

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

(переработанные технические условия, выпуск 8)

Москва — 1983 г.

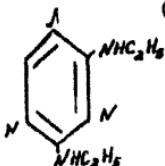
УТВЕРДИД

Заместитель Главного государственного гигиенического врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО
А.И.ЗАЙЧЕНКО

"22" октября 1983 г.
"22" октября 1983 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
СИМАЗИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 201,67

Твердое вещество. Т_{дн} 225-287°. Растворяется в ацетоне.

В воде растворяется ограниченно, с водой легко образует тонкую устойчивую суспензию.

I. Характеристика метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с детектором по захвату электронов.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения симазина 1,0 · 10⁻⁴ мг в анализируемом объеме раствора.

Предел измерения в воздухе 0,04 мг/м³ /при отборе 50 л воздуха/.

Лицензия измеряемых концентраций 0,04-10,0 мг/м³.

Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические гербициды.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 7,5\%$.

Предельно допустимая концентрация симазина в р^аздуке 2 мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Симазин, х.ч.

Основной раствор симазина готовят растворением 10 мг препарата в 100 мл ацетона в мерной колбе. Срок хранения в ходильнике 30 дней.

Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл симазина, готовят соответствующим разбавлением ацетоном основного раствора. Срок хранения раствора 1 день.

Ацетон, ОСЧ, ГОСТ 2603-71, овежеперегнанный.

Хроматон А-*в*-ДМСГ /0,16-0,20 мм/ с 5% 3Е-30.

Азот особой чистоты в баллонах с редуктором..

3. Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Колонка хроматографическая, стеклянная.

Аппарат для встряхивания.

Роллы мерные ГОСТ 1770-74, вместимостью 50мл, 100мл.

Ротационный испаритель.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры бумажные, обеззоленные "синая лента".

Микрошир.ц на 10 мкл.

Секундомер.

Линейка и лупы измерительные.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин запирают через бумажный фильтр, помещенный в фильтродержатель.

для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха в течение 1 мин.

Условия анализа

Хроматографическую колонку заполняют неподвижной фазой с применением вакуума и кондиционируют при температуре 200⁰С в течение 6 часов.

Фильтры помещают в плоскодонную колбу, емкостью 50 мл, приливают 10 мл ацетона и встряхивают 5-10 мин. Раствор сливают в колбу ротационного испарителя, тщательно отжимая фильтр стеклянной палочкой. Эту операцию повторяют два раза. Растворитель испаряют под вакуумом досуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетона и 1-8 мкл раствора вводят микромпресом в испаритель хроматографа через самоустанавливающуюся мембрану.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Длина колонки	100 см
Диаметр колонки	0,35 см
Твердыйноситель	хроматон МА-В
Неская фаза	§ Е-30
Температура колонки	180 ⁰ С
Температура испарителя	275 ⁰ С
Температура детектора	280 ⁰ С
Газ-носитель	азот
Скорость потока газа-носителя	60 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	10 ⁻¹⁰ А
Скорость диаграммной ленты	10 мм/мин

Объем вводимой пробы

1-8 мкл

Ориентировочное время удерживания симазина

3 мин 15 с.

Количественное определение проводят методом сравнения. Для этого перед анализом пробы и после анализа вводят в хроматограф 1-8 мкл стандартного раствора симазина, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 3 определений.

Концентрацию симазина в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot V_{10}} , \text{ где}$$

y - количество симазина в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкл;

V_1 - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_2 - общий объем пробы, мл;

H_1 - высота пика стандартного раствора, мм;

H_2 - высота пика хроматографируемой пробы, мм;

V_{10} - объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение I/.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 273 + 20 \cdot P}{273 + t} \cdot 101,33, \text{ где}$$

- V_t - Объем воздуха, отобранный для анализа, л;
- P - барометрическое давление, кПа /101,33 кПа = 760 мм рт.ст./,
- t - температура воздуха в месте отбора пробы, $^{\circ}\text{C}$.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C
и атмосферное давление 101,35 кПа /760 мм рт.ст./

°C	Давление Р, кПа											
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40	
-30	I.1582	L.1646	I.1709	I.1772	I.1836	I.1839	I.1963	I.2026	L.2058	L.2122	L.2185	
-26	I.1993	I.1456	I.1519	I.1581	I.1644	I.1705	I.1768	I.1831	L.1862	L.1925	L.1986	
-22	L.1212	I.1274	I.1336	I.1396	I.1458	I.1519	I.1581	I.1643	L.1673	L.1735	L.1795	
-18	L.1036	I.1097	L.1158	L.1218	I.1278	I.1338	I.1399	I.1460	L.1490	L.1551	L.1611	
-14	I.0866	I.0926	I.0986	L.1045	I.1105	I.1164	L.1224	I.1284	L.1313	L.1373	L.1432	
-10	L.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.1063	L.1112	L.1141	L.1200	L.1258	
-6	L.0540	L.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	L.0974	I.1032	I.1069	
-2	I.0385	L.0442	L.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	L.0784	L.0812	L.0869	L.0925	
0	I.0309	I.0366	L.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	L.0733	I.0789	I.0846	
+2	I.0234	I.0291	L.0347	I.0402	L.0459	I.0514	I.0571	I.0627	L.0655	I.0712	I.0767	
+6	L.0087	L.0143	I.0198	L.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	L.0612	
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462	
+14	0.9836	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316	
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	L.0122	L.0175	
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105	
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.0036	
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968	
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902	
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836	
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772	
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644	
+38	0.9049	0.9093	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520	