

#### **4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

## **Атомно-абсорбционное определение ртути в объектах окружающей среды и биологических материалах**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.1468—1472—03**

ББК 51.21+51.23

A92

A92 Атомно-абсорбционное определение ртути в объектах окружающей среды и биологических материалах: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—59 с.

1. Разработаны: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Минздрава России (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, М. В. Егорова, В. Н. Волкова); Научно-производственной экологической фирмой «ЭкоН» (С. Ю Гладков, Е. А. Гладкова, И. В. Шебелова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 июня 2003 г.

4. Введены в действие 30 июня 2003 г.

5. Введены взамен МУК 4.1.005—4.1.008—94 «Определение содержания ртути в объектах окружающей среды и биологических материалах».

ББК 51.21+51.23

© Минздрав России, 2004  
© Федеральный центр госсанэпиднадзора  
Минздрава России, 2004

## Содержание

Атомно-абсорбционное определение паров ртути в атмосферном воздухе населенных мест и воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1468—03 .....	4
Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в питьевой, природных и сточных водах: МУК 4.1.1469—03 .....	11
Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в биоматериалах (моче, волосах, конденсате альвеолярной влаги) при гигиенических исследованиях: МУК 4.1.1470—03 .....	27
Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в почвах и твердых минеральных материалах: МУК 4.1.1471—03 .....	40
Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в биоматериалах животного и растительного происхождения (пищевых продуктах, кормах и др.): МУК 4.1.1472—03 .....	48

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра  
здравоохранения Российской Федерации  
Г. Г. Онищенко

29 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в почвах и твердых минеральных материалах

#### Методические указания МУК 4.1.1471—03

---

Настоящие методические указания устанавливают атомно-абсорбционный экспресс-метод определения массовой концентрации ртути в почвах, твердых минеральных материалах (песок, бетон, цемент, кирпич и др.) и отходах минерального происхождения в диапазоне концентраций 0,02—20,0 мг/кг.

#### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 46\%$  при доверительной вероятности 0,95 во всем диапазоне измерений.

#### 2. Метод измерений

Измерение концентраций ртути в почвах, твердых минеральных материалах (песок, бетон, цемент, кирпич и др.) и отходах минерального происхождения основано на термической возгонке ртути из пробы анализируемого материала, промежуточном концентрировании ртутных паров на накопительном сорбенте, последующем повторном переводе ртути в газовую фазу и количественном определении методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии.

Измерению мешают примеси органических соединений, поглощающие в области 253,7 нм, присутствующие в воздухе в концентрациях, существенно превышающих ПДК для воздуха рабочей зоны.

ПДК ртути в почве селитебных зон и пахотных горизонтов: 2,1 мг/кг.

Степени загрязнения конструкций (строительных материалов) ртутью (МР 4545—87 МЗ СССР):

- первая (незначительной интенсивности) – 0,1—0,99 мг/кг;
- вторая (средней интенсивности) – 1—9,9 мг/кг;
- третья (высокой интенсивности) – более 10 мг/кг.

### 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

#### 3.1. Средства измерений

Универсальный ртутеметрический

комплекс

ТУ 4317-001-41987679—00

УКР-1 (вариант исполнения УКР-1МЦ)

№ Госреестра 13455—00

сертификат об утверждении

типа средства измерений

R.U.C.31.010 № 7567

(НПЭФ «ЭкОН», г. Москва)

Весы лабораторные общего назначения

2-го класса точности с наибольшим

пределом взвешивания 200 г типа

ВЛР-200 или аналогичные

ГОСТ 24104

Государственные стандартные

образцы почв: состава почвы

чернозема типичного

СЧТ-1 ГСО 2504—83,

СЧТ-2 ГСО 2505—83,

СЧТ-3 ГСО 2506—83;

состава дерново-подзолистой

супесчаной почвы

СДПС-1 ГСО 2498—83,

СДПС-2 ГСО 2499—83,

СДПС-3 ГСО 2500—83;

состава почвы серозема карбонатного

ССК-2 ГСО 2508—83,

ССК-3 ГСО 2509—83.

#### 3.2. Вспомогательные устройства, материалы

Мельница лабораторная шаровая МЛ-1

## МУК 4.1.1471—03

Сита лабораторные с диаметром отверстий 1 мм	ТУ 2-043—518
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336
Трубы силиконовые диаметром 5—7 мм	ГОСТ 19034
Устройство возгонки и накопления ртути УВН-1	
Фильтры аэрозольные АФА-ХП-20-1	ТУ 95 1892—88
Фильтры ртутепоглотительные ФРП-1 (НПЭФ «ЭкоН», г. Москва)	
Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ 3,5,3,5,3,5/3,5-И1	ТУ 16-681—32
Эксикатор	ГОСТ 25336
Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.	

### 4. Требования безопасности

- 4.1. При выполнении измерений следует соблюдать требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007
- 4.2. Помещение, в котором проводят измерения, должно быть обустроено приточно-вытяжной вентиляцией.

### 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

### 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха ниже 85 % при  $25 ^\circ\text{C}$ ;
- напряжение в сети питания переменного тока  $(220 \pm 22) \text{ В}$ ;
- концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

## **7. Подготовка к проведению измерений**

Перед выполнением измерений необходимо произвести отбор и подготовку проб к анализу, подготовку универсального ртутеметрического комплекса к работе, его градуировку.

### **7.1. Отбор и подготовка проб**

Подготовка образцов к анализу включает отбор проб, упаковку, хранение и усреднение пробы перед дальнейшей ее обработкой.

Подготовку образцов осуществляют в соответствии с ГОСТ 17.4.02—84. «Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», а также «Временными методическими рекомендациями по контролю загрязнения почв» (М., Гидрометеоиздат, 1983).

### **7.2. Подготовка универсального ртутеметрического комплекса к работе**

Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1МЦ с приставкой УВН-1 готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора и паспортом устройства возгонки и накопления ртути.

#### **7.3. Градуировка универсального ртутеметрического комплекса**

7.3.1. Градуировку комплекса выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации УКР-1 и паспортом устройства возгонки и накопления ртути перед введением комплекса в эксплуатацию или после длительного перерыва в работе.

7.3.2. Согласно процедуре, описанной в паспорте на УВН-1, определяют фоновые значения содержания ртути в измерительной системе ( $N_0$ ).

7.3.3. Градуировку осуществляют с использованием не менее чем двух типов ГСО почв. Навески ГСО подбирают таким образом, чтобы масса ртути в них составляла около 1, 5 и 10 нг. Для каждого значения массы ртути берут не менее двух навесок. При анализе образцов с фоновым содержанием ртути градуировку проводят в диапазоне от 0,15 до 1,00 нг.

7.3.4. На основании анализа ГСО почв рассчитывают градуировочный коэффициент по формуле:

$$K_f = \frac{\sum_{i=1}^n (N_i - N_0) M_i}{\sum_{i=1}^n (N_i - N_0)^2}, \text{ где}$$

$N_0$  – фоновое значение содержания ртути в измерительной системе, нг;

$N_i$  – показание прибора, нг;

$M_i$  – масса ртути в навеске ГСО, нг.

Рассчитанный градуировочный коэффициент вносят в память анализатора с помощью настроечной панели.

## 8. Выполнение измерений

8.1. Лодочку с навеской анализируемого материала вносят в нагреватель электропечи. Величину навески варьируют в зависимости от содержания ртути в пробе. Масса навески составляет 0—20 мг.

8.2. Устанавливают корпус электропечи в камеру.

8.3. Рукоятку блока клапанов УВН-1 перемещают в положение «Н» – накопление.

8.4. Нажимают кнопку «Пуск ЭП». В период нагрева электропечи горит сигнальный светодиод «Режим». По окончании нагрева светодиод гаснет и подается звуковой сигнал.

8.5. Рукоятку блока клапанов перемещают в положение «И» – измерение.

8.6. Нажимают кнопку «Пуск» анализатора.

8.7. Через 6 с (после начала подачи звукового сигнала) нажимают кнопку «Отжиг НС» на лицевой панели УВН-1, при этом загорается соответствующий светодиод и горит все время, пока идет отжиг накопительного сорбента.

8.8. Снимают показания с цифрового табло анализатора.

8.9. Производят удаление остатков пробы из нагревателя.

8.10. Повторяют измерение фона до получения постоянной, с учетом погрешности измерений, величины.

8.11. Повторяют измерение содержания ртути в пробе.

## 9. Обработка результатов измерений

9.1. Массовую концентрацию ртути в анализируемой пробе С (мг/кг) вычисляют как среднее арифметическое параллельных измерений (не менее двух) по формуле:

$$C = \frac{\sum_{i=1}^m \frac{(N_i - N_0)}{m_i}}{n}, \text{ где}$$

$N_i$  – единичное измерение (показание прибора), нг;

$N_0$  – фоновое значение содержания ртути в измерительной системе, нг;

$m_i$  – масса навески пробы, мг;

$n$  – число параллельных измерений.

## 10. Оформление результатов

Результаты измерений представляют в виде:

( $C \pm 0,46 C$ ), мг/кг или  $C$  мг/кг  $\pm 46\%$ , где

$C$  – массовая концентрация ртути в пробе, мг/кг.

Результаты измерений заносят в журнал по форме таблицы, рекомендуемая форма которой приведена в прилож. 1. Результаты измерений оформляются в виде протокола.

## 11. Внутренний оперативный контроль

### 11.1. Нормативы контроля

Внутренний оперативный контроль показателей качества результатов количественного химического анализа (сходимости и точности) проводят в процессе текущих измерений с целью установления соответствия характеристик погрешности результатов измерений установленным характеристикам погрешности МВИ (табл. 1).

Таблица 1

Норматив оперативного контроля при $P = 0,95$	
сходимость $d$ , мг/кг	точность $K$ , нг
0,38 С	0,39 С
С – измеренное значение массовой концентрации, мг/кг.	

### ***11.2. Оперативный контроль сходимости***

11.2.1. Оперативный контроль сходимости результатов измерений массовой концентрации ртути проводят при получении каждого результата измерения, предусматривающего проведение параллельных определений.

11.2.2. Оперативный контроль сходимости проводят методом сравнения расхождения максимального и минимального результатов параллельных определений при измерении массовой концентрации ртути в пробах с нормативом оперативного контроля сходимости (табл. 1).

11.2.3. Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если

$$d_k = |C_1 - C_2| \leq d, \text{ где}$$

$C_1$  и  $C_2$  – значения максимального и минимального результатов измерений;

$d$  – норматив оперативного контроля сходимости (табл. 1).

### ***11.3. Оперативный контроль погрешности МВИ (показателя точности)***

11.3.1. Оперативный контроль погрешности измерений по методике проводят ежедневно в начале рабочего дня после прогрева и выхода на режим прибора. Контрольные измерения осуществляют с использованием ГСО почв.

11.3.2. Критерием точности методики измерения служит разность между результатом измерения содержания ртути в контролльном образце и его аттестованным значением.

11.3.3. Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$K_k = |C - C_m| \leq K, \text{ где}$$

$C$  – результат контрольного измерения массовой концентрации ртути в контрольной пробе;

$C_m$  – аттестованное значение массовой концентрации ртути в контрольной пробе;

$K$  – норматив контроля погрешности методики.

11.3.4. Результаты измерений, оперативного контроля показателей сходимости и точности заносят в рабочий журнал (прилож. 1).

## Приложение 1

**Рекомендуемая форма заполнения рабочего журнала регистрации результатов измерения массовой концентрации ртути в пробах**

Дата	Наименование, условное обозначение, шифр пробы	Масса ртути в пробе, нг		Массовая кон- центрация рту- ти в пробе, мг/ кг	Результат оперативного контроля			
		первое измер	второе измер		d	d <sub>k</sub>	K	K <sub>k</sub>
1	2	3	4	5	6	7	8	9