МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва - 1986 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва-1986г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованного выпуска технических условий № 9.

Включенные в сборник методические указания переработаны в соответствии с требованиями ГОСТа I2.I.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на измерение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории промышленно-санитарной химии Ангарского НИИ гигиены труда и профзаболеваний.

Редакционная коллегия: Дорогова В.Б.
Спасенникова Т.И.
Македонская Р.Н.
Бабина М.Д.
Овечкин В.Г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"6" ноября 1986 г.
№ 4193-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЕТРАКАРБОНИЛА НИКЕЛЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$Ni(CO)_4$ М.м. 170,7

Тетракарбонил никеля (ТКН) - бесцветная легкоподвижная жидкость с резким запахом. Упругость пара 320,6 мм рт.ст. при t =20°С. Температура кипения при атмосферном давлении составляет 43°С, плотность - 1,31 кг/м^3. ТКН начинает разлагаться при 60°С и при 200°С полностью разлагается. Растворим в органических растворителях- спиртах, бензоле, хлороформе, четыреххлористом углероде. В воде ТКН растворяется незначительно (180 мг/л при 9,8°С). В воздухе присутствует в виде паров.

I. Характеристика метода

Определение основано на использовании метода газожидкостной хроматографии на приборе с детектором электронного захвата - ЗЗД (или постоянной скорости рекомбинации - ДПР).

Отбор проб проводится с концентрированием на инертный носитель хроматон N.

Предел измерения - $5 \cdot 10^{-5}$ мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - $1 \cdot 10^{-4}$ мг/м^3 (при отборе 500 мл

воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ мг/м^3.

Определению не мешают карбонил железа, оксид и диоксид углерода и другие постоянные газы. Мешающее влияние кислорода устраняют в ходе анализа.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация ТКН в воздухе $5 \cdot 10^{-4}$ мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Тетракарбонил никеля, ТУ 48-3-32-76.

Никель сернокислый, хч, ГОСТ 4465-74, перекристаллизованный.

Основной стандартный раствор готовят растворением 0,1644 г $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл, 1 мл этого раствора соответствует 1 мг $Ni(CO)_4$. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев.

Стандартный раствор с содержанием $Ni(CO)_4$ 0,01 мг/мл, готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора дистиллированной водой непосредственно перед употреблением.

Калий иодноватокислый, чда, ГОСТ 4202-75, 5%-ный раствор в концентрированной серной кислоте.

Кислота серная, чда, ГОСТ 4204-77.

Литий хлористый, МРТУ 6-09-4600-67; 30%-ный раствор.

Сорбент. 10 см^3 стеклянной крошки, фракции 1-2 мм, смачивают 0,3 мл раствора иодата калия в концентрированной серной кислоте.

Осушитель. Сферохром-1 или ИНЗ-600 с размером зерен 0,15 - 0,315 мм прокаливают при 600°С в течение 1 ч, пропитывают раствором хлористого лития из расчета 1 мл на 2 см^3 носителя и выдерживают 3 час. при 180°С.

Натрий сернистокислый, безводный, чда, ГОСТ 195-77, 10%-ный

раствор, свежеприготовленный.

Аммоний надсернокислый, чда, ГОСТ 20478-75, 3%-ный раствор, свежеприготовленный.

Натрий едкий, хч, ГОСТ 4328-77, 10 и 20% растворы.

Диметилглиоксим, чда, ГОСТ 5828-77, 1%-ный раствор в 10%-ном растворе едкого натра.

Носитель - динохром П, тип П, ТУ 1711-26-71, размер частиц 0,5-0,315 мм.

Стационарная фаза - полиметилсилоксановая жидкость ПМС-100, ГОСТ 13032-77; 2,3% от массы набивки.

Сорбент - хроматон N , ЧССР, фирма Лахема.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74.

Шпатлевка эпоксидная, ТУ 6-15-662-76.

Трубка резиновая техническая, ГОСТ 5496-67.

Газообразные азот, осч, ГОСТ 9293-74, аргон высшей очистки, ГОСТ 10157-79, в баллонах с редукторами.

Азот жидкий, ГОСТ 9293-74, в сосудах Дьюара вместимостью 16 л.

3. Приборы и посуда

Хроматограф с электронозахватным (постоянной скорости рекомбинации) детектором.

Колонка разделительная, стеклянная спиралевидная. Длина колонки 2,2 м, длина слоя набивки - 2 м, диаметр внутренний 3 мм.

Колонка обогатительная (1, рис12) стеклянная, U -образная. Длина 160 мм, диаметр внутренний 4 мм.

Блок теплоизолирующий пенопластовый (рис13).

Термопара (4, рис12) отградуированная (медь-константан).

Потенциометр переносной ПП-63 (5, рис12), класс 0,05, ГОСТ 9245-68.

Сосуд Дьюара, вместимостью 0,5 л и 16 л, ГОСТ 5.837-71.

Аспирационное устройство.

Линейка измерительная металлическая, ГОСТ 427-75, с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная, ГОСТ 25706-83, с ценой деления 0,1 мм.

Секундомер механический, тип С-1-2а, класс 3, ГОСТ 5072-79.

Манометр образцовый (1,6 кгс/см^2), ГОСТ 6521-60.

Установка для приготовления градуировочных смесей ТКН с воздухом (рис.1):

Дозатор паров ТКН (рис10).

Ротаметр типа РМ-П, ТУ 13045-81, погрешность измерения ±2,5%.

Реометр (рис11), погрешность измерения ±1%.

Насос вакуумный ВН-461М производительностью 0,83 л/с (6,рис12).

Кран соединительный стеклянный одноходовой, проходное отверстие 2,5±0,5 мм, ТУ 7995-80Е (6, рис.9).

Аппаратура для химического анализа ТКН:

Спектрофотометр с видимой областью спектра;

Трубка сорбционная стеклянная длиной 350 мм, диаметром 10 мм с перфорированными перегородками;

Аллонж стеклянный, вместимостью 25 см^3;

Пробирки стеклянные, ГОСТ 25336-82;

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 и 10 см^3.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 100 мл/мин с помощью насоса протягивают через обогатительную колонку хроматографа.

Обогатительную колонку, заполненную хроматоном N, помещают в теплоизолирующий пенопластовый блок (рис13) и подсоединяют к

термостату колонок вместо дозирующей трубки (рис12). Перед отбором пробы колонку охлаждают до -70 + -60°С с помощью потока охлажденного газообразного азота, поступающего по трубке I2 из сосуда Дьюара с жидким азотом. Кран на байпасной линии I0 при этом закрыт.

Колонку в период охлаждения (~ 3 мин.) продувают аргоном с расходом 80-I00 мл/мин (трехходовой кран "а" в положении 2, трехходовой кран "б" в положении I, положение каналов крана-дозатора обозначено сплошными линиями). Газ протягивают с помощью насоса. По достижении необходимой температуры трехходовой кран "а" ставят в положение I и начинают отбирать пробу воздуха в течение 5 мин., контролируя расход по реометру. После завершения отбора пробы поворачивают трехходовой кран "а" в положение 2 и продувают обогатительную колонку аргоном при той же температуре (-60° + -70°С) и с тем же расходом в течение 2-х мин. для удаления адсорбированного кислорода.

В случае необходимости отбора проб воздуха в помещении, где невозможно установить прибор и откуда нельзя транспортировать воздух по трубопроводу, пробу отбирают непосредственно в обогатительную колонку, помещенную в сосуд Дьюара с жидким азотом или смесью твердого диоксида углерода (сухой лед) с ацетоном. Отобранная проба может храниться не более I часа при температуре не выше минус 60°С. Затем обогатительную колонку подсоединяют к хроматографу и продувают аргоном, как описано выше.

Приготовление насадки для колонок

Насадку для заполнения разделительной колонки готовят методом фильтрации следующим образом: навеску носителя хезохрома П при постоянном перемешивании вносят в раствор неподвижной фазы ПМС-I00 в хлороформе. Суспензию фильтруют на воронке Бюхнера с использовани-

ем водоструйного насоса в колбу Бунзена. Определяют объем удерживаемого раствора и рассчитывают концентрацию фазы.

Приготовленную насадку осторожно выгружают в чашку и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу до полного испарения растворителя, а затем в течение 3-4 часов в термостате при 70-100°С.

Колонку заполняют приготовленной насадкой под вакуумом (длина слоя набивки 2 м). Далее устанавливают в термостате колонок и кондиционируют при постоянном повышении температуры от комнатной до 200°С в течение 3-4 часов. Степень чистоты газовых потоков проверяют путем измерения падения напряжения на детекторе (ДПР). При комнатной температуре падение напряжения $U_ф$ не должно превышать 10 в.

Обогатительную колонку плотно заполняют инертным носителем хроматоном N. Предварительно в выходной конец колонки вводят отградуированную медь-константановую термопару, которую уплотняют с помощью эпоксидной шпатлевки. Контроль температуры в течение всего цикла операций осуществляют с помощью переносного потенциометра ПП-63.

Условия анализа

После завершения отбора пробы и продувки колонки аргоном ее перекрывают, ставя трехходовой кран "а" в положение 3, а трехходовой кран "б" в положение 2, и нагревают до минус 2 - 0°С с помощью потока азота из баллона, для чего открывают кран на байпасной линии 10 (рис12). Десорбированный ТКН потоком газа-носителя краном-дозатором вводят в разделительную колонку, охлажденную до той же температуры, которую получают с помощью потока охлажденного азота, поступающего по линии 13 из сосуда Дьюара (рис12). Затем, устанавливая трехходовые краны "а" - в положение 2 и "б" - в положение 1,

начинают продувать обогатительную колонку аргоном (80-100 мл/мин), одновременно нагревая ее до комнатной температуры путем естественного теплообмена. Через 10-15 мин. отбирают на анализ новую пробу воздуха.

Условия хроматографирования

Температура колонки -2 + 0°С.
Расход газа-носителя (азота осч или аргона) 50 мл/мин.
Расход продувочного газа ДПР 150 мл/мин.
Чувствительность регистрации $2 \cdot 10^{-11}$ А.
Скорость движения диаграммной ленты 600 мм/час.
Время удерживания ТКН 58 сек.
Время анализа 10 мин.

Установка для приготовления градуировочных смесей

Для количественного определения ТКН используют метод абсолютной калибровки. Градуировочные смеси, содержащие микропримеси ТКН в воздухе, готовят методом диффузионного дозирования. Сущность метода заключается в диффузии легколетучего ТКН через капилляр с внутренним диаметром 0,01 + 0,05 мм и последующем неоднократном разбавлении паров ТКН воздухом.

На рис.1 представлена установка для получения градуировочных смесей ТКН с воздухом. Основным узлом установки является диффузионный дозатор (рис 10). Дозатор термостатируют при 0°С с погрешностью ±0,1°С. Пары ТКН, выходящие из диффузионной трубки, разбавляют азотом осч или аргоном. Подачу, регулирование и стабилизацию газового потока (расход газа 10 + 15 мл/мин) осуществляют с помощью газового блока хроматографа. Выходящую из дозатора парогазовую смесь далее подвергают двухступенчатому разбавлению чистым воздухом. Воздух про-

сасывают с помощью насоса, расход устанавливают и регулируют стеклянными кранами (6, рис.9), и контролируют отградуированными ротаметрами. На П-ю ступень разбавления отбирают ~1/50 часть газового потока с I-й ступени, устанавливая расход по реометру (4, рис.9) Например: если на I-ю ступень подают воздух с расходом 5 л/мин., то на П-ю ступень отбирают паровоздушную смесь с расходом 100мл/мин Отбор градуировочной смеси в обогатительную колонку для хроматографического анализа (7, рис.9) осуществляют со П-ой ступени разбавления путем поворота трехходового крана "а" в положение I (см.выше). Концентрацию ТКН в градуировочной смеси рассчитывают на основании данных химического анализа паровоздушной смеси, отбираемой с I-й ступени разбавления.

Определение концентрации градуировочных смесей

Метод основан на разложении паров карбонила никеля смесью иодата калия и серной кислоты, нанесенной на стеклянный носитель, и фотометрическом определении никеля по реакции с диметилглиоксимом. Для этого часть газового потока с I-й ступени разбавления с объемной скоростью 2 л/мин. в течение 3-4 часов протягивают через последовательно соединенные и расположенные вертикально входным отверстием вниз аллонж с осушителем и трубку с сорбентом. Перед отбором каждой пробы осушитель заменяют. По окончании отбора пробы сорбционную трубку помещают в колориметрическую пробирку входным отверстием вниз и смывают исследуемый раствор 3 мл 10% раствора едкого натра, приливают I мл воды, 0,5 мл раствора сульфита натрия, по Iмл растворов надсернокислого аммония и диметилглиоксима. Перед прибавлением каждого реактива содержимое пробирки перемешивают. Через 10-15 мин. измеряют оптическую плотность окрашенного раствора относительно дистиллированной воды в кюветах на 10 мм при длине волны

440 нм. Аналогично готовят нулевой раствор. Количество ТКН в пробе определяют по разности измерений оптической плотности раствора пробы и нулевого. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Таблица 24

Шкала стандартов

Номер стандарта	Станд. раствор №2, мл	Вода, мл	5% раствор иодноватокислого калия	10% раствор сульфита натрия	3% раствор надсернокислого аммония	1% раствор диметилглиоксима	Содержание ТНК, мкг
I	0	I,0	по 0,3мл	по	по Iмл	по	0
2	0,05	0,95	во	0,5мл	во	I мл	0,5
3	0,I	0,9	все.	во	все	во	I,0
4	0,2	0,8	про-	все	про-	все	2,0
5	0,4	0,6	бир-	про-	бир-	про-	4,0
6	0,6	0,4	ки	бир-	ки	бир-	6,0
7	0,8	0,2		ки		ки	8,0
8	I,0	0					I0,0

Концентрацию ТКН в градуировочной смеси в мг/м^3 воздуха рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{\mathcal{A} \cdot V_{1\text{-}2}}{V \cdot (V_{1\text{-}2} + V_2)}$$, где

$\mathcal{A}$ – количество ТКН, найденное в пробе, мкг;

V – объем анализируемой газовой смеси, пропущенной через сорбент, л ;

$V_{1\text{-}2}$ – расход газовой смеси, отбираемой с I-ой на II-ю ступень разбавления, л/мин. ;

V_2 – расход воздуха, подаваемого на II-ую ступень разбавления, л/мин.

Построение градуировочного графика и обработка результатов

Для построения градуировочного графика проводят шесть серий измерений по всему диапазону концентраций от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ мг/м^3 по 5-10 параллельных в каждой серии. Снимают зависимость аналитического сигнала (высота пика карбонила никеля - h) от количества ТКН, введенного в обогатительную колонку - q.

Проверку градуировочного графика осуществляют не менее чем по пяти точкам раз в квартал, а также при изменении условий измерения. Один раз в год градуировочный график строят заново.

Анализ воздуха и градуировку прибора проводят в идентичных условиях.

Концентрацию ТКН в мг/м^3 воздуха (х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q \cdot 10^6}{V_{20}}, \text{ где}$$

q - количество ТКН, найденное из градуировочного графика, мг;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа, мл.

Требования к квалификации лиц, проводящих измерение концентраций тетракарбонила никеля в воздухе

Газохроматографическое определение тетракарбонила никеля в воздухе рабочей зоны осуществляет оператор, имеющий образование не ниже средне-технического, обладающий достаточным опытом работы в области аналитической химии и знакомый с методом газовой хроматографии. Наладку и монтаж прибора, а также устранение возможных неполадок осуществляет техник-наладчик электронной аппаратуры.

Требования безопасности

Контроль за содержанием тетракарбонила никеля в воздухе рабочей зоны, относящегося к веществам I-го класса опасности, осуществляют в соответствии с действующими на предприятии "Инструкциями по технике безопасности". Кроме того, при производстве анализа должны соблюдаться следующие меры предосторожности:

а) при работе с жидким ТКН:

- установку для приготовления градуировочных смесей монтируют в вытяжном шкафу;
- операции с жидким ТКН осуществляют в вытяжном шкафу при включенной вентиляции (жидкий ТКН предварительно охлаждают тающим льдом);
- уничтожение ТКН после проверки градуировочного графика производят азотной кислотой I:I в вытяжном шкафу;

б) при работе со сжатыми газами:

- баллоны со сжатыми газами устанавливают в помещении, температура в котором не превышает 35°С. На баллоны не должны действовать источники, излучающие тепло, и открытый огонь;
- баллоны со сжатыми газами нельзя устанавливать у стены, где возможно их соприкосновение с токоведущими проводами;
- выпуск газа из баллонов осуществляют через редукторы, предназначенные исключительно для данного газа;

в) при работе с жидким азотом:

- не допускать попадания жидкого азота на открытые участки кожи;
- сосуд с жидким азотом должен иметь свободный выход газа;
- передавливание жидкого азота осуществляется газом под давлением не более 0,5 кг/см^2;
- работу с жидким азотом осуществляют в помещении, оборудованном вентиляцией с обязательным ее включением;

г) при работе с хроматографом:

- обеспечить надежное заземление термостатов и электронных блоков хроматографа;
- включение термостатов и электронных блоков производить только после установки необходимых расходов газа;
- включение термостатов и электронных блоков производить с помощью тумблеров на панелях блоков до выключения общего рубильника, обесточивающего помещение;
- при эксплуатации ДПР, в котором применены два радиоактивных источника (α - источник из плутония-239 и β - источник - тритиево-титановая мишень), запрещается:
- извлекать источники из приборов;
- касаться источника руками и другими предметами;
- промывать источники растворителями;
- повышать температуру высокотемпературной камеры выше 300°С и выносного блока выше 50°С.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
-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	1,1039
-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

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+I4	0,9806	0,9860	0,99I4	0,9967	0,002I	I,0074	I,0I28	I,0I83	I,0209	I,0263	I,03I6
+I8	0,967I	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0I22	I,0I75
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9763	0,98I6	0,9868	0,992I	0,9974	I,0000	I,0053	I,0I05
+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	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7	0,9968
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I	0,9902
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,939I	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

Приложение 3.

Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	2	3
I.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акрекса в воздухе рабочей зоны.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва
2.	Методические указания по хроматографическому измерению концентраций акролеина в воздухе рабочей зоны.	Московский НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана
3.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций I-амино- и I,2-диаминоантрахинонов в воздухе рабочей зоны.	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций антрохинона в воздухе рабочей зоны.	-"-
5.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций О-и *п*-анизидина; бензохинона; α и β-нафтолов; α-нафтохинона; *п*-оксидифениламина; солянокислого *п*-фенетидина; хлористого 5-этокси-I,2-фенилентиазония в воздухе рабочей зоны.	-"-
6.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона, дихлорметана, трихлорэтилена, бензола в воздухе.	Куйбышевская ЦНИИ газобезопасности
7.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, бензола, толуола, этилбензола, м-,п-;о-ксилолов, стирола, псевдокумола в воздухе.	

Продолжение приложения 3

1	2	3
8.	Методические указания по газохроматографическому измерению суммы концентраций 3,4 и 1,2 бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР
9.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилформамида в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров.	-"-
10.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций винилхлорида в воздухе рабочей зоны.	НИИ химии и технологии полимеров г.Дзержинск Горьковской обл.
11.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопентана в воздухе рабочей зоны.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва
12.	Методические указания по измерению концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны.	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР г.Москва
13.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций свинца в воздухе рабочей зоны и кронсодержащей красочной пыли.	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР г.Москва Всесоюзный Центральный НИИОТ г.Москва
14.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетрафторэтокси-2,4-фенилендиамина в воздухе рабочей зоны.	-"-
15.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хлораля в воздухе рабочей зоны.	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР г. Москва
16.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α-хлор-4-хлортолуола в воздухе рабочей зоны.	-"-

Продолжение приложения 3

1	2	3
17.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилацетата, бутилацетата и диметилформамида в воздухе.	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР г.Москва Всесоюзный Центральный НИИОТ г.Москва
18.	Методические указания по хроматографическому измерению концентраций диметилбензиламина в воздухе рабочей зоны.	Ленинградский Всесоюзный НИИ охраны труда
19.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций стирола в воздухе.	-"-
20.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетракарбонила никеля в воздухе рабочей зоны.	Гипроникель, г.Ленинград
21.	Методические указания по измерению концентраций стирола в воздухе рабочей зоны методом бумажной хроматографии.	НИИ общей и коммунальной гигиены им.А.Н. Сысина АМН СССР г.Москва
22.	Методические указания по измерению концентраций алифатических спиртов группы C_1-C_{10} в воздухе методом бумажной хроматографии.	НИИ общей и коммунальной гигиены им.А.Н. Сысина АМН СССР г.Москва
23.	Методические указания по спектрофлуориметрическому измерению концентраций бенз-(а)пирена в смолистых возгонах каменноугольной смолы и пека.	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
24.	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций никеля, его окислов и сульфидов в воздухе рабочей зоны.	-"-
25.	Методические указания по измерению концентраций фенантрена в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.	-"-

Продолжение приложения 3

1	2	3
26.	Методические указания по хроматографическому измерению концентраций двуокиси углерода в воздухе рабочей зоны.	Белорусский НИИ санитарногигиенический институт
27.	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций олова и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны.	Институт гигиены труда и профзаболеваний АН Каз.ССР
28.	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций паров ртути в воздухе рабочей зоны.	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
29.	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фосфористого и мышьяковистого водородов в воздухе рабочей зоны.	-"-
30.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций канифоли в воздухе рабочей зоны.	-"-
31.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилмеркаптана, этилмеркаптана, диметилсульфида и метанола в воздухе рабочей зоны.	-"-

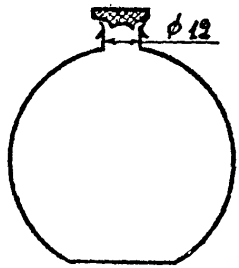
Приложение 4.

Вещества, определяемые по ранее утвержденным Методическим Указаниям

Наименование веществ	Методические указания
Летучие продукты эпоксидных смол УП-666-I, УП-666-2, УП-666-3, УП-671"Д", УП-677, УП-680, УП-682.	МУ, выпуск XVII, М.1983, с.108 Определение эпихлоргидрина
Сополимеры марок А-15КС, А-15С, А-150, лакрис-2116Л, Н-50/64, акриловый загуститель-2, бентон-34.	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны в системах вентиляционных установок, М.,1981, с.235, переизданный сборник МУ, выпуск I-5.
Десмедифам	МУ на определение фенмедифама, выпуск 24.
Оксифенилэтилкарбамат	МУ на определение оксифенилметилкарбамата, выпуск 24.
Фитон С	МУ по хроматографическому измерению концентрации фитона (картоцида), в.21, М., 1986, с.259.

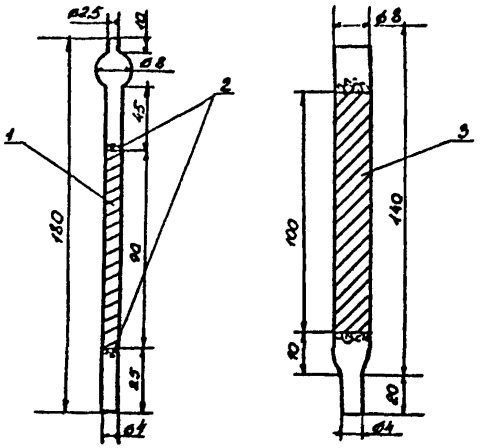
Сосуд для приготовления смесей

Рис.2



Накопительная (а) и осушительная (б) колонки

Рис. 3.

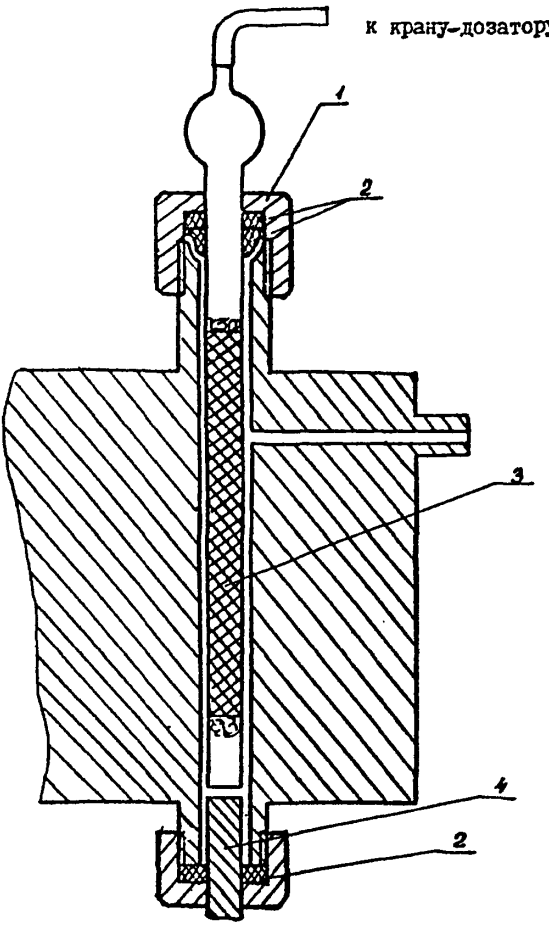


а) б)

I – уголь
2 – стекловолокно
3 – хлористый кальций

Введение поглотительной колонки в испаритель

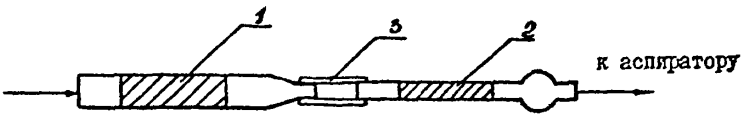
Рис. 4.



I – накидная гайка испарителя
2 – прокладки
3 – накопительная колонка
4 – разделительная колонка

Схема отбора проб воздуха
рабочей зоны

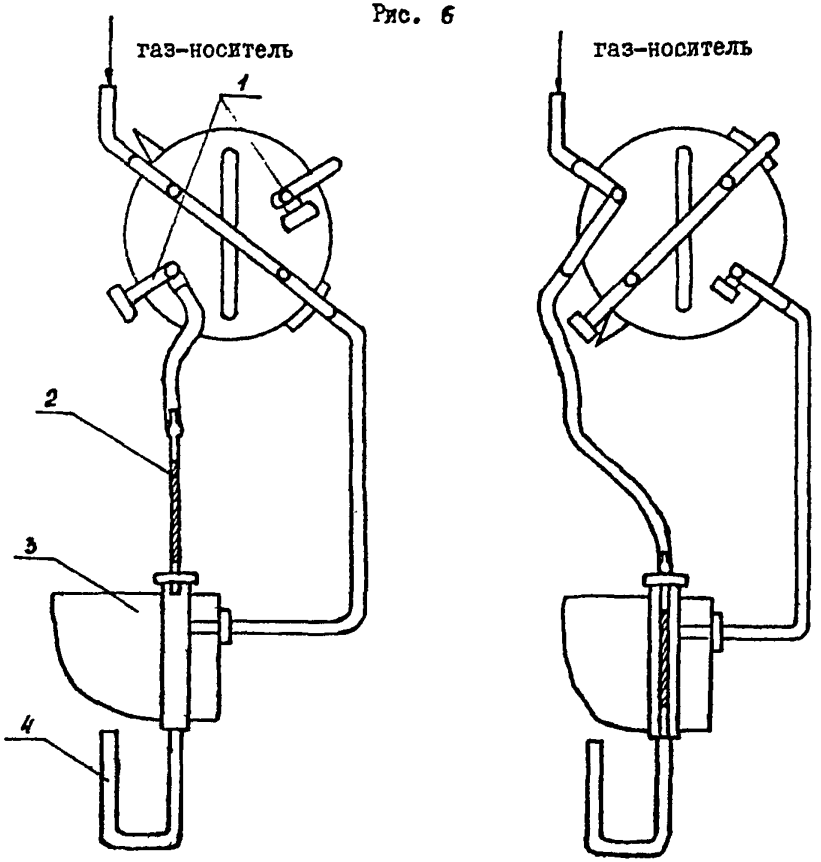
Рис. 5.



I - осушительная колонка
2 - накопительная колонка
3 - резиновая трубка

Газовая схема подключения накопительной колонки

Рис. 6



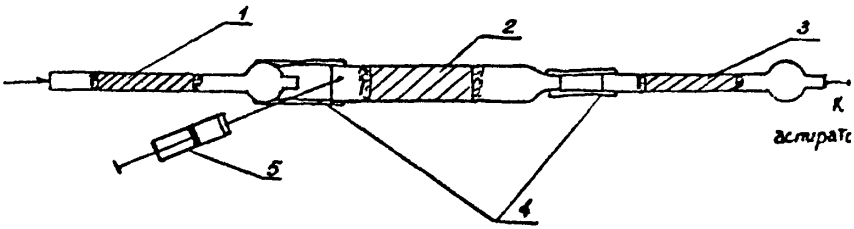
I - отбор пробы

II - анализ

1 - заглушка
2 - накопительная колонка
3 - испаритель
4 - разделительная колонка

Введение градуировочной смеси в поглотительную колонку

Рис. 7.



I,3 – накопительные колонки
2 – осушительная колонка
4 – резиновая трубка.
5 – шприц

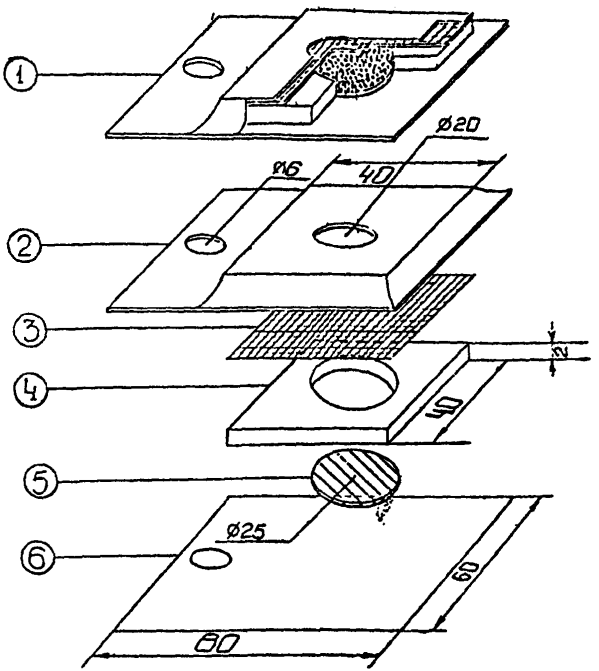
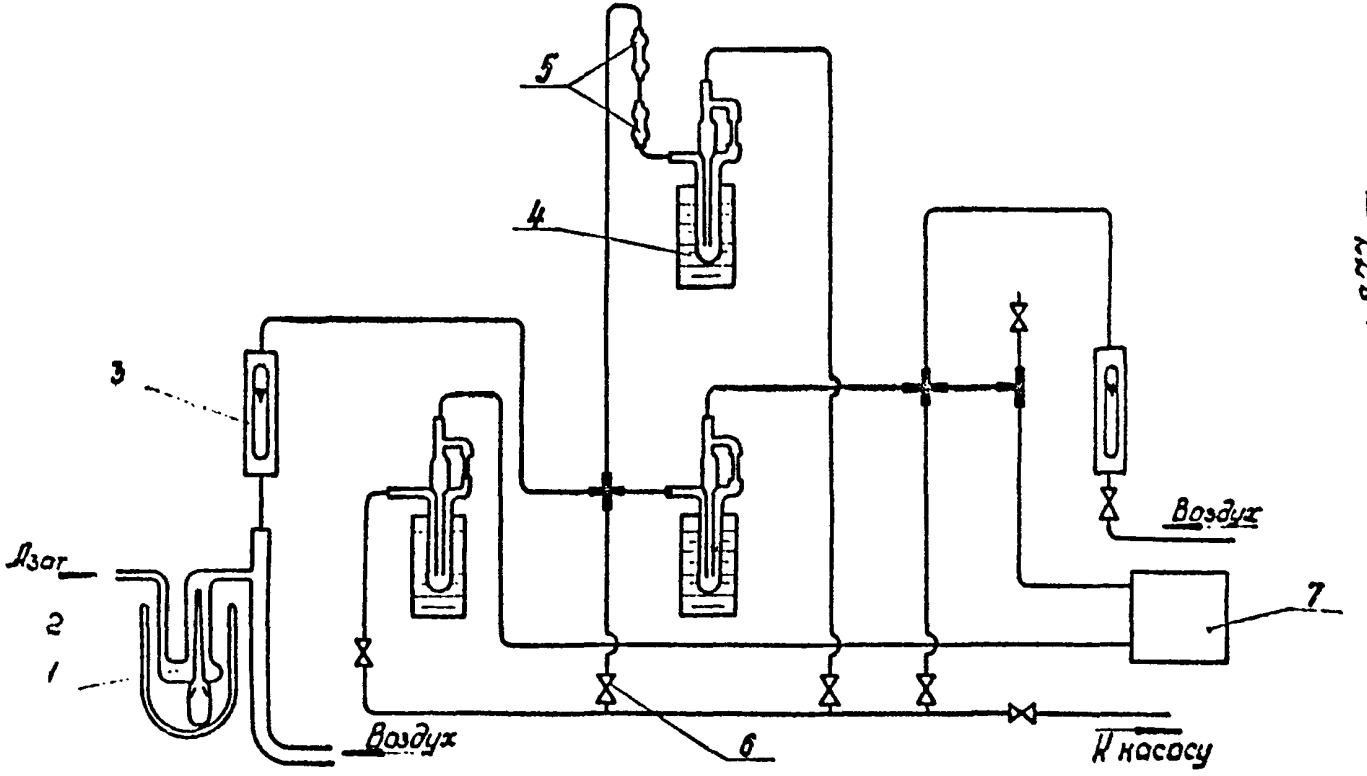


Рис. 8. Пассивный дозиметр -ПД -1

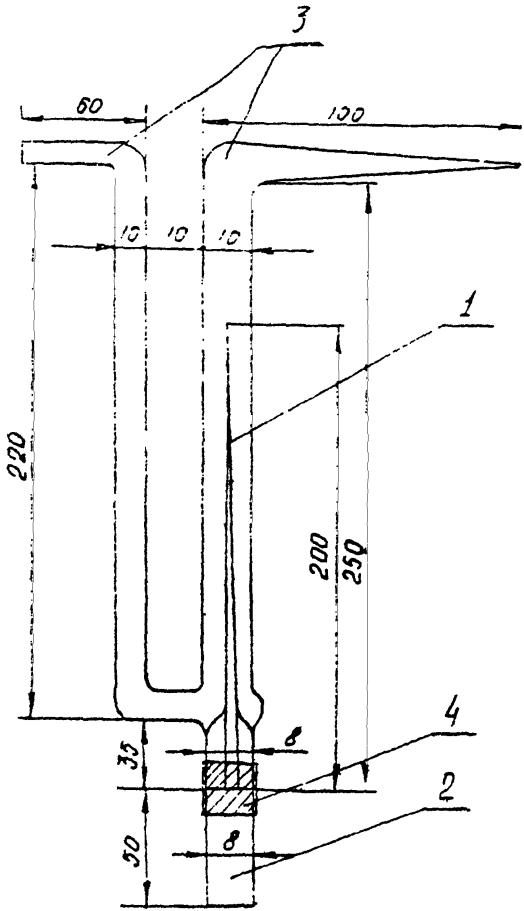
1. Общий вид в разрезе
2. Верхняя крышка /фольгированный материал/
3. Мембрана /фильтр "красная лента"/
4. Вкладыш картонный для адсорбента
5. Подложка под адсорбент /фильтр из стекловолокна ФСВ-А/
6. Нижняя крышка /фольгированный материал/

Установка для приготовления градуировочных смесей



1 – девитер ТКН; 2 – сосуд Дьюара, вместимостью 0,5л, заполненный льдом; 3 – ротаметры; 4 – реометры; 5 – узел отбора пробы на хроматограф; 6 – краны; 7 – обогатительная колонка.

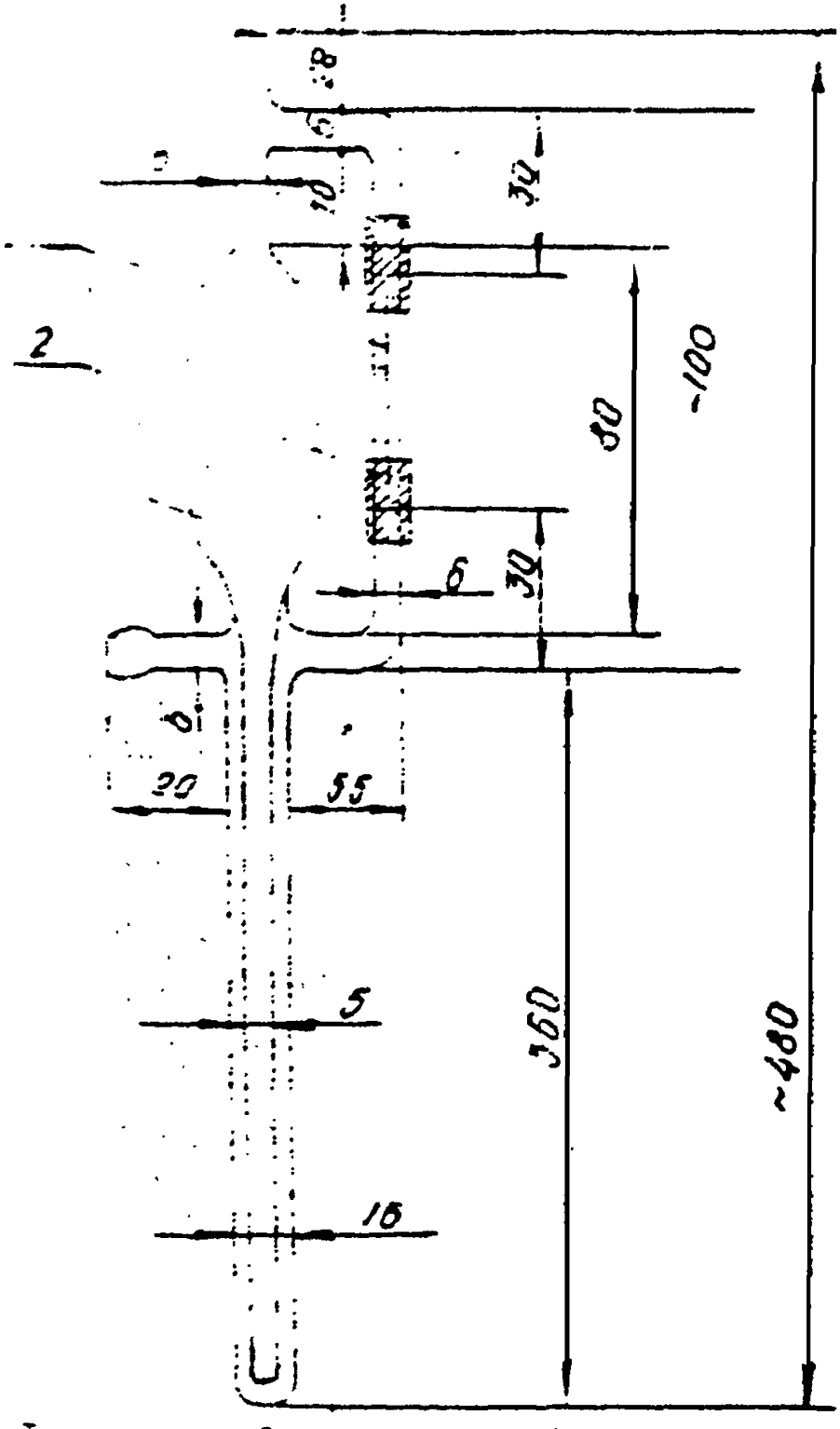
Рис.9



I – капилляр; 2 – пробирка с ТКН;
3 – U-образная трубка; 4 – резиновая трубка.

Рис. 10

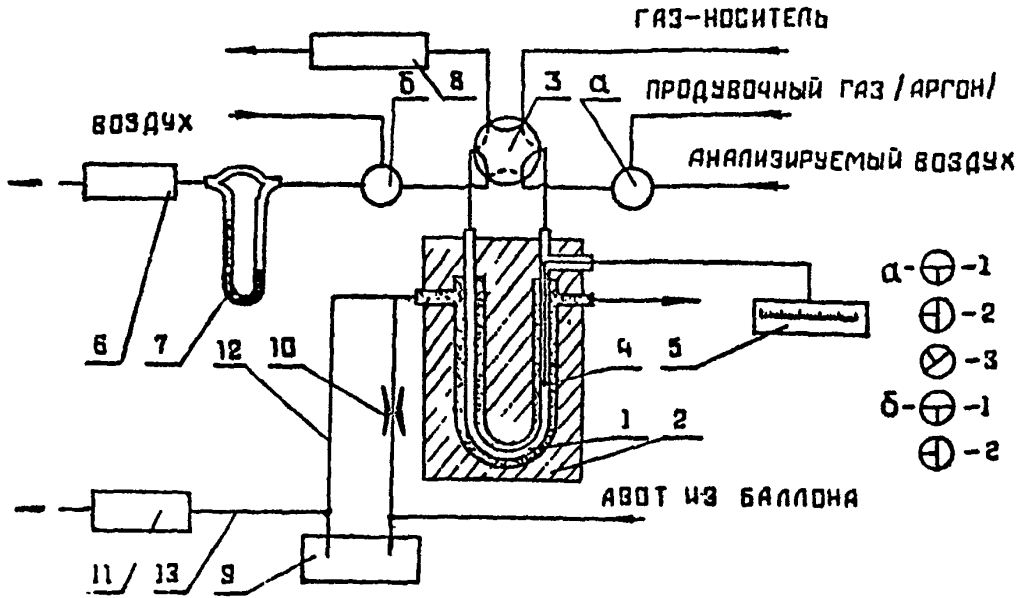
Реометр.



1 – капилляр; 2 – резиновые трубки;
3 – корпус реометра.

Рис. 11

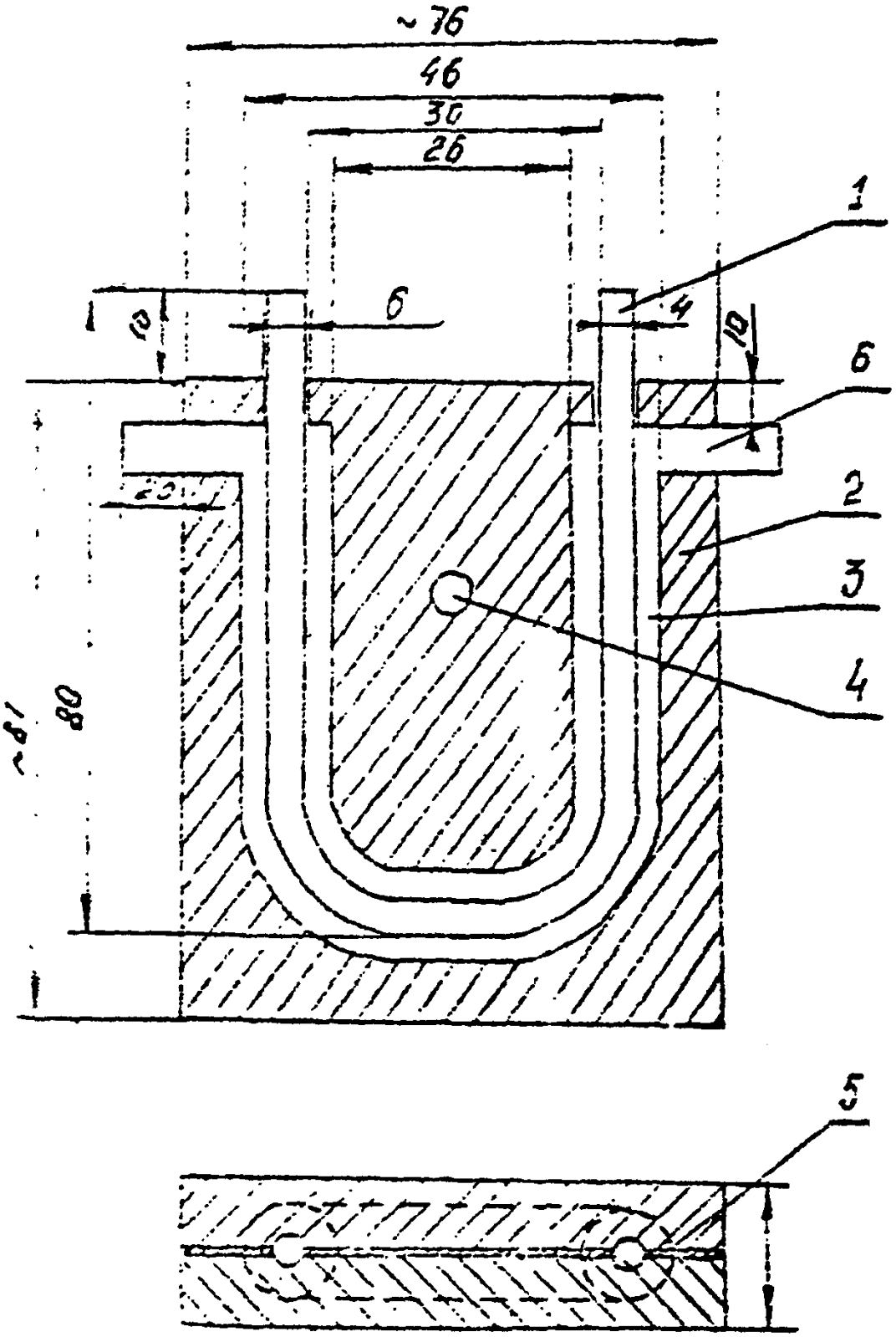
Система охлаждения и отбора пробы.



I - обогатительная колонка; 2 - блок теплоизолирующий пенопластовый; 3 - кран-дозатор; 4 - термопара; 5 - потенциометр; 6 - вакуумный насос для отбора проб; 7 - реометр; 8 - разделительная колонка; 9 - сосуд Дьюара с жидким азотом емк.16л; I0 - байпасная линия; II - термостат колонок; I2 - линия подачи охлажденного азота в блок обогатительной колонки; I3 - линия подачи охлажденного азота в термостат колонок; "а" и "б"- трехходовые краны.

Рис. I2

Блок теплоизолирующий.



I – колонка обогатительная; 2 – корпус блока; 3 – канал для колонки; 4 – отверстие для крепежного болта; 5 – прокладка; 6 – боковые отверстия.

Рис 13

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акрекса в воздухе рабочей зоны I

2. Методические указания по измерению концентраций акролеина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. 5

3. Методические указания по полярографическому измерению концентраций I-амино- и I,2-диаминоантрахинонов в воздухе рабочей зоны II

4. Методические указания по полярографическому измерению концентраций О-*п*-анизидина в воздухе рабочей зоны I5

5. Методические указания по полярографическому измерению концентраций антрахинона в воздухе рабочей зоны I9

6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны. 23

7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензина, бензола, толуола, этилбензола, о-,м-,п-ксилола, стирола, псевдокумола в воздухе рабочей зоны. 28

8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола, толуола, о-,м-,п-ксилола, этилбензола, ацетона, циклогексана, этилацетата и бутилового спирта в воздухе рабочей зоны 34

9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола, толуола, этилбензола, о-,м-,п-ксилола, изопропилбензола в воздухе рабочей зоны 40

10. Методические указания по полярографическому измерению концентраций бензохинона в воздухе рабочей зоны 46
11. Методические указания по газохроматографическому измерению суммы концентраций 3,4 и 1,2-бензпирена в воздухе рабочей зоны. 50
12. Методические указания по спектрофлуориметрическому измерению концентраций бенз(а)пирена в смолистых возгонах каменноугольной смолы и пека. 56
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций н-бутилового, вторичного бутилового и третичного бутилового спиртов в воздухе рабочей зоны. . . 62
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций винилхлорида в воздухе рабочей зоны. . . 66
15. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций двуокиси углерода в воздухе рабочей зоны. .. 74
16. Методические указания по измерению концентраций диметилбензиламина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 77
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилформамида в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров 85
18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций дихлорэтана, хлороформа, четыреххлористого углерода и трихлорэтилена в воздухе рабочей зоны . . 90
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопентана в воздухе рабочей зоны. . . . 95

20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций канифоли талловой в воздухе рабочей зоны. 95
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилмеркаптана, этилмеркаптана, диметилдисульфида и метанола в воздухе рабочей зоны 104
22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций α- и β-нафтолов в воздухе рабочей зоны. . . . 109
23. Методические указания по полярографическому измерению концентраций α-нафтохинона в воздухе рабочей зоны 113
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций никеля, его окислов и сульфидов в воздухе рабочей зоны. 117
25. Методические указания по полярографическому измерению концентраций п-оксидифениламина в воздухе рабочей зоны. 122
26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций олова и его неорганических соединений в воздухе рабочей зоны 126
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны. 130
28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций паров ртути в воздухе рабочей зоны. 135
29. Методические указания по полярографическому измерению концентраций свинца в воздухе рабочей зоны и кронсодержащей красочной пыли. 139
30. Методические указания по спектрографическому измерению концентраций свинца в воздухе рабочей зоны и кронсодержащей красочной пыли. 144

31. Методические указания по полярографическому измерению концентраций стирола в воздухе рабочей зоны 151
32. Методические указания по измерению концентраций стирола в воздухе рабочей зоны методом бумажной хроматографии . . 155
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетракарбонила никеля в воздухе рабочей зоны. 160
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетрафторатокси-2,4-фенилендиамина в воздухе рабочей зоны. 172
35. Методические указания по измерению концентраций фенантрена в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. 176
36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фенантрена в воздухе рабочей зоны 180
37. Методические указания по полярографическому измерению концентраций солянокислого п-фенетидина в воздухе рабочей зоны. 184
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фосфористого и мышьяковистого водородов в воздухе рабочей зоны 188
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хлораля (трихлоруксусного альдегида) в воздухе рабочей зоны. 194
40. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α-хлор-4-хлортолуола в воздухе рабочей зоны. 198

41. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилацетата, бутилацетата и диметилформамида в воздухе рабочей зоны. 203
42. Методические указания по полярографическому измерению концентраций 5-этоксифенилен-I,2-тиазония хлористого в воздухе рабочей зоны. 207
43. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетона, изопропилбензола и α-метилстирола в воздухе рабочей зоны. 210
44. Приложение I. 214
45. Приложение 2. 215
46. Приложение 3. 217
47. Прилохение 4. 221

-27 от 25.12.87 п. л. 15,5 Зак. №525 Тир. 1250
Типография Министерства здравоохранения СССР

gost.e-ecolog.ru