МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск 8)

Москва — 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

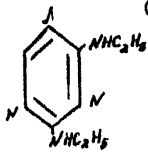
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО

"22" декабря 1983 г.

№ 2762-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СИМАЗИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 201,67

Твердое вещество. $T_{пл}$ 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 $1,0 \cdot 10^{-4}$ мг в анализируемом объеме раствора.

Предел измерения в воздухе 0,04 мг/м^3 /при отборе 50 л воздуха/.

Диапазон измеряемых концентраций 0,04-10,0 мг/м^3.

Определению не мешают хлорорганические и фосфорорганические гербициды.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 7,5%.

Предельно допустимая концентрация симазина в воздухе 2 мг/м^3.

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 холодильнике 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, свежеперегнанный.

Хроматон NA-W-DMCS /0,16-0,20 мм/ с 5% SE-30.

Азот особой чистоты в баллонах с редуктором.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Колонка хроматографическая, стеклянная.

Аппарат для встряхивания.

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

Ротационный испаритель.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Фильтры бумажные, обеззоленные "синяя лента".

Микрошприц на 10 мкл.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительные.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

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

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

Условия анализа

Хроматографическую колонку заполняют неподвижной фазой с применением вакуума и кондиционируют при температуре 200°С 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 микрошприцем в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану.

Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Длина колонки	100 см
Диаметр колонки	0,35 см
Твердый носитель	хроматон N-W
Жидкая фаза	SE-30
Температура колонки	180°С
Температура испарителя	275°С
Температура детектора	280°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 мг/м^3 воздуха /X/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$, где

g – 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_{20} – объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение 1/.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}$$, 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, ^{0}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.

КОЭФФИЦИЕНТЫ

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

°С	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	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	1.0036
+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
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]940I	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	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

gost.e-ecolog.ru