МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно - санитарной химии при проблемной комиссии " Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии ".

Выпуск XVIII

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Беляков А.А., Бабина М.Д., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И. ЗАЙЧЕНКО

"21" марта 1983 г.

№ 2406-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОНОНИТРОНАФТАЛИНА И ИЗОМЕРОВ I,5- И I,8- ДИНИТРОНАФТАЛИНА В ВОЗДУХЕ

Таблица 9

Физико-химические свойства

Название вещества	Структурная формула	Агрегатное состояние	М	Т.пл. °С	Т.кип. °С	Растворимость г на 100 мл воды	этанола	эфира
I	2	3	4	5	6	7	8	9
α-нитронафталин		желт. крист.	I73,I8	56-57	304		л.р.	л.р.
I,5-динитронафталин		гекс.иглы из уксусной к-ты	2I8,I7	2I7,5	возг.	н.р.	т.р.	л.р.
I,8-динитронафталин		желт. ромб. иглы из хлр	2I8,I7	I70	разл.	н.р.	0,I88[I9]	л.р.

Агрегатное состояние нитронафталина и изомеров динитронафталина - аэрозоль.

I. Общая часть

I. Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб с концентрированием.

2. Предел обнаружения мононитронафталина и изомеров динитронафталина 0,05 мкг в анализируемом объеме пробы.

3. Предел обнаружения мононитронафталина и изомеров динитронафталина в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 200 л воздуха).

4. Погрешность определения ± 15%.

5. Диапазон измеряемых концентраций мононитронафталина и изомеров динитронафталина 0,25 - 2 мг/м^3.

6. Определению не мешают нафталин и тринитротолуол.

7. Предельно допустимая концентрация моно- и динитронафталина в воздухе 1 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Мононитронафталин, ТУ-8440I-27-74.

Динитронафталин /I,5- и I,8 изомеры/, ГОСТ 6599-76.

Стандартные растворы № I мононитронафталина и изомеров динитронафталина с содержанием 500 мкг/мл. Готовят растворением I2,5 мг вещества в ацетоне в мерных колбах на 25 мл. Устойчив I месяц; хранят на холоду.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, х.ч.

Эфир диэтиловый, ГОСТ 6265-52.

Насадка - 5% силикона ХЕ-60 на хезасорбе-AW-НМДС, зернением 0,20-0,36 мм /Chemapol-Praha-Czechoslovakia/.

Газообразные азот, водород и воздух в баллонах с редукторами.

Фильтры АФА-ВП-20 или обезволенные фильтры "синяя лента".

9. Применяемые посуда и приборы.

Хроматограф с водородным пламенно-ионизационным детектором и колонкой из нержавеющей стали размером 50 х 0,3 см.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пенный измеритель скорости потока газа.

Микрошприц МШ-I.

Секундомер.

Линейка и лупа измерительная.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью I мл с делениями на 0,0Iмл

Баня водяная.

Чашки фарфоровые вместимостью 25 мл.

Бюксы.

Пробирки с притлифованной пробкой вместимостью 3-5 мл.

III. Отбор пробы воздуха

I0. Воздух со скоростью I0 л/мин аспирируют через фильтр. Для определения концентраций веществ на уровне I/2 предельно допустимой концентрации необходимо отобрать I00 л воздуха. Срок хранения проб 7-I0 дней.

IУ. Описание определения

II. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой: хезсорб AW-НМДS с 5% силикона ХЕ-60; причем часть колонки, находящаяся в испарителе пробы, остается свободной. Колонку кондиционируют в течение 24 часов в интервале температур от 50° до 230°С и отключенном детекторе. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Фильтр с пробой помещают в бюкс, заливают дважды по 5 мл диэтилового эфира, тщательно отмывают фильтр с помощью стеклянной палочки. Раствор сливают в фарфоровую чашку и выпаривают эфир в вытяжном шкафу на водяной бане при температуре 40-45° . Остаток в чашке растворяют в I мл ацетона и раствор переносят в пробирку притлифованной пробкой. Аликвотную часть пробы (I мкл) вводят через уплотнительную мембрану испарителя.

Условия анализа:

Длина колонки	0,5 м
Диаметр колонки	3 мм
Твердый носитель	хезасорб AW-HMDS
Жидкая фаза	силикон XE-60
Температурный режим Колонки	Линейное программирование 25°С /мин в интервале температур от 160° до 230°С; время включения программы спустя 5 мин после ввода пробы.
Температура испарителя	300°С
Скорость потока азота	35 мл/мин
Скорость потока водорода	35 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	240 мм/ч
Объем анализируемой пробы	I мкл

Время удерживания мононитрофталина 3 мин 40 с

Время удерживания 1,5-динитронафталина 8 мин 20 с

Время удерживания 1,8-динитронафталина 12 мин 25 с

Количественный расчет проводят методом абсолютной калибровки. Для построения градуировочного графика в фарфоровые чашки вносят 0,1 мл, 0,2 мл, 0,4 мл и 0,8 мл стандартного раствора № I и доводят до 10 мл эфиром, затем выпаривают на водяной бане досуха. Остаток в чашке растворяют в I мл ацетона; I мкл каждого разведения трижды вводят в хроматограф; измеряют площади пиков мононитрофталина и изомеров динитронафталина. На основании получен-

ных данных строят градуировочные графики зависимости площади пика от концентрации вещества в растворе.

Условия анализа и калибровки должны быть идентичны.

Концентрацию мононитронафталина и изомеров /I,5- и I,8-/ динитронафталина /х/ в мл/м^3 в воздухе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \quad \text{где}$$

G - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг.

V_1 - общий объем пробы, мл.

V - объем пробы, вводимый в хроматограф, мл.

V_{20} - объем воздуха, в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см.приложение I/.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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, °С

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
-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
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9728	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	I00	I00,53	I0I,06	I0I,33	I0I,86	I02,40
+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

Рисунки к сборнику № I8 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.I Стеклянная трубка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

I - сатуратор.

2 - тройник - капилляр.

3 - капиллярная колонка.

4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

I - стеклянная сетка, впаянная в трубку.

2 - стекловата.

3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

I - штуцер.

2 - ниппель

3, 5 - кольцо

4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

I - сорбционная трубка

2 - перфорированная перегородка с отверстиями d-0,8мм.

3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.

4 - поглотительные сосуды Рихтера.

5 - резиновые муфты.

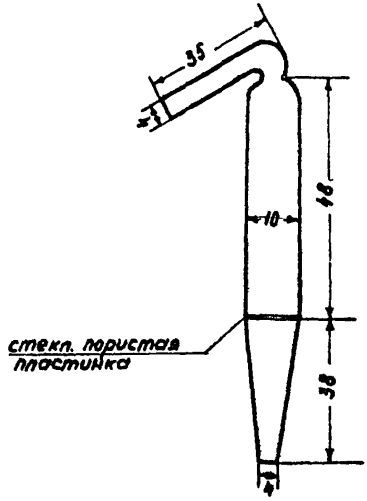

Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

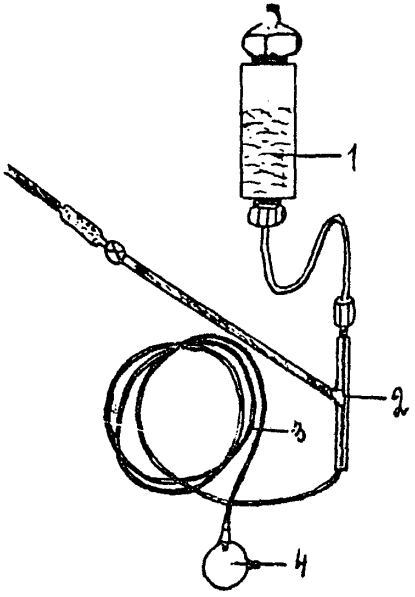

Рис 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

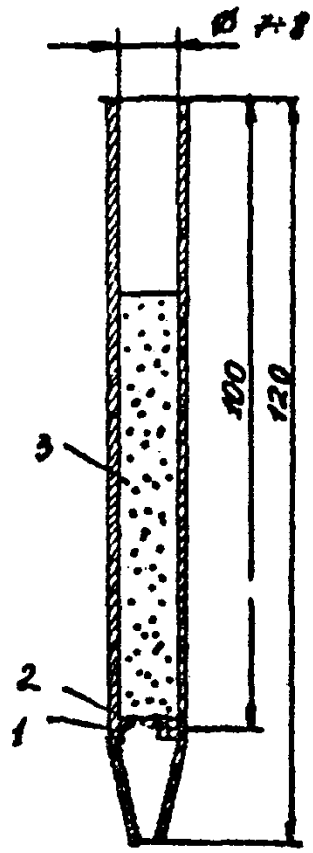

Рис.3. Концентрационная трубка

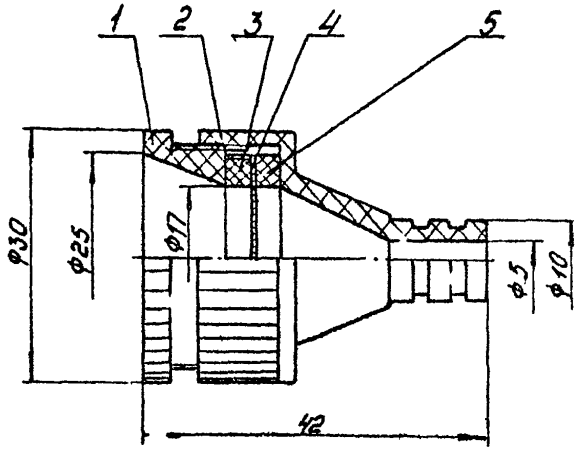

Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

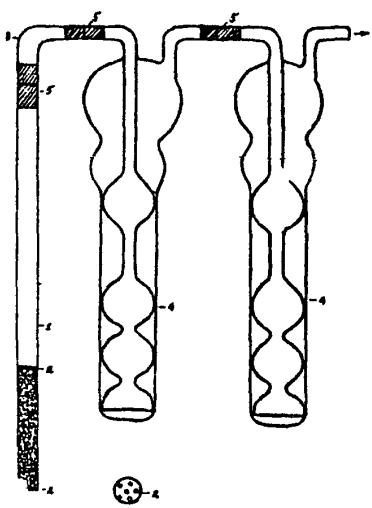

Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№ № п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернама в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I0	Методические указания по газохроматографическому определению метилтрет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ мономеров для СК
II	Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, динила и диметилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

I2	Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе	СЭС г.Данков
I3	Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров I,5 и I,8 - динитронафталина в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I4	Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	-"-
I5	Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе	ВНИИ нефтехим, г.Ленинграда
I6	Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
I7	Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромфос, трихлорметафос - 3, цидиал, цианокс в воздухе)	ВНИИГИНТОКС
I8	Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе	Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний
I9	Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе	Научно-производственное объединение "НАИРИТ"
20	Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
2I	Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	ВНИИГИНТОКС
22	Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) в воздухе	Ростовский медицинский институт
23	Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

24	Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва)
25	Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе	Первый Московский мединститут
26	Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск
27	Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	Первый Московский мединститут
28	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе	Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут
29	Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
30	Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
31	Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе	-"-
32	Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
33	Методические указания по спектрофотометрическому определению дилуцина в воздухе	Рижский мединститут
34	Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
35	Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	Подсекция "Промышленно-санитарная химия"
36	Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР

37	Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
39	Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
40	Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
41	Методические указания по фотометрическому определению I-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРЕА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
43	Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе	ВНИИ антибиотиков
44	Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального C_5 - C_9 и тризоамилфосфиноксида в воздухе	Саратовский мединститут
45	Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	Рижский мединститут
46	Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе 3

Методические указания по методам определения вернама в воздухе 6

Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе 15

Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе. 19

Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеинида в воздухе 22

Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе 26

Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе 30

Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе 37

Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе 41

Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе . 45

Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, диэтила и диметилтерефталата в воздухе 50

Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе . 56

Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров 1,5- и 1,8-динитротронафталина в воздухе 60

Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе. . 65

Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе . . . 70

Методические указания по методам определения ФДН в воздухе 75

Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромофос-3, цитиал, цианокс) в воздухе 83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе 89

Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе 94

Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе 98

Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе 103

Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) 108

Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе 112

Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе 118

Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе 126

Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе 130

Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе 134

Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе 139

Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе 144

Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе 148

Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе 152

Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе 156

Методические указания по спектрофотометрическому определению дилудина в воздухе 159

Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе. . . 163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе 166

Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе 169

Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе 173

Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе 177

Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе 181

Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе 186

Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе 189

Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе 194

Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе 198

Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикальног $C_5 - C_9$ и тризоамилфосфиноксида в воздухе 202

Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе 207

Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе 211

Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе 215

Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям 218

Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям 219

Приложение 3. Рисунки к сборнику № 18 221

Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник 227

Д-72444 от I4.06.83г. Зак. I596 Тир. II60

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

gost.e-ecolog.ru