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 паров ртути в атмосферном воздухе населенных мест и воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1468—03

Настоящие методические указания устанавливают атомно-абсорбционный метод определения содержания паров ртути в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и воздушной среде помещений жилых и общественных зданий в диапазоне концентраций 0,00001—0,05 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 20 % при доверительной вероятности 0,95 во всем диапазоне определяемых концентраций.

2. Метод измерений

Измерение концентраций паров ртути в воздухе основано на методе беспламенной атомно-абсорбционной спектроскопии при предварительном накоплении элемента на обратимом амальгамном коллекторе (сорбенте).

В зависимости от концентрации паров время накопления варьируется от 6 до 600 с.

Нижний предел измерения массовых концентраций паров ртути в воздухе при отборе 0,1 дм^3 воздуха – 0,0009 мг/м^3; 0,5 дм^3 воздуха – 0,0003 мг/м^3; 1,0 дм^3 воздуха – 0,0001 мг/м^3; 5,0 дм^3 воздуха – 0,00002 мг/м^3; 10,0 дм^3 воздуха – 0,00001 мг/м^3.

Метод не может быть использован для измерений содержания паров ртути в закрытых помещениях с визуально наблюдаемыми проливами металлической ртути, когда содержание паров ртути в воздухе заведомо в два и более раз превосходит верхний предел измерения 0,05 мг/м^3.

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

ПДК паров ртути в воздухе рабочей зоны (ГН 2.1.6.686—98): 0,01/0,005/0,0017 мг/м^3 (максимально разовая/среднесменная/учебных лабораторий, лабораторий НИИ).

ПДК паров ртути в воздухе населенных пунктов (ГН 2.1.6.695—98): 0,0003 мг/м^3 (данная величина относится также к воздуху закрытых помещений жилых домов, школ, детских дошкольных и медицинских учреждений, учебных заведений, офисных и административных зданий, производственных помещений, не предназначенных для работы с ртутью и приборами с ртутным заполнением).

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

3.1. Средства измерений

Универсальный ртутеметрический комплекс 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
Экологический газортутный анализатор ЭГРА-01, (ФГУ НПП «Геологоразведка», г. С.-Петербург)	ТУ 4215-001-01422944—97 № Госреестра 16407—03

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Вспомогательные устройства, материалы

Шланги силиконовые диаметром 3—5 мм, длиной 1—1,5 м	ТУ 381-061-52—77
Ртутепоглотительный фильтр ФРП-1 (НПЭФ «ЭкОН», г. Москва)	
Респиратор одного из типов:	

РУ-60М, РПГ-67 ГОСТ 12.4.034
с фильтрующим патроном марки «Г»
или «Уралец-Г»
Допускается использование вспомогательных устройств и материалов с аналогичными или лучшими характеристиками.

4. Требования безопасности. Средства индивидуальной защиты

4.1. Требования безопасности

К работе допускаются специалисты, прошедшие общий и специальный инструктаж и проверку знаний по ТБ в объеме требований «Санитарных правил при работе с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением» (№ 4687—88 от 4.04.88, МЗ СССР) и имеющие опыт работы с универсальным ртутеметрическим комплексом, обеспеченные спецодеждой и индивидуальными средствами защиты в объеме п.п. 4.2 настоящих методических указаний.

При выходе из загрязненной зоны снимают спецодежду, средства защиты и помещают их в пластиковый мешок. Спецодежда, загрязненная адсорбированными парами ртути, подлежит обеспыливанию, демеркуризации и стирке в соответствии с «Инструкцией по очистке спецодежды, загрязненной металлической ртутью или ее соединениями» (№ 1442—76 от 20.07.76, МЗ СССР) или сдаче на утилизацию вместе с другими ртутьсодержащими отходами.

Обслуживание измерительных средств после проведения обследований производят в лаборатории в специальном шкафу с приточно-вытяжной вентиляцией.

4.2. Средства индивидуальной защиты

Средства индивидуальной защиты оператора включают:

- головной убор;
- халат хлопчатобумажный, желательно белый;
- перчатки резиновые;
- респиратор одного из типов (раздел 3.2);
- следы пластиковые.

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

Параметры анализируемого воздуха должны находиться в следующих пределах:

- концентрация пыли не более 40 мг/м^3;
- температура окружающего воздуха 0—40 °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха 30—85 % при температуре 35 °С.

Измерения в помещениях проводятся при закрытых дверях и окнах. Перед проведением измерений помещения не должны проветриваться в течение 1 ч, при площади более 50 м^2 – в течение 3 ч. Контроль качества демеркуризации помещений проводится при температурах не ниже 18 °С.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Подготовка аппаратуры

Подготовку к работе проводят перед выездом в «чистом» лабораторном помещении. Средство измерения готовят к работе согласно руководству по эксплуатации.

Дополнительно проводят определение фактической характеристики сходимости результатов измерений для данного средства измерения, для чего проводят не менее трех параллельных измерений при объеме пробы 5 л. Характеристика сходимости $S_{пр.}$ измерений определяется по размаху результатов параллельных определений.

$$S_{пр} = (N_{max} - N_{min}) / N_{ср}$$

N_{max}, N_{min}, $N_{ср}$ – максимальное, минимальное и среднее значения в параллельных определениях пробы одной концентрации;

Средство измерения готово к проведению измерений при величине $S_{пр} < 0,2$.

7.2. Отбор проб воздуха

Отбор воздуха осуществляют непосредственно при выполнении измерений через входной штуцер анализатора. Для более точной фиксации точки отбора пробы допускается проведение отбора пробы воздуха через силиконовый шланг длинной не более 1 м. При отборе пробы выходной штуцер анализатора соединяют с ртутепоглотительным филь-

тром силиконовой трубкой, свободный конец трубки относят на расстояние не менее 1 м от точки отбора пробы воздуха.

8. Проведение измерений

8.1. Выбор мест и числа точек отбора проб. Места, положение и число точек отбора проб выбираются гигиенистом, проводящим обследование. На объектах число точек отбора проб должно быть не менее 1 точки на 25 м^2. В помещениях площадью до 25 м^2 отбор проб проводится в середине помещения. В больших помещениях используется схема «конверта», либо распределение точек замера осуществляется по равномерной прямоугольной сетке с частотой 1 точка на 25 м^2. При обнаружении значительных пространственных градиентов концентрации ртути (показания в соседних точках отличаются более чем на 50 %), помещение должно быть условно разделено на несколько зон площадью до 50 м^2, в каждой из которых выполняется свой ряд измерений. Уровень загрязнения всего помещения принимается равным уровню наиболее загрязненной зоны.

Измерения проводятся на уровне органов дыхания (на высоте 1,5 м от пола), в детских и больничных учреждениях дополнительно на уровне 0,5—0,7 м от пола. Для выявления источника поступления паров ртути в помещение измерения могут производится на уровне пола.

8.2. Выбор объема пробы. Объем пробы воздуха выбирается в зависимости от концентрации паров ртути в воздухе. Объем пробы устанавливается переключателем «Объем» на передней панели прибора. Первое измерение следует проводить с пробой 0,5 л. По результату первого измерения изменяют объем пробы в соответствии с рекомендациями табл. 1. В приборах, имеющих режим «Автомат» (вместо режима 0,2 л), выбор объема пробы для диапазонов 0,1, 0,5 и 1,0 л в режиме «Автомат» производится автоматически.

Таблица 1

Рекомендуемые объемы пробы воздуха

№	Показания	Количество изме-	Рекомендуемый	Количество

п/п	прибора при объеме пробы 0,5 л	рений при объеме пробы 0,5 л	объем пробы, л	измерений при рекомендуемом объеме пробы
1	0—300	1	1, 5*, 10*	3
2	300—600	1	1	3
3	600—3 000	3	0,5	3
4	3 000—10 000	1	0,1	3
5	Более 10 000	1	0,1	1
* **Примечание:** для целей установления параметров фоновой концентрации паров ртути в воздухе при концентрации паров ртути ниже 0,0001 мг/м^3, измерения производятся с пробой 5 или 10 л.				

8.3. Для определения концентрации ртути в каждой точке отбора проб производится не менее 3 измерений.

8.4. В случае контрольных обследований при получении результата измерений менее 0,0001 мг/м^3 (1/3 ПДК$_{в.н.п.}$) при объеме пробы 1 л допускается не проводить уточняющих измерений с объемом пробы 5 или 10 л, при этом в протоколе указывается – концентрация меньше 0,0001 мг/м^3 .

9. Обработка и представление результатов

9.1. Концентрацию паров ртути в воздухе С (мг/м^3) рассчитывают как среднее арифметическое параллельных измерений по формуле:

$$C = (\sum N_i) / n \cdot 10^{-6}, \text{ где}$$

N_i – единичное значение показаний прибора при параллельных измерениях в одной точке отбора проб, пг/л;

n – число параллельных измерений.

10. Оформление результатов

Результаты измерений представляют в виде:

$$C \pm 0{,}2\ C, \text{ мг/м}^3 \text{ или } C, \text{ мг/м}^3 \pm 20\ \%.$$

Результаты измерений заносят в журнал и оформляют в виде протокола с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации и ответственного исполнителя.

11. Внутренний оперативный контроль

11.1. Внутренний оперативный контроль сходимости результатов параллельных определений осуществляется в процессе измерений по размаху результатов (R). Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия:

$$N_{max} - N_{min} \leq d_{норм.}, \text{ где}$$

$d_{норм.}$ – норматив контроля сходимости результатов параллельных определений, равный 0,2 $N_{ср}$;

N_{max}, N_{min}, $N_{ср}$ – максимальное, минимальное и среднее значения показаний прибора при параллельных определениях.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости проводят два дополнительных измерения, отбрасывают наибольший и наименьший результат и проводят повторный контроль сходимости.

При превышении норматива измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

11.2. Контроль погрешности измерений проводят не реже одного раза в год при поверке анализатора.

12. Обслуживание средств измерения после обследования

По окончанию обследований и выходе в чистую зону проводят очистку газовых трактов прибора произведя несколько измерений, не снимая ртутепоглотительного фильтра с выходного штуцера анализатора. Дальнейшее обслуживание измерительных средств производят в лаборатории в специальном шкафу с приточно-вытяжной вентиляцией. Наружную поверхность прибора тщательно протирают сухой тканью, производят замену входного фильтра, производят дополнительную очистку газового тракта до возвращения начальных показаний прибора к исходному (до начала обследований) уровню, производят зарядку аккумуляторной батареи.

gost.e-ecolog.ru