анализа проводят идентификацию обнаруженных соединений при помощи библиотечного поиска в библиотеке NBS компьютерной системы и по временам удерживания (Приложение 3). Качественную идентификацию осуществляют по следующим критериям:

характеристические ионы для каждого анализируемого компонента должны давать максимальное значение в любом выбранном скане;

время удерживания не должно отличаться более чем на 10 с от времени удерживания подлинного соединения;

относительная интенсивность пиков 3-х характеристических ионов на массфрагментограмме не должна отличаться более чем на 20% от относительной интенсивности этих пиков в справочном масс-спектре. Справочный масс-спектр может быть либо библиотечным, либо получен при анализе на хромато-масс-спектрометре градуировочного раствора индивидуального вещества. На масс-фрагментограммах для каждого анализируемого вещества, полученных по соответствующим основному и двум подтверждающим ионам (Приложение 3), рассчитывают площади пиков.

Перед проведением измерений анализируют «холостую пробу» дистиллированной воды по п. 9, чтобы убедиться в отсутствии помех и загрязнений. При их наличии обнаружи-

вают причину и устраняют ее.

10. Обработка результатов

Концентрацию каждого определяемого вещества в пробе (мг/дм³) определяют по соответствующим градуировочным характеристикам.

Вычисляют среднее значение концентрации определяемого вещества:

$$C_{cp} = 0.5 \left\{ \sum_{i=1}^{2} C_i \right\}$$

Рассчитывают относительную разницу результатов 2 параллельных измерений одной пробы:

$$C_1 - C_2 \le 0.01 \cdot d \cdot C_{cp}$$
, где

d - оперативный контроль сходимости, равный 28,2 %.

11. Контроль погрешности методики выполнения измерений

- 11.1. Контроль сходимости. Выполняют по п. 10. При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.
- 11.2. Оперативный контроль погрешности. Проводят при смене реактивов, после ремонта прибора. Образцами для контроля являются реальные пробы питьевой воды, к которым делают добавки измеряемых веществ в виде раствора. Отбирают 2 пробы воды и к 1 из них делают добавку таким образом, чтобы содержание определяемых веществ увеличилось по сравнению с исходным на 50-150% так, чтобы концентрация в пробе не выходила за верхний диапазон. Каждую пробу анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы $C_{\text{исх}}$ и рабочей пробы с добавкой - C^1 . Результаты анализа исходной рабочей пробы – $C_{\text{исх}}$ и с добавкой – C^1 получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает 1 аналитик с использованием 1 набора мерной посуды, 1 партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признают удовлетворительными, если выполняется условие:

$$(C^1-C_{uex}-C) < K_g$$
, где

С - добавка вещества, мг/дм³;

 K_g - норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм³.

При внешнем контроле (Р = 0,95) принимают:

$$\mathbf{K}_{\mathbf{g}} = \sqrt{\Delta^2 C^1 + \Delta^2 C_{ucx}}$$
, где

 ΔC^1 и ΔC_{ucx} - характеристика погрешности для исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм³: $\Delta C_{\text{HCX}} = 0.01 \cdot \delta_{\text{OTH}} \cdot C_{\text{HCX}} \text{ H} \qquad \Delta C^{1} = 0.01 \cdot \delta_{\text{OTH}} \cdot C^{1}$

При внутрилабораторном контроле (P = 0,90) принимают: ${
m K}^1{}_{
m g}$ = 0,84 $\cdot {
m K}_{
m g}$

$$K_{g}^{1} = 0.84 \cdot K_{g}$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Настоящая инструкция создана на основе Методических указаний «Хромато-массспектрометрическое определение бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в воде», разработанных Г.А. Газиевым и А.С. Московкиным (Всероссийский центр медицины катастроф «Защита», г. Москва), утвержденных Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 10 апреля 1999 г., МУК 4.1.739-99.

Приложение 1 к Инструкции 4.1.11-11-13-2004 «Методика выполнения измерений концентраций бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в воде методом хромато-масс-спектрометрии»

Физико-химические свойства веществ

Наименование вещества	Форму- ла	Молек. масса	Т _{кип} ⁰ C	Плотность, г/см ³	Растворимость*, $\Gamma/дм^3$			
вещества	ла	Macca		17CM	вода	этанол	эфир	
Бензол	C ₆ H ₆	78	80,1	0,879	0,82			
Толуол	C ₇ H ₈	92	110,6	0,867	0,57	беск.	беск.	
Хлорбензол	C ₆ H ₅ Cl	112	132,0	1,107	0,49	беск.	беск.	
Этилбензол	C ₈ H ₁₀	106	136,1	0,867	0,14	4	-	
о-Ксилол	C ₈ H ₁₀	106	144,4	0,880	н.р.	· -	x.p.	
Стирол	C ₈ H ₈	104	145,2	0,906	т.р.	p.	p.	

* беск. – бесконечно растворимо, смешивается в любых соотношениях; х.р. – хорошо растворимо; р. – растворимо; т.р. – трудно растворимо; н.р. – не растворимо.

Гигиенические нормативы анализируемых веществ

Наименование вещества	ПДК, мг/дм³	Класс опасности		
Бензол	0,01	2		
Толуол	0,5	4		
Хлорбензол	0,02	3		
Этилбензол	0,01	4		
о-Ксилол	0,05	3		
Стирол	0,1	3		

Приложение 2 к Инструкции 4.1.11-11-13-2004 «Методика выполнения измерений концентраций бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в воде методом хромато-масс-спектрометрии»

Градуировочные растворы для установления градуировочных характеристик при определении концентраций бензола, хлорбензола и этилбензола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора $(C = 0.05 \text{ Mг/cm}^3), \text{ cm}^3$	0,1	0,5	1,0	2,0	10	20	40
Концентрация вещества, мг/дм ³	0,005	0,025	0,05	0,1	0,5	1,0	2,0

Хромато-масс-спектрометрический анализ проводят либо на масс-спектрометре с ITD-800.магнитным масс-анализатором MAT- 90, либо на масс-спектрометре «ионная ловушка» ITD-800.

Градуировочные растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации о-ксилола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора $(C = 0.25 \text{ мг/см}^3), \text{ см}^3$	0,1	0,5	1,0	2,0	10	20	40
Концентрация вещества, мг/дм ³	0,025	0,125	0,25	0,5	2,5	5,0	10

Градуировочные растворы для установления градуировочных характеристик при определении концентраций толуола и стирола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора $(C = 0.5 \text{ мг/см}^3), \text{ см}^3$	0,1	0,5	1,0	2,0	10	20	40
Концентрация вещества, мг/дм ³	0,05	0,25	0,5	1	5	10	20

Приложение 3 к Инструкции 4.1.11-11-13-2004 «Методика выполнения измерений концентраций бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в воде методом хромато-масс-спектрометрии»

Хроматографические и масс-спектрометрические характеристики ароматических соединений

№ п/п	Вещество	Время удержи	вания, мин:сек	Характеристические массы, а. е. м.			
		MAT 90	ITD-800	Основной ион	Подтвержда- ющие ионы		
1	Бензол	2:20±0:01	6:18±0:02	78	77,79		
2	Толуол	3:21±0:01	8:45±0:02	91	65,92		
3	Хлорбензол	4:28±0:02	11:16±0:0,3	112	77,114		
4	Этилбензол	4:45±0:02	11:54±0:03	91	105,106		
5	о-Ксилол	4:57±0:02	12:30±0:03	91	105,106		
6	Стирол	5:15±0:02	13:16±0:03	104	78,103		