ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
САНИТАРНО ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО
НАДЗОРА РОССИИ

Российский республиканский
информационно-аналитический центр

РУКОВОДСТВО

ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ ПОЧВЫ

(нормативные материалы)

gost.e-ecolog.ru

1993 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ В ВОДЕ ВОДОЕМОВ ДЛЯ КУЛЬТУРНО-БЫТОВОГО И ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО НАЗНАЧЕНИЯ, В СТОЧНЫХ ВОДАХ, В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ, В ПОЧВЕ*

Общие положения

Ртуть является одним из опаснейших элементов, загрязняющих окружающую среду и, в первую очередь, водоемы, воздух и почвы, попадая туда со сточными водами, газовыми выбросами.

В большинстве применяемых методик определения ртути в указанных средах используется дитизон. Однако эти методы из-за низкой чувствительности не позволяют определять ртуть в атмосферном воздухе на уровне гигиенического норматива. Опыт анализа сточных вод и почв показал, что после их химической обработки в растворе остаются примеси, чаще органического характера, которые искажают полученные результаты.

Наиболее чувствительным, селективным и экспрессным является беспламенный атомно-абсорбционный метод, который основан на отдувке паров ртути из растворов и измерении резонансного поглощения атомов ртути на длине волны 253,7 нм.

В методических указаниях изложен атомно-абсорбционный метод определения массовой концентрации ртути в воде водоемов для культурно-бытового и хозяйственно-питьевого назначения, в атмосферном воздухе, в воздухе рабочей зоны, в почве, позволяющий определять ее на уровне гигиенического норматива. Предел измерения массовой концентрации ртути в воде — 0,0003 мг/л. Предел измерения массовой концентрации ртути в воздухе — 0,0001 мг/м^3. Предел измерения массовой концентрации ртути в почве — 0,015 мг/кг.

В связи с высокой чувствительностью метода необходимо соблюдение условий работ, рекомендуемых для анализа веществ особой чистоты, а именно: чистота лабораторного помещения, рабочего места и применяемой посуды. Содержание ртути в воздухе лабораторного помещения, где хранятся реактивы и проводится измерение, должно быть не более $3 \cdot 10^{-3}$ мг/м^3. Посуду необходимо тщательно мыть горячей азотной кислотой. Одновременно с анализом следует проводить в условиях определения контрольный опыт.

---

* — Методические указания по определению массовой концентрации ртути № 4242-87 от 8 января 1987 г., МЗ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ В ПОЧВЕ

Для определения общего содержания ртути в почве ее окисляют до двухвалентной, затем восстанавливают до металлической двухлористым оловом и выдувают в газовую фазу.

Предел измерения ртути в пробе объемом 100 мл — 0,03 мкг.

Предел измерения массовой концентрации ртути в почве — 0,015 мг/кг.

Диапазон измерения массовой концентрации ртути в почве — (0,015—100) мг/кг.

Суммарная погрешность измерений на уровне гигиенического норматива не превышает 20%.

Предельно допустимая массовая концентрация ртути в почве — 2,1 мг/кг.

Влияние веществ, которые могут присутствовать в почве, устраняется во время химической обработки пробы в условиях определения.

Средства измерения, посуда

Атомно-абсорбционный анализатор типа «Ртуть-101».

Весы лабораторные ВРЛ-200 или другие весы лабораторные 2 класса точности, ГОСТ 24104-80.

Пипетки, ГОСТ 20292-74:

1—1—1, исполнения 1, 1-го класса точности, вместимостью 1 мл;

2—1—5, исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 5 мл;

2—1—10, исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 10 мл;

Цилиндры, ГОСТ 1770-74:

1,3—25, исполнения 1,3, вместимостью 25 мл;

1,3—100, исполнения 1,3, вместимостью 100 мл;

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74:

2—100-2, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 100 мл;

2—500-2, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 500 мл;

2—1000—2, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 1000 мл.

Стаканы В-1-600 ТС ГОСТ 25336-82, исполнения 1, вместимостью 600 мл, из термически стойкого стекла.

Реактивы и растворы

Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч., концентрированная.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч. концентрированная.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, х.ч., концентрированная.

Ртуть (II) азотнокислая, 1-водная, ГОСТ 4520-78, х.ч.

Образцовый раствор ртути с массовой концентрацией 1 мг/мл готовят по ГОСТ 4212-76. 1,708 г азотнокислой ртути, взвешенной с погрешностью не более ±0,001 г, помещают в мерную колбу

вместимостью 1000 мл, приливают 50 мл азотной кислоты и воду до метки, тщательно перемешивают. Раствор годен в течение года.

Калий двухромовокислый (бихромат калия), ГОСТ 4220-75, х.ч., раствор с массовой концентрацией 40 г/л. 4,0 г бихромата калия, взвешенного с относительной погрешностью не более ±1%, растворяют в 100 мл воды. Хранят в колбе с притертой пробкой.

Олово двухлористое, ГОСТ 36-78, ч., 10%-ный раствор. 10 г двухлористого олова, взвешенного с относительной погрешностью не более ±1%, растворяют в 25 мл соляной кислоты при кипении до полного растворения соли; после охлаждения добавляют воду до 100 мл. Свежеприготовленный раствор очищают от ртути продувкой воздухом в течение 5 мин и используют в день приготовления.

Раствор разбавления: в мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 50 мл азотной кислоты, 5 мл раствора бихромата калия, доводят водой до метки, перемешивают.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, х.ч.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Бумага индикаторная универсальная ТУ 6-09-1181-76.

1. Измерение массовой концентрации ртути в почве в диапазоне (0,015—0,5) мг/кг

1.1. Проведение измерения

Навеску пробы около 10 г в пересчете на воздушно-сухое вещество взвешивают в стакане с погрешностью не более 0,01 г. Заливают 25 мл азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают, не допуская бурного газообразования, до кипения и кипятят в течение 10 мин. Затем вводят 5 мл соляной кислоты и 5 мл раствора двухромовокислого калия, кипятят еще 15 мин, следя за тем, чтобы сохранялась желтая окраска раствора, свидетельствующая об избытке бихромата калия. При необходимости добавляют раствор бихромата калия порциями по 1 мл. Затем доливают 200 мл воды и фильтруют раствор через беззольный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 мл. Осадок на фильтре промывают водой до pH 4—5, после чего доводят объем фильтрата до метки и перемешивают (раствор A_1).

Одновременно проводят контрольный опыт, для чего в стакан помещают 25 мл азотной кислоты, 5 мл соляной кислоты и столько же раствора бихромата калия, сколько использовано для пробы, кипятят 25 мин. После охлаждения добавляют 200 мл воды и количественно переносят (фильтруют) через беззольный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят до метки (раствор B_1). По 100 мл растворов B_1 и A_1 наливают последовательно, начиная с контрольного, в предварительно промытые разбавляющим раствором и водой воронку и реактор анализатора и проводят измерение в соответствии с инструкцией к анализатору.

За результат измерения принимают среднее арифметическое из показаний анализатора для двух параллельных проб, расхождение между которыми не превышает значения, рассчитанного по формуле:

$$d = \pm(10 + 0{,}1\bar{x}),$$ где

$\bar{x}$ — среднее арифметическое из показаний анализатора для двух параллельных проб.

Массовую концентрацию ртути в почве X_1, в мг/кг рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{1 \cdot (a-в) \cdot 10^{-3} \cdot 500 \cdot 1000}{1000 \cdot 100 \cdot m} = \frac{a-в}{200 \cdot m},$$ где:

a — среднее арифметическое из показаний анализатора при измерении пробы;

в — среднее арифметическое из показаний анализатора при измерении контрольного опыта;

m — навеска анализируемой почвы, г;

$\frac{1}{1000}$ — цена деления анализатора, мкг.

Степень округления — 0,005 мг/кг.

2. Измерение массовой концентрации ртути в почве в диапазоне (0,3—10) мг/кг

2.1. Проведение измерения

Из растворов A_1 и B_1, полученных по п. 1.1, берут по 5 мл в мерные колбы вместимостью 100 мл и доводят до метки разбавляющим раствором и далее поступают по п. 1.1.

Массовую концентрацию ртути в почве X_2 в мг/кг рассчитывают по формуле:

$$X_2 = 20X_1 = \frac{a-в}{10 \cdot m}.$$

Степень округления — 0,1 мг/кг.

3. Измерение массовой концентрации ртути в почве в диапазоне (3—100) мг/кг

3.1. Проведение измерения

Из растворов A_1 и B_1, полученных по п. 1.1, берут по 5 мл в мерные колбы вместимостью 1000 мл, доводят до метки разбавляющим раствором и перемешивают (растворы A_2 и B_2). Затем берут по 100 мл растворов A_2 и B_2 и далее поступают по п. 1.1.

Массовую концентрацию ртути в почве X_3 в мг/кг рассчитывают по формуле:

gost.e-ecolog.ru

$$X_3 = 200X_1 = \frac{a-в}{m}.$$

Степень округления — 1,0 мг/кг.