

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва - 1986 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООКРЫНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕЙ 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 И2.1.005-76. 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 гигиенического труда и профзаболеваний.

Редакционная коллегия: Дорогова В.Б.

Спасеникова Т.И.

Македонская Р.Н.

Бабина М.Д.

Овечкин В.Г.

"УТВЕРЖДАЮ"

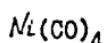
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"6" ноября 1986 г.

№ 4153-86

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



М.м. I70,7

Тетракарбонил никеля (ТКН) – бесцветная легкоподвижная жидкость с резким запахом. Упругость пара 320,6 мм рт.ст. при $t = 20^{\circ}\text{C}$. Температура кипения при атмосферном давлении составляет 43°C , плотность – 1,31 кг/м³. ТКН начинает разлагаться при 60°C и при 200°C полностью разлагается. Растворим в органических растворителях – спиртах, бензоле, хлороформе, четыреххлористом углероде. В воде ТКН растворяется незначительно (180 мг/л при $9,8^{\circ}\text{C}$). В воздухе присутствует в виде паров.

I. Характеристика метода

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

Отбор проб проводится с концентрированием на ксергный носитель хроматон N.

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

Предел измерения в воздухе – $1 \cdot 10^{-4}$ мг/м³ (при отборе 500 мл

воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ мг/м³.

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

Граница суммарной погрешности измерения не превышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимая концентрация ТКН в воздухе $5 \cdot 10^{-4}$ мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Тетракарбонил никеля, ТУ 48-3-32-76.

Никель сернокислый, ч4, ГОСТ 4465-74, перекристаллизованный.

Основной стандартный раствор готовят растворением 0,1644 г $Ni(CO)_4 \cdot 7H_2O$ 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 дистilledированной 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 см³ стеклянной крошки, фракции 1-2 мм, смачивают 0,3 мл раствора иодата калия в концентрированной серной кислоте.

Осушитель. Сферахром-І или ИНЗ-600 с размером зерен 0,15 - 0,315 мм прокаливают при 600°C в течение 1 ч, пропитывают раствором хлористого лития из расчета 1 мл на 2 см³ посителя и выдерживают 3 час. при 180°C.

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 - линохром П, тип П, ТУ 17II-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.

Хлороборм, чда, ГОСТ 20015-74.

Шпатлевка эпоксидная, ТУ 6-И5-662-76.

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 (I, рис 12) стеклянная, U-образная. Длина 160 мм, диаметр внутренний 4 мм.

Блок теплоизолирующий пенопластовый (рис 13).

Термопара (4, рис 12) отградуированная (медь-константан).

Потенциометр переносной ПШ-63 (5, рис 12), 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/см²), ГОСТ 6521-60.

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

Дозатор паров ТКН (рис.10).

Ротаметр типа РМ-П, ТУ 13045-81, погрешность измерения $\pm 2,5\%$.

Реометр (рис.11), погрешность измерения $\pm 1\%$.

Насос вакуумный ВН-461М производительность 0,83 л/с (6, рис.12).

Кран соединительный стеклянный одноходовой, проходное отверстие $2,5 \pm 0,5$ 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;

Аллюнж стеклянный, вместимостью 25 см³;

Пробирки стеклянные, ГОСТ 25396-82;

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 и 10 см³.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

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

Обогатительную колонку, заполненную хромагоном N, помещают в теплоизолирующий пенопластовый блок (рис.3) и подсоединяют к

термостату колонок вместо дозирующей трубы (рис 12). Перед отбором пробы колонку охлаждают до $-70 + -60^{\circ}\text{C}$ 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 80-100 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 переворачивают трехходовой кран "а" в положение 2 и продувают обогатительную колонку аргоном при той же температуре ($-60^{\circ} + -70^{\circ}\text{C}$) и с тем же расходом в течение 2-х мин. для удаления адсорбированного кислорода.

В случае необходимости отбора проб воздуха в помещениях, 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 1 часа при температуре не выше минус 60°C . 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 дихрохрома II при постоянном перемешивании вносят в раствор неподвижной фазы ПМС-100 в хлороформе. Суспензию фильтруют на воронке Бигнера с использовани-

ем водоструйного насоса в колбу Бунзена. Определяют объем удержанного 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°C.

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

Обогатительную колонку плотно заполняют инертным носителем хроматоном N. Предварительно в выходной конец колонки вводят отградуированную медь-конструантовую термопару, которую уплотняют с помощью эпоксидной шпатлевки. Контроль температуры в течение всего цикла операций осуществляют с помощью переносного потенциометра III-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°C с помощью потока азота из баллона, для чего открывают кран на байпасной линии 10 (рис 12). Десорбиованный 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 (рис 12). Затем, установив 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 $-2 + 0^{\circ}\text{C}$.

Расход газа-носителя (азота осн или аргона) 50 мл/мин.

Расход продувочного газа ДПР 150 мл/мин.

Чувствительность регистрации $2 \cdot 10^{-11} \text{ A}$.

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 $0,01 + 0,05 \text{ mm}$ и последующем неоднократном разбавлении паров ТКН воздухом.

На рис. I представлена установка для получения градуировочных смесей ТКН с воздухом. Основным узлом установки является диффузионный дозатор (рис 10). Дозатор терmostатируют при 0°C с погрешностью $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Пары ТКН, выходящие из диффузионной трубки, разбавляют азотом осн или аргоном. Подачу, регулирование и стабилизацию газового потока (расход газа $10 + 15 \text{ ml/min}$) 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 II-ю ступень разбавления отбирают $\sim 1/50$ 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 II-ю ступень отбирают паровоздушную смесь с расходом 100 мл/мин. Отбор градуированной смеси в обогатительную колонку для хроматографического анализа (7, рис.9) осуществляют со II-ой ступени разбавления путем поворота трехходового крана "а" в положение I (см. выше). Концентрацию ТКН в градуированной смеси рассчитывают на основании данных химического анализа паровоздушной смеси, отбираемой с I-й ступени разбавления.

Определение концентрации градуировочных смесей

Метод основан на разложении паров карбоната никеля смесью юдата калия и серной кислоты, нанесенной на стеклянный носитель, и фотометрическом определении никеля по реакции с диметилглюоксимом. 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 1 мл воды, 0,5 мл раствора сульфита натрия, по 1 мл растворов надсернокислого аммония и диметилглюоксина. Перед прибавлением каждого реагента содержимое пробирки перемешивают. Через 10-15 мин. измеряют оптическую плотность окрашенного раствора относительно дистilledированной 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 иод-новатокалия	10% раствор новатокалия-натрия	3% раствор суперноватокалия-натрия	1% раствор диметилноватокалия	Содержание ТКН, мкг
I	0	1,0	по 0,3мл	по 0,5мл	по 1мл	по 1 мл	0
2	0,05	0,95	во все.	во все	во все	I мл	0,5
3	0,1	0,9	пробирки	пробирки	пробирки	пробирки	1,0
4	0,2	0,8	пробирки	пробирки	пробирки	пробирки	2,0
5	0,4	0,6	пробирки	пробирки	пробирки	пробирки	4,0
6	0,6	0,4	пробирки	пробирки	пробирки	пробирки	6,0
7	0,8	0,2	пробирки	пробирки	пробирки	пробирки	8,0
8	1,0	0					10,0

Концентрацию ТКН в градуировочной смеси в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха рассчитывают по формуле:

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

A - количество ТКН, найденное в пробе, мкг;

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

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

V_2 - расход воздуха, подаваемого на II-ю 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/м³ 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/м³ воздуха (x) вычисляют по формуле:

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

q - количества 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 35⁰С. 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/см²;
- 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, обеспечивающего помещение;
- при эксплуатации ДПР, в котором применяны 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°C и высокого блока выше 50°C .

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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

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

°C	Давление Р, кПа											
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40	
I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	II	12	
-30	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1899	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185	
-26	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1862	I,1925	I,1986	
-22	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735	I,1795	
-18	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551	I,1611	
-14	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432	
-10	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258	
-6	I,0540	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1039	
-2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869	I,0925	
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846	
+2	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712	I,0767	
+6	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557	I,0612	
+10	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462	

1/25-1

Продолжение приложения 2

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	II	12
+I4	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	0,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+I8	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
+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	0,9482	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

1
2/
—

Приложение 3.

Перечень учреждений, представивших
методические указания в данный сборник

п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
1	2	3
1.	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 1-амино- и 1,2-диаминоантрахинонов в воздухе рабочей зоны.	Харьковский НИИ гигиении труда и профзаболеваний
4.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций актюхинона в воздухе рабочей зоны.	* -**-
5.	Методические указания по полярографическому измерению концентраций О-и α -анизидина; бензохинона; α и β -нафтолов; α -нафтохинона; α -оксидифенилацина; солянокислого μ -фенетидина; хлористого 5-этокси-1,2-фенилентиазомия 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

- | I | ! | 2 | ! | 3 |
|-----|--|---|--|---|
| 8. | Методические указания по газохроматографическому измерению суммы концентраций 3,4 и 1,2 бензпирена 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. | |
| II. | 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 кроносодержащей 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-фенилгидиамина в воздухе рабочей зоны. | | "- | |
| 15. | Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хлорала 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 З

- I !

2

!

3

17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилацетата, бутилацетата и диметилформамида в воздухе. НИИ ГТ и ПЗ АМН ССРР г.Москва
18. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций диметилбензокламина 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. Сисина АМН ССРР г.Москва
22. Методические указания по измерению концентраций алифатических спиртов группы С₁-С₁₀ в воздухе методом бумажной хроматографии. НИИ общей и коммунальной гигиены им.А.Н. Сисина АМН ССРР г.Москва
23. Методические указания по спектрофлуориметрическому измерению концентраций бенз-гидрина труда и проф-(а)пирена в смолистых возгорах каменноугольной смолы и пека. Свердловский НИИ гигиенических заболеваний
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

1

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 хамфоли 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 вещества Методические указания

Летучие продукты эпоксидных смол УП-666-1, УП-666-2, УП-666-3, УП-671 "Д", УП-677, УП-680, УП-682. МУ, выпуск ХУШ, М. 1983, с.108
Определение эпихлоргидрина

Сополимеры марок А-15КС, А-15С, А-150, лакрис-2И6Л, 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 феномедифама, выпуск 24.

Оксифенилэтилкарбамат

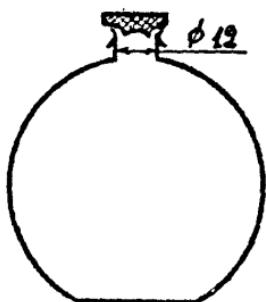
МУ на определение оксифенилметилкарбамата, выпуск 24.

Фитон С

МУ по хроматографическому измерению концентрации фитона (картолида), в.21, М., 1986, с.259.

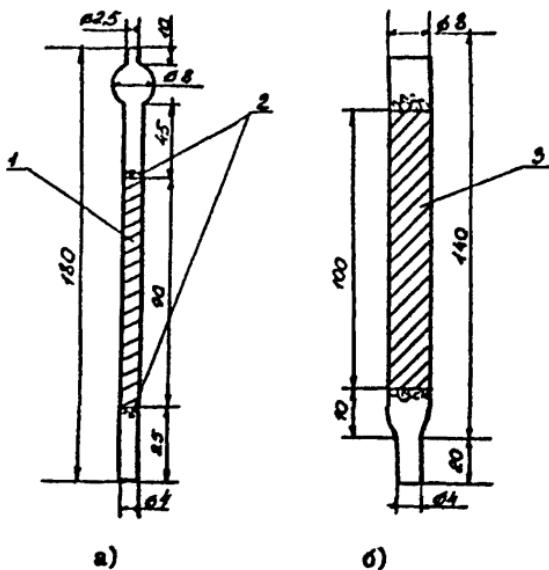
Сосуд для приготовления смесей

Рис.2



Накопительная (а) и осушительная (б)
колонки

Рис. 3.



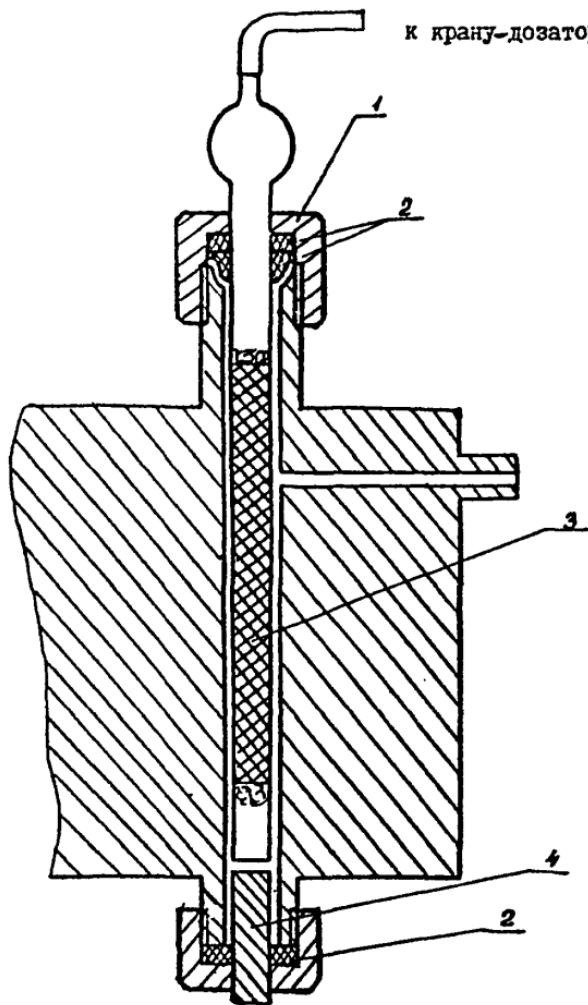
a) б)

- 1 - уголь
2 - стекловолокно
3 - хлористый кальций

Введение поглотительной колонки в испаритель

Рис. 4.

к крану-дозатору



1 - накидная гайка испарителя

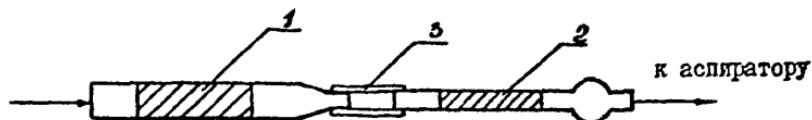
2 - прокладки

3 - накопительная колонка

4 - разделительная колонка

Схема отбора проб воздуха
рабочей зоны

Рис. 5.

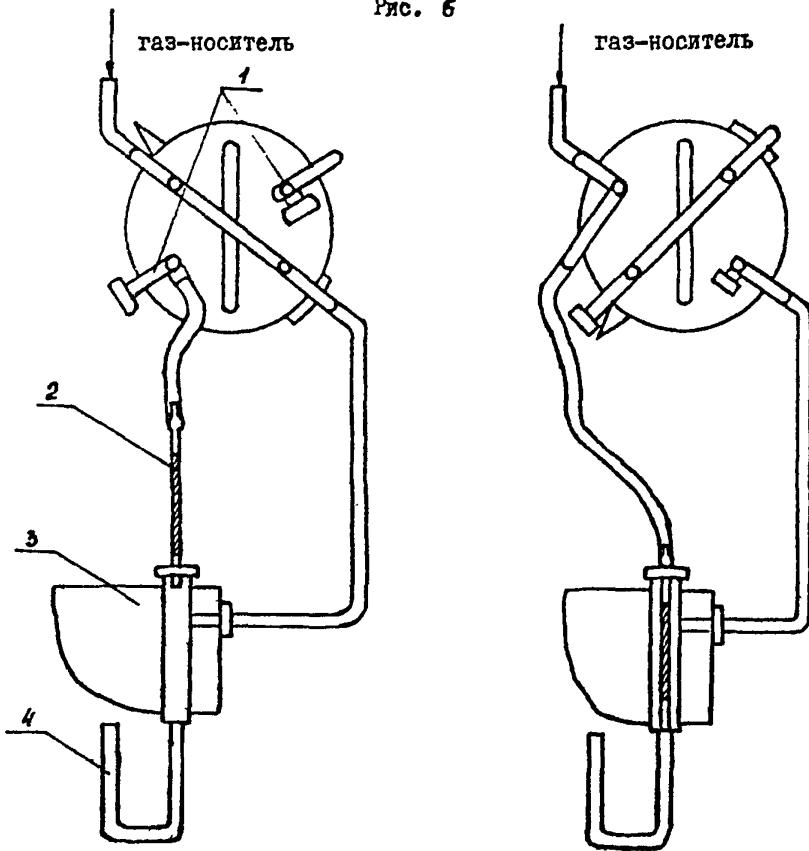


- 1 - осушительная колонка
- 2 - накопительная колонка
- 3 - резиновая трубка

-226-

Газовая схема подключения накопительной колонки

Рис. 6



I . отбор пробы

II - анализ

1 - заглушка

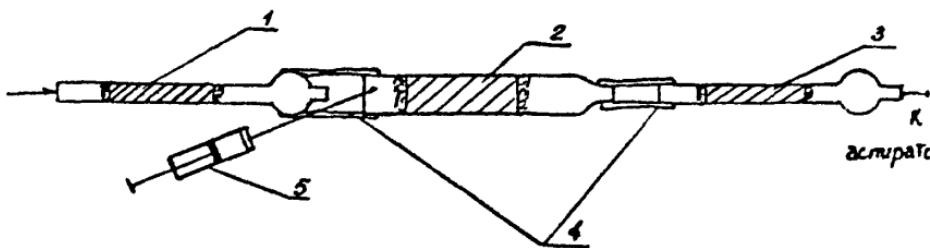
2 - накопительная колонка

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

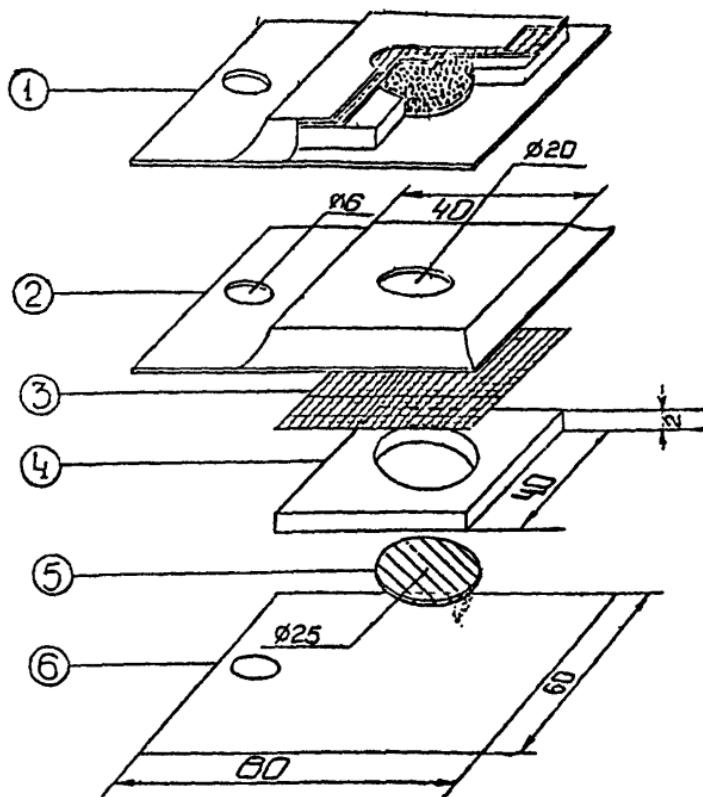
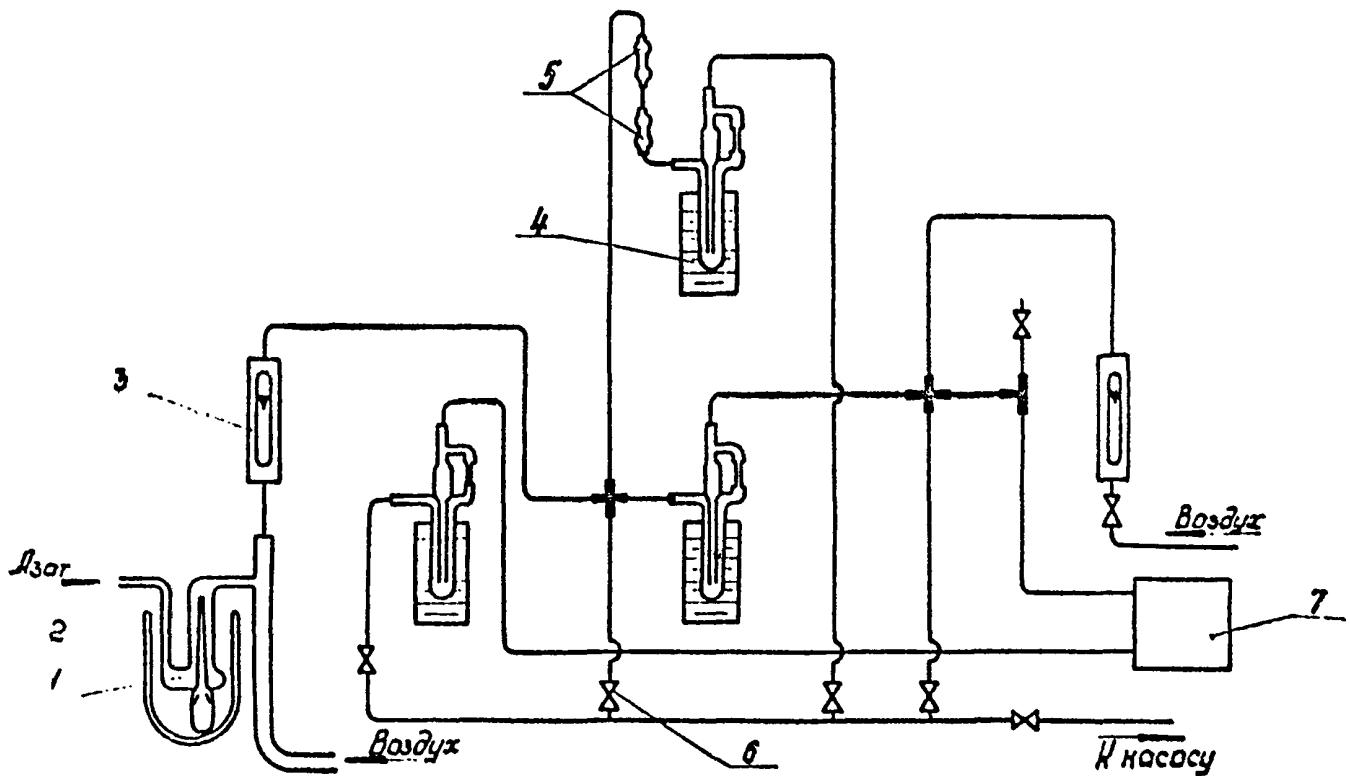


Рис. 8. Пассивный дозиметр -ПД -1

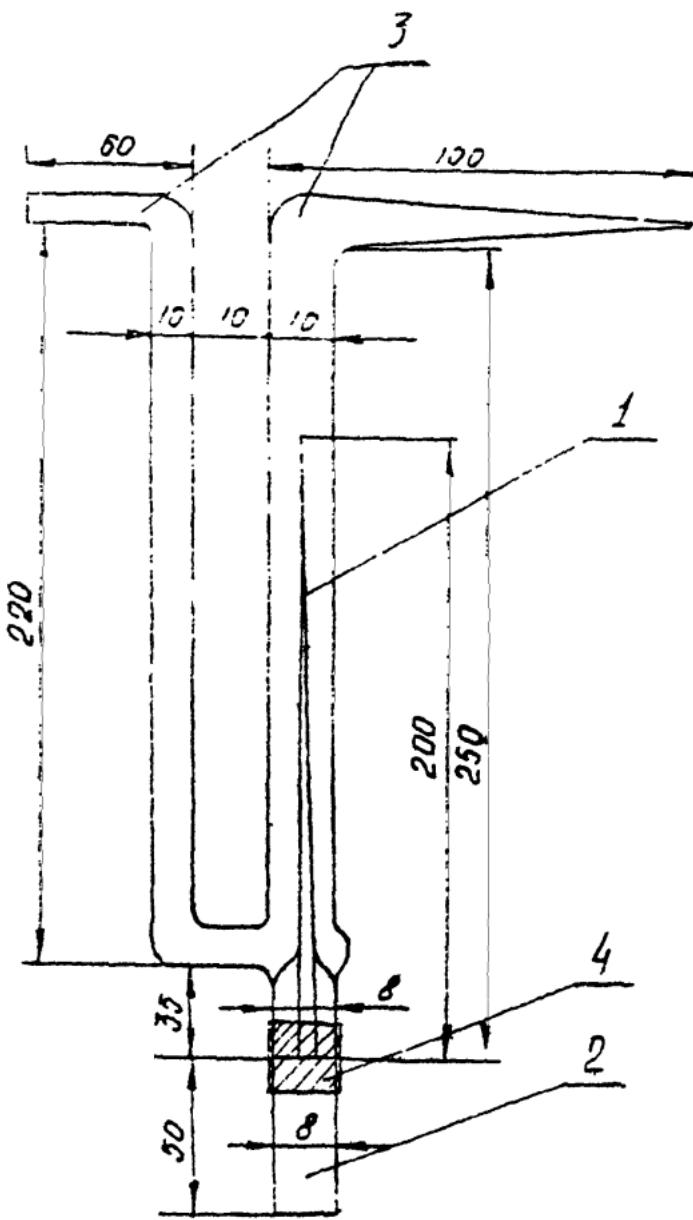
1. Общий вид в разрезе
2. Верхняя крышка /Фольгированный материал/
3. Мембрана /фильтр "красная лента"/
4. Вкладыш картонный для адсорбента
5. Подложка под адсорбент /фильтр из стекловолокна ФСВ-А/
6. Нижняя крышка /фольгированный материал/

Установка для приготовления градумировочных смесей



1 - девайтор ТКН; 2 - сосуд Дьюара, вместимостью 0,5л, заполненный льдом; 3 - ртаметры; 4 - реометры; 5 - узел отбора проб из химакалив; 6 - краны; 7 - обогатительная колонка.

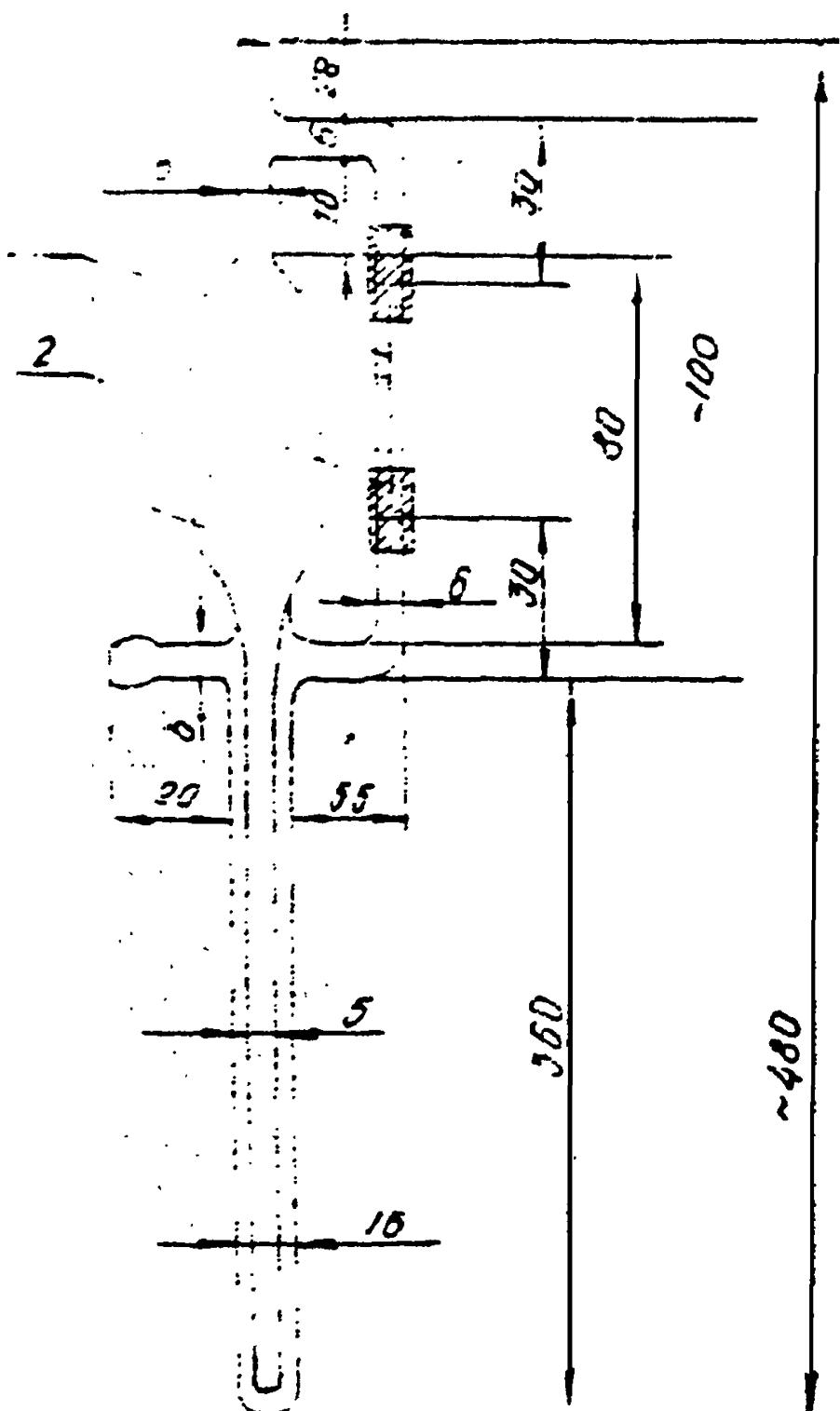
Рис.9



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

Рис. 10

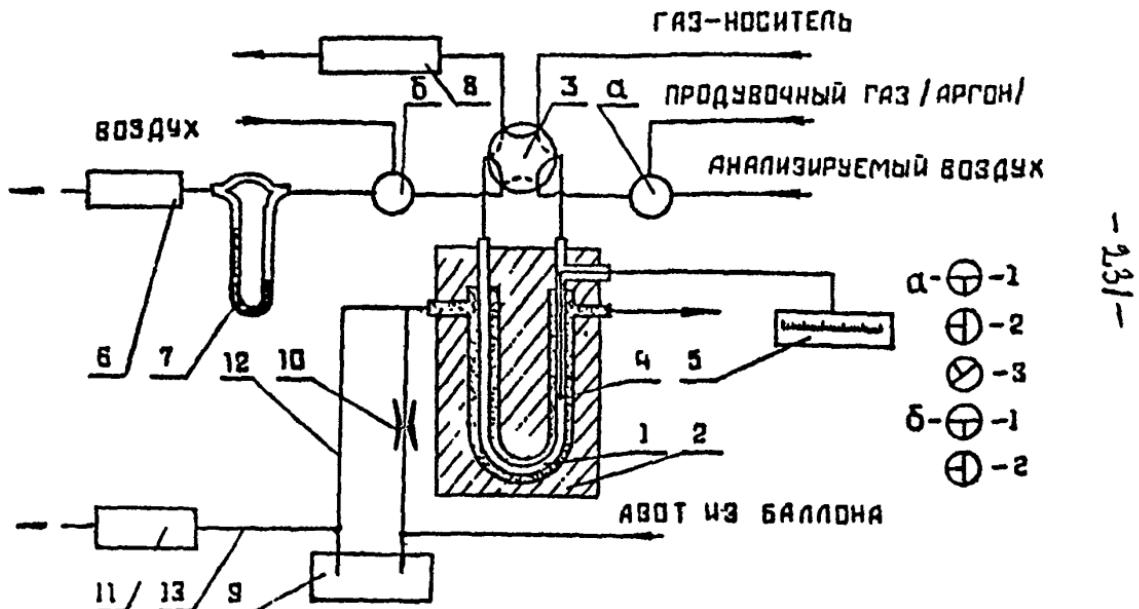
Реометр.



1 - капилляр; 2 - резиновые трубы;
3 - корпус реометра.

Рис. II

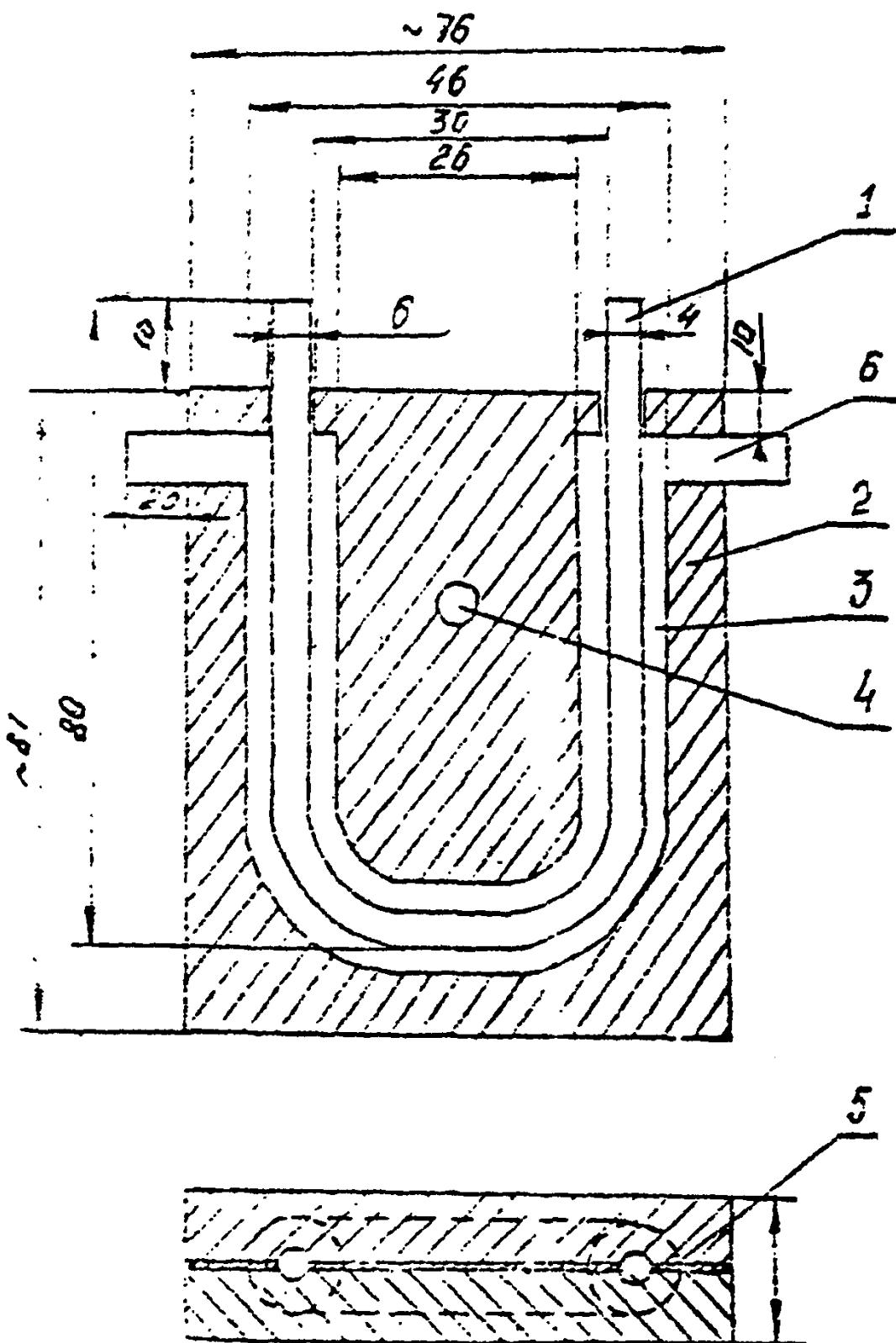
Система охлаждения и отбора проб.



I - обогатительная колонка; 2 - блок теплоизолирующий пенопластовый; 3 - кран-дозатор; 4 - термопары; 5 - потенциометр; 6 - вакуумный насос для отбора проб; 7 - реометр; 8 - расходомерная колонка; 9 - сосуд Дьюара с хладным азотом емк. 16 л; 10 - байпасная линия; 11 - терmostat колонок; 12 - линия подачи охлажденного азота в блок обогатительной колонки; 13 - линия подачи охлажденного азота в терmostat колонок. "а" и "б" - трехходовые краны.

Рис. 12

Блок теплоизолирующий.



1 - колонка обогатительная; 2 - корпус блока; 3 - казан для колонки; 4 - отверстие для крепежного болта; 5 - прокладка; 6 - боковые отверстия.

Рис. 13

С О Д Е Р Ж А И Е

Стр.

1. 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 1-амино- и 1,2-диаминоантрахинонов в воздухе рабочей зоны	II
4. Методические указания по полярографическому измерению концентраций О- <i>Д</i> -анизидина в воздухе рабочей зоны	15
5. Методические указания по полярографическому измерению концентраций антрахинона в воздухе рабочей зоны	19
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-,и-,п-ксиола, стирола, псевдокумола в воздухе рабочей зоны.	28
8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола, толуола, о-,и-,п-ксиола, этилбензола, ацетона, циклогексана, этилацетата и бутилового спирта в воздухе рабочей зоны	34
9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола, толуола, этилбензола, о-,и-,п-ксиола, изопропилбензола в воздухе рабочей зоны	40

10. Методические указания по полярографическому измерению концентраций бензохинона в воздухе рабочей зоны	46
II. 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 возгонках каменноугольной смолы и пека.	56
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций n-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 халифоли талловой в воздухе рабочей зоны.	95
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилмеркаптана, этилмеркаптана, диметилдисульфида и метан-ола в воздухе рабочей зоны	104
22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций α - и β -нафтолов в воздухе рабочей зоны.	105
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-оксидирениламина 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 кроносодержащей красочной пыли.	139
30. Методические указания по спектрографическому измерению концентраций свинца в воздухе рабочей зоны и кроносодержащей 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-Фенилдиамина 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-Фенетида 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 хлорала (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-1,2-тiazония 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 1.	214
45. Приложение 2.	215
46. Приложение 3.	217
47. Приложение 4.	221