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

gost.e-ecolog.ru

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 биоматериалах (моче, волосах, конденсате альвеолярной влаги) при гигиенических исследованиях

Методические указания МУК 4.1.1470—03

Настоящие методические указания устанавливают атомно-абсорбционный метод определения содержания ртути в моче, волосах и конденсате альвеолярной влаги (экспират) при гигиенических исследованиях.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений содержания ртути в диапазоне концентраций 0,0025—25 мкг/г (волосы); 0,25—100 мкг/дм^3 (моча); 0,25—100 мкг/дм^3 (конденсат альвеолярной влаги) с погрешностью, не превышающей ± 20 % при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Определение основано на минерализации пробы, восстановлении ионов ртути, содержащихся в растворе, до элементного состояния под действием химического восстановителя, переводе ртути в газовую фазу и последующем количественном определении ртути методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии.

По регламенту ВОЗ критическая концентрация в моче для лиц, контактирующих с ртутью в производственных условиях, – 10 мкг/дм^3; в волосах – 5 мкг/г.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

3.1. Средства измерений

Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1 (варианты исполнения УКР-1МЦ или УКР-1М), 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	ГОСТ 24104
Колбы мерные 2-1000-2, 2-500-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3	ГОСТ 29227
Пипетка Мора, вместимостью 20 см^3	ГОСТ 29227
Цилиндры мерные, вместимостью 25, 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770
Государственный стандартный образец состава раствора соли ртути (II), с массовой концентрацией ртути 1,00 мг/см^3	ГСО 7343—96

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Вспомогательные устройства, материалы

Аквадистиллятор типа ДЭ-4-2	ТУ 16-1-721—79
Баня водяная лабораторная	ТУ 64-1-2850—80
Воронки химические В-75-110ХУ	ГОСТ 25336
Индикаторная бумага универсальная	
Колбы конические КН-5-100-29/32 ТС, вместимостью 100 см^3	ГОСТ 25336
Колбы круглодонные КГУ-1-250-29/32 ТС, вместимостью 250 см^3	ТУ 92-891-029—91

Плитка электрическая бытовая	ГОСТ 14919
Поглотитель Полежаева модернизированный	
Фильтры обеззоленные «синяя лента» или мембранные с размером пор 0,45 мкм	ТУ 6-09-1678—83
Холодильник водяной обратный ХШ-1-400-29/32	ГОСТ 25336
Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ – 2,5.2,5.2,6/2М-М01	ТУ 16-531- 099—78

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

3.3. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Гидроксиламин гидрохлорид, чда	ГОСТ 5456
Калий бромистый (бромид), ч	ГОСТ 4160
Калий бромновато-кислый (бромат), хч	ГОСТ 4457
Калий двухромово-кислый (бихромат), ч	ГОСТ 4220
Калий марганцово-кислый (перманганат), хч	ГОСТ 20478
Калий надсерно-кислый (персульфат), чда	ГОСТ 4146
Кислота азотная, осч	ГОСТ 11125
Кислота серная, осч	ГОСТ 14262
Натрия борогидрид, хч, или импортный	ТУ 1-92-162—90
Натрия гидроксид (едкий натр), чда	ГОСТ 4328

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. Не допускается работа с аналитическим блоком при отсутствии холодного водоснабжения.

4.3. Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4. Работа с кислотами должна проводиться в резиновых перчатках, защитных очках и полиэтиленовом или резиновом фартуке.

4.5. При приготовлении разбавленных растворов кислот, необходимо строго соблюдать правила добавления кислоты в воду.

4.6. Сливы (отработанные растворы) кислот и оснований категорически запрещается сливать в водоотводящую систему (раковины, канализацию и т. п.). Сливы помещают в отдельные стеклянные бутыли или пластмассовые канистры, которые хранятся в соответствии с требованиями к хранению легковоспламеняющихся жидкостей и кислот. Емкости со сливами утилизируют в соответствии с установленным порядком.

4.7. Ввиду высокой токсичности ртути и ее соединений, использованные ртутьсодержащие растворы следует обезвреживать. С этой целью растворы сливают в специальный сосуд вместимостью три литра, содержащий 250 $см^3$ подкисленного 5 %-ного раствора перманганата калия. В сосуд после его наполнения добавляют 10 %-ный раствор серноватисто-кислого натрия в 20 %-ном растворе гидроксида натрия до исчезновения малиновой окраски и прекращения выпадения осадка. Осадок отделяют декантацией и собирают в стеклянную банку, которую после заполнения подвергают захоронению в специально отведенных местах для токсических отходов или сдают на специализированные предприятия по переработке ртутьсодержащих отходов.

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

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: отбор проб, приготовление растворов, подготовка универсального ртутеметрического комплекса к работе, его градуировка, минерализация образцов.

7.1. Отбор проб

7.1.1. Волосы (эктодермальные пробы)

Навеска волос от одного исследуемого должна быть не менее 0,3 г. Образцы волос хранят в бумажных пакетах. Срок хранения не ограничен. При отборе проб волос с целью диагностики интоксикации населения ртутью необходимо выбирать контингент исследуемых, однородный по возрастно-половым и социальным признакам с одинаковым сроком проживания в данном районе, но не менее 5 лет.

7.1.2. Моча

Отбирают суточные пробы мочи в соответствии с общепринятыми методиками. До исследования пробы мочи хранят в холодильнике не более 10 ч. Минимально необходимый объем пробы для анализа составляет 50 $см^3$.

При необходимости длительного (более 10 ч) хранения или транспортирования проб проводят их консервацию путем добавления концентрированной азотной кислоты до значения pH, меньшего или равного 1 (контроль по индикаторной бумаге).

Для отбора проб и их кратковременного хранения используют стеклянную или полиэтиленовую посуду. Для длительного хранения консервированных проб наилучшими характеристиками обладает посуда из тефлона, кварца или пирекса.

7.1.3. Конденсат альвеолярной влаги

Отбор проб конденсата альвеолярной влаги производят в модернизированный градуированный поглотитель Полежаева, помещенный в лед для более полной конденсации и содержащий 1 $см^3$ бромазотного раствора, приготовленного по п. 7.3.3. Влагу отбирают в течение 20—25 мин при неформированном дыхании до достижения общего объема раствора 2 $см^3$.

Отобранные пробы хранят при комнатной температуре в защищенном от света месте.

7.2. Подготовка лабораторной посуды

Новую или сильно загрязненную лабораторную посуду после обычного мытья в растворе любого моющего средства промывают водопроводной водой. Непосредственно перед использованием посуду обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1 : 1) или хромовой смесью, ополаскивают 3—4 раза дистиллированной водой и сушат.

7.3. Приготовление растворов

7.3.1. Приготовление раствора перманганата калия.

Растворяют 25 г перманганата калия ($KMnO_4$) в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят водой до метки.

7.3.2. Приготовление раствора гидроксиламина соляно-кислого

Растворяют 10 г гидроксиламина соляно-кислого ($NH_2OH \cdot HCl$) в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки водой.

7.3.3. Приготовление бромазотной смеси.

7.3.3.1. Приготовление бромид-броматной смеси.

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят навески бромида калия (KBr) массой 3,72 г и бромата калия ($KBrO_3$) массой 0,52 г. Мерным цилиндром отмеряют 100 $см^3$ дистиллированной воды и при перемешивании порциями приливают к смеси солей до их полного растворения. Колбу закрывают пробкой. Полученный раствор устойчив для хранения.

7.3.3.2. Приготовление раствора азотной кислоты концентрации 10 $моль/дм^3$

Мерным цилиндром отмеряют 20 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 67 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят водой до 100 $см^3$.

7.3.3.3. Смешивают равные объемы бромид-броматной смеси и приготовленного раствора азотной кислоты. За счет выделяющегося брома раствор приобретает бурую окраску. Раствор используют в течение дня.

7.3.4. Приготовление раствора восстановительного реагента.

Для приготовления восстановительного реагента навеску гидроксида натрия массой 1,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, колбу на $^2/_3$ объема заполняют дистиллированной водой и растворяют навеску при перемешивании. В полученный раствор гидроксида натрия помещают таблетку борогидрида натрия массой 1,00 г, раство-

ряют ее и доводят объем раствора дистиллированной водой до 200 $см^3$. Полученный раствор содержит 0,5 % гидроксида натрия и 0,5 % борогидрида натрия. Раствор переливают в склянку с притертой крышкой и хранят в холодильнике до использования. Срок хранения раствора – 1 месяц.

7.3.5. Приготовление раствора разбавления

Мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеривают 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают примерно 500 $см^3$ дистиллированной воды и осторожно переливают из цилиндра азотную кислоту. Перемешивают содержимое и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 000 $см^3$. Тщательно перемешивают. Раствор используют для приготовления градуировочных растворов. Срок хранения не ограничен.

7.4. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы с массовой концентрацией 0,001, 0,005 и 0,01 $мг/дм^3$ готовят из ГСО ртути с массовой концентрацией 1,0 $мг/см^3$ по методике, приведенной в руководстве по эксплуатации универсального ртутеметрического комплекса. Раствором разбавления служит азотная кислота (приготовленная по п. 7.3.5). В тех случаях, когда содержание ртути в минерализатах образцов анализируемых материалов ниже 0,001 $мг/дм^3$, готовят дополнительно градуировочные растворы с массовой концентрацией ртути 0,0001 и 0,0005 $мг/дм^3$ десятикратным разбавлением растворов с концентрациями 0,001 и 0,005 $мг/дм^3$ соответственно.

7.5. Подготовка универсального ртутеметрического комплекса к работе

7.5.1. Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1 готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.5.2. Выполнение градуировки.

7.5.2.1. Градуировку прибора выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации УКР-1 перед введением комплекса в эксплуатацию или после перерыва в работе более 1 месяца. При проведении следует учитывать величину «фона» раствора разбавления.

7.5.2.2. Градуировку прибора выполняют путем анализа градуировочных растворов в 2-кратной повторности. Для градуировки используют растворы (не менее трех), которые охватывают ожидаемый диапазон концентраций анализируемых растворов. Измерения проводят от низких концентраций к высоким. В процессе выполнения градуировки

проводят оперативный контроль сходимости результатов в соответствии с п. 11.2.

7.5.2.3. Коэффициент градуировочной характеристики (K_0) представляют в виде:

$$K_0 = \frac{\sum_i [(N_{i,ср} - N_{0,ср}) \cdot M_i]}{\sum_i (N_{i,ср} - N_{0,ср})^2}, \text{ где}$$

M_i – масса ртути в 1 см^3 i-ого градуировочного раствора, нг;

$N_{i,ср}$ – среднее арифметическое значение результатов 3-кратного измерения массы ртути в i-ом градуировочном растворе, нг;

$N_{ср}$ – среднее арифметическое значение результатов 3-кратного измерения массы ртути в растворе разбавления, нг.

7.6. Подготовка проб к анализу

7.6.1. Волосы

Навеску волос массой 20—100 мг помещают в круглодонную колбу, прибавляют 5 см^3 концентрированной серной кислоты и соединяют колбу с обратным водяным холодильником. Колбу помещают на кипящую водяную баню и нагревают до полного растворения пробы. Затем колбу охлаждают и вносят 5 см^3 5 %-ного раствора марганцево-кислого калия. Нагревают на той же бане в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 1 см^3 10 %-ного раствора гидроксиламина соляно-кислого для осветления пробы. Содержимое колбы количественно переносят в мерный цилиндр вместимостью 25 см^3, промывают реакционную колбу небольшим количеством дистиллированной воды, соединяют промывную воду с основным минерализатом и доводят до 20 см^3 дистиллированной водой.

Параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (холостая проба). В каждой серии измерений параллельно с рабочими ставится одна холостая проба.

7.6.2. Моча

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 отобранной пробы мочи, по 2 см^3 концентрированных серной и азотной кислот и 1 см^3 5 %-ного раствора марганцево-кислого калия. Перемешивают и оставляют при комнатной температуре. Через 30 мин вводят 1 см^3 10 %-ного раствора гидроксиламина солянокислого для осветления

пробы. Количественно переносят обработанную пробу в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки.

Параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (холостая проба). В каждой серии измерений параллельно с рабочими ставится одна холостая проба.

7.6.3. Конденсат альвеолярной влаги

В пробирку прибора Полежаева, содержащую 2 $см^3$ отобранной пробы конденсата альвеолярной влаги, вносят дополнительно 0,9 $см^3$ бромазотной смеси (приготовленной по п. 7.3.3), пробирку закрывают пробкой и выдерживают в термостате при температуре (45 ± 5) °С в течение 3 ч. После охлаждения в раствор вносят 0,1 $см^3$ 10 %-ного гидроксиамина гидрохлорида, перемешивают.

Параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (холостая проба). В каждой серии измерений параллельно с рабочими ставится одна холостая проба.

Подготовленную к анализу пробу конденсата альвеолярной влаги вносят в реакционную ячейку ртутеметрического комплекса целиком.

8. Выполнение измерений

8.1. Для выполнения измерений снимают реакционную ячейку и вводят в нее 2 $см^3$ раствора восстановителя. Отбирают пипеткой нужный объем (1—10 $см^3$) пробы (холостой пробы, градуировочного раствора или рабочей пробы), нажимают кнопку «ПУСК» анализатора. После появления звукового сигнала (через 30 с. после нажатия кнопки) вводят анализируемую пробу в реактор через воронку барботера. По окончанию измерения снимают показания (N, нг) с цифрового табло анализатора. Если измерения проводятся с использованием персонального компьютера (программа «УКР-аналитика»), результаты измерений автоматически заносятся в память компьютера.

Время, предназначенное для ввода пробы, ограничено интервалом в 24 с. По окончанию этого интервала звуковой сигнал прекращается. Если проба введена после окончания звукового сигнала, то полученный результат не учитывают при расчете концентрации, а цикл измерения повторяют.

Рекомендуемый диапазон показаний составляет 1,00—20,00 нг. Если показания находятся вне рекомендуемого диапазона, то объем пробы соответственно увеличивают или уменьшают (или разбавляют ее).

8.2. После проведения измерения снимают реакционную ячейку и сливают раствор из ячейки в сосуд для отработанных проб. Промывают ячейку водопроводной и споласкивают дистиллированной водой.

8.3. Повторяют измерение концентрации ртути в пробе.

9. Обработка и представление результатов

9.1. Результат измерений ($N_{ср}$) рассчитывают как среднее арифметическое параллельных измерений (не менее двух) по формуле:

$$N_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} N_i}{n}, \text{ где}$$

N_i – единичное измерение (показания прибора), нг;

n – число параллельных измерений.

9.2. Концентрацию ртути в анализируемой пробе волос C (мкг/г) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{K_o \cdot (N_{ср} - N_{хол}) \cdot V_к}{m \cdot V_a} \cdot 10^{-3}, \text{ где}$$

K_o – коэффициент градуировочной характеристики;

$N_{ср}$ – результат измерений (масса ртути в анализируемом объеме), нг;

$N_{хол}$ – результат измерений для холостых проб, нг;

$V_к$ – объем раствора пробы после минерализации, см^3;

V_a – объем пробы, взятой для анализа, см^3;

m – масса пробы, отобранной для минерализации, г.

9.3. Концентрацию ртути в анализируемой пробе мочи C (мкг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{K_o \cdot (N_{ср} - N_{хол}) \cdot V_к}{V \cdot V_a}, \text{ где}$$

K_o – коэффициент градуировочной характеристики;

$N_{ср}$ – результат измерений (масса ртути в анализируемом объеме), нг;

$N_{хол}$ – результат измерений для холостых проб, нг;

$V_к$ – объем колбы, использованной для разбавления пробы после минерализации, см^3;

V_a – объем пробы, взятой для анализа, см^3;

V – объем пробы, отобранной для минерализации, см^3.

9.4. Концентрацию ртути в анализируемой пробе конденсата альвеолярной влаги C (мкг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{K_o(N - N_{хол})}{V_a}, \text{ где}$$

K_o – коэффициент градуировочной характеристики;

N – результат измерений (масса ртути в анализируемом объеме), нг;

$N_{хол}$ — результат измерений для холостых проб, нг;

V_a – объем пробы, взятой для анализа, см^3.

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений представляют в виде:

(С ± 0,2 С), мкг/г (мг/дм^3, мкг/дм^3)

или С мкг/г (мг/дм^3, мкг/дм^3) ± 20 % , где

C – массовая концентрация ртути в пробе, мкг/г (мг/дм^3, мкг/дм^3).

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 характеристикам погрешности МВИ (табл. 1).

Таблица 1

Норматив оперативного контроля при P = 0,95	
сходимость d, мг/кг	точность К, нг
0,25 $C_{ср}$	$0{,}19\sqrt{N_{ср}^2 + N_{Д}^2}$
$C_{ср}$ – измеренное значение массовой концентрации, мкг/г (дм^3); $N_{ср}$ – масса ртути в анализируемом объеме пробы, нг; $N_{Д}$ – масса ртути в пробе с добавкой, нг.	

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 в градуировочных растворах или в рабочих пробах.

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. Для проведения оперативного контроля погрешности МВИ отбирают две одинаковые (дубликаты) пробы, помещают их в разные колбы и готовят к анализу по п. 7.6.

11.3.2. Выполняют измерение массовой концентрации ртути в одной из колб и получают результат $N_{1,ср}$.

11.3.3. В другую колбу вносят добавку 0,1—1,0 см^3 одного из градуировочных растворов, выполняют измерения и получают результат $N_{2,ср}$. Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % $N_{1,ср}$.

11.3.4. При отсутствии ртути в исходном минерализате добавка должна составлять 0,5 см^3 градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,001 мг/дм^3.

11.3.5. Анализ проб без добавки и с добавкой выполняют в одно время и в одинаковых условиях.

11.3.6. Результат контроля $К_к$ признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$К_к = |N_{2,ср} - N_{1,ср} - N_Д| \le К \text{, где}$$

$К$ – норматив оперативного контроля погрешности МВИ (табл. 1).

11.3.7. Оперативный контроль погрешности МВИ проводят в каждой серии проб, но не реже чем через 20 проб.

11.3.8. 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, мкг/г (мкг/дм^3);	Результат оперативного контроля			
		первое измер.	второе измер.		d	$d_к$	K	$K_к$
1	2	3	4	5	6	7	8	9

gost.e-ecolog.ru