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

Бесплатно

ББК 51.21+51.23
А92

А92 **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 ± 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 УКР-1 (вариант исполнения УКР-1МЦ) сертификат об утверждении типа средства измерений R.U.C.31.010 № 7567 (НПЭФ «ЭкОН», г. Москва)	ТУ 4317-001-41987679—00 № Госреестра 13455—00
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

Сита лабораторные с диаметром отверстий 1 мм	ТУ 2-043—518
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336
Трубки 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 оборудовано 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 соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха ниже 85 % при 25 °С;
- напряжение в сети питания переменного тока (220 ± 22) 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:

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

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:

(С ± 0,46 С), мг/кг или С мг/кг ± 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 Р = 0,95	
сходимость d, мг/кг	точность К, 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

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

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 контрольном образце и его аттестованным значением.

11.3.3. Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$К_к = |C - C_m| \le К \text{, где}$$

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 концентрация ртути в пробе, мг/кг	Результат оперативного контроля			
		первое измер	второе измер		d	$d_к$	K	$K_к$
1	2	3	4	5	6	7	8	9