

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ
ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАДМИЯ В
ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ С КАДИОНОМ**

РД 52.24.436-95

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом, Малым научно-производственным предприятием "Акватест"

2 РАЗРАБОТЧИКИ М.П. Завеса, канд.хим.наук, Р.К. Чернова, доктор хим.наук, Л.М. Козлова, канд.хим.наук

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУОМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 21.07.94

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКНИМ Росгидромета 21.06.94, протокол N 1

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1994 г. N 90

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 436

7 ВЗАМЕН РД 52.24.90-89, РД 52.24.90-94

Введение

В поверхностных водах кадмий присутствует, как правило, в низких концентрациях - доли и единицы микрограммов в кубическом дециметре. Природными источниками поступления кадмия в водную среду являются полиметаллические руды, а также почвы в районах их залегания. Антропогенным источником появления кадмия в природных водах являются преимущественно сточные воды свинцово-цинковых заводов, предприятий горнодобывающей промышленности, ряда металлообрабатывающих и химических производств.

Соединения кадмия присутствуют в водах главным образом в виде растворенных форм. В состав взвеси входят, как правило, сорбированные формы кадмия. В растворе кадмий существует в ионной форме, а также в виде комплексных соединений с органическими и неорганическими соединениями. В кислых водах преобладающей является наиболее токсичная ионная форма.

Повышенные содержания кадмия оказывают токсичное воздействие на гидробионты. Значение ПДК растворенных форм кадмия для рыбохозяйственных водоемов составляет 5 мкг/дм^3 , а для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования - 1 мкг/дм^3 .

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ
ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАДМИЯ В
ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С КАДИОНОМ**

Дата введения 01.01.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений массовой концентрации растворенных форм кадмия в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне 0,8 - 5,0 мкг/дм³. При анализе проб воды с массовой концентрацией кадмия, превышающей 5,0 мкг/дм³, необходимо соответствующее разбавление пробы бидистиллированной водой.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 норма погрешности при выполнении измерений массовой концентрации кадмия в природных водах в диапазоне 0,05 - 1,0 мкг/дм³ составляет $\pm 50\%$, свыше 1,0 - 1000 мкг/дм³ - $\pm 25\%$, свыше 1000 мкг/дм³ - $\pm 10\%$. Для сточных вод норма погрешности в диапазоне массовых концентраций 0,5 - 1,0 мкг/дм³ составляет $\pm 50\%$, свыше 1,0 - 10 мкг/дм³ - $\pm 5\%$, свыше 10 - 1000 мкг/дм³ - $\pm 15\%$, свыше 1000 мкг/дм³ - $\pm 10\%$.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице.

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией кадмия свыше 5,0 мкг/дм³ после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины Δn , где Δ -

Таблица - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций кадмия, С, мкг/дм ³	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм ³		Характеристика погрешности, мкг/дм ³ , Δ
	случайной, $\sigma(\Delta)$	систематической Δ _c	
0,80 – 5,0	0,15	0,27	0,40

погрешность измерения концентрации кадмия в разбавленной пробе; n - степень разбавления.

3 Метод измерений

Определение основано на образовании в сильнощелочной среде окрашенного в малиновый цвет внутрикомплексного соединения кадмия с органическим реагентом кадионом. Образующееся соединение устойчиво в присутствии неионного ПАВ - ОП-10 (или тритона X-100). Оптическую плотность полученного раствора измеряют при 480 нм.

Ионы кадмия, содержащиеся в пробе воды, предварительно концентрируют сорбцией на хелатообразующем сорбенте Полиоргс VII М с последующей десорбцией раствором соляной кислоты.

Мешающее влияние веществ, содержащихся в пробе воды, в том числе ионов металлов, устраняется в процессе анализа.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФК-2мп (КФК-3) по ТУ 3.3.1766, ТУ 3.3.1860 или спектрофотометр типа СФ-46 (СФ-26).

- 4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.
- 4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г.
- 4.1.4 Шкаф сушильный общелабораторный по ГОСТ 13474.
- 4.1.5 Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
- 4.1.6 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.
- 4.1.7 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью:
- | | |
|---------------------|-----|
| 25 см ³ | - 6 |
| 50 см ³ | - 1 |
| 100 см ³ | - 1 |
| 1 дм ³ | - 1 |
- 4.1.8 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:
- | | |
|--------------------|-----|
| 1 см ³ | - 5 |
| 2 см ³ | - 3 |
| 5 см ³ | - 6 |
| 10 см ³ | - 1 |
- 4.1.9 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью:
- | | |
|---------------------|-----|
| 25 см ³ | - 2 |
| 100 см ³ | - 1 |
| 250 см ³ | - 1 |
| 1 дм ³ | - 1 |
- 4.1.10 Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 1-2 дм³ - 6
- 4.1.11 Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью:
- | | |
|---------------------|-----|
| 100 см ³ | - 6 |
| 500 см ³ | - 1 |
| 1 дм ³ | - 1 |
- 4.1.12 Стакан химический термостойкий по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³ - 1
- 4.1.13 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336 диаметром 4 см - 2
- 4.1.14 Капельницы по ГОСТ 25336 вместимостью 50 см³ - 4
- 4.1.15 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2
- 4.1.16 Стекланные палочки - 6
- Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Стандартный образец ионов кадмия или кадмий металлический гранулированный по ТУ 6-09-3095, ч.д.а.

4.2.2 Кадмион по ТУ 6-09-2138, ч.д.а.

4.2.3 Тартрат калия-натрия, тетрагидрат (сегнетова соль) по ГОСТ 5845, ч.д.а.

4.2.4 Гидроксид калия по ГОСТ 24363, ч.д.а. или гидроксид натрия по ГОСТ 4328, х.ч.

4.2.5 Роданид аммония по СТ СЭВ 222, ч.д.а. или роданид калия по ГОСТ 4139, ч.д.а.

4.2.6 Фторид калия по ГОСТ 20848, ч.д.а.

4.2.7 Карбонат натрия по ГОСТ 83, х.ч.

4.2.8 Цитрат натрия, гидрат по ГОСТ 22280, ч.д.а.

4.2.9 Соляная кислота, стандарт-титр по ТУ 6-09-2540, 0,1 моль/дм³.

4.2.10 Азотная кислота по ГОСТ 4461, концентрированная, х.ч.

4.2.11 Аскорбиновая кислота по ГОСТ 4815, ч.д.а., или фармакопейная.

4.2.12 Формальдегид, 40 % водный раствор (формалин), по ГОСТ 1625.

4.2.13 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

4.2.14 Полиоргс VII М, сорбент по ТУ 7-84-1527.

4.2.15 ОП-10, неионный ПАВ по ТУ 11-56-3154.

4.2.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.17 Вода бидистиллированная (дистиллированная вода, вторично перегнанная в кварцевой или стеклянной установке).

4.2.18 Фильтры мембранные "Владипор МФА-МА", 0,45 мкм, по ТУ 6-05-1903 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678.

4.2.19 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 20 мин в 1 % растворе азотной кислоты и двухкратным кипячением в бидистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента", промытых бидистиллированной водой. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают. К фильтрату добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 3,0 см³ кислоты на 1 дм³ воды и хранят до анализа в полиэтиленовой посуде.

Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором азотной кислоты, а затем дистиллированной водой.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Раствор карбоната натрия, 20 %

20 г Na₂CO₃ растворяют в 80 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.2 Раствор гидроксида калия или натрия, 4 моль/дм³

22,4 г КОН или 16 г NaOH растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.3 Раствор ОП-10, 10 %

10 г ОП-10 растворяют в 90 см³ бидистиллированной воды при нагревании до 60-70 °С. Раствор устойчив в течение месяца.

6.1.4 Раствор кадиона, 0,02 %

На аналитических весах взвешивают 0,010 г кадиона, 0,055 г гидроксида калия или натрия, переносят их в мерную колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в этиловом спирте. Объем раствора доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

6.1.5 Раствор кадиона, 0,004 %

В мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают 1 см³ 20 % раствора карбоната натрия, 12 см³ раствора гидроксида калия 4 моль/дм³, 20 см³ этилового спирта, 2 см³ 10 % раствора ОП-10, 10 см³ 0,02 % раствора кадиона, доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в холодильнике не более 15 сут.

6.1.6 Раствор сегнетовой соли, 10 %

10 г сегнетовой соли $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 90 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив в течение месяца.

6.1.7 Насыщенный раствор гидроксида калия

К 50 г КОН прибавляют 50 см³ бидистиллированной воды, перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.8 Раствор роданида аммония или роданида калия, 1 моль/дм³

7,6 г NH_4SCN или 9,7 г KSCN растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Раствор хранят в темной склянке в течение 6 мес.

6.1.9 Раствор фторида калия, 1 моль/дм³

5,8 г KF растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив, хранят в темной склянке.

6.1.10 Раствор гидроксида натрия, 0,1 моль/дм³

4,0 г NaOH растворяют в 1 дм³ бидистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

6.1.11 Раствор соляной кислоты, 0,1 моль/дм³

Раствор готовят из стандарт-титра, растворяя содержимое ампулы в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³. Раствор устойчив.

6.1.12 Раствор формальдегида, 20 %

К 50 см³ 40 %-ного раствора формальдегида приливают 50 см³ бидистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в темном месте не более 15 сут.

6.1.13 Раствор цитрата натрия, 1 моль/дм³

8,8 г цитрата натрия $\text{NaOOC}(\text{OH})(\text{CH}_2\text{COONa})_2 \cdot 5,5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 25 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив в течение месяца.

6.1.14 Хелатный сорбент полиоргс VII М

Перед использованием полиоргс VII М переводят в ОН-форму.

Для этого в стакан вместимостью 500 см³ наливают 350-400 см³, прибавляют раствор гидроксида натрия 0,1 моль/дм³ до pH 9-10 по универсальной индикаторной бумаге и добавляют около 4 г сорбента. Оставляют сорбент в щелочном растворе до следующего дня, затем сливают раствор и промывают сорбент 50 см³ бидистиллированной воды, придерживая его палочкой. Обработанный таким образом сорбент используют в течение рабочего дня.

Регенерацию сорбента проводят следующим образом: использованный сорбент (0,5 г) промывают 20 см³ бидистиллированной воды, затем обрабатывают 25 см³ раствора гидроксида натрия 0,1 моль/дм³ и промывают бидистиллированной водой до pH 8.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца ионов кадмия или из металлического гранулированного кадмия.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Концентрация ионов кадмия в рабочем градуировочном растворе должна составлять 1,00 мкг/см³.

Приготовление градуировочных растворов из металлического кадмия выполняют в соответствии с 6.2.1-6.2.3.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 2 % относительно приписанного значения массовой концентрации кадмия.

6.2.1 Основной раствор кадмия

Одну-две гранулы кадмия промывают небольшим количеством раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³, а затем дистиллированной водой. Кадмий сушат в сушильном шкафу при 105 °С в течение 1 ч, затем охлаждают и взвешивают на аналитических весах.

Навеску кадмия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 10-15 см³ бидистиллированной воды и 2-3 см³ концентрированной азотной кислоты. Кадмий растворяют. Если растворение

замедлится или прекратится, добавляют еще 1-2 см³ кислоты. После растворения кадмия объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают.

Рассчитывают концентрацию ионов кадмия в полученном растворе по формуле

$$C_{Cd} = \frac{a \cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

где C_{Cd} - массовая концентрация ионов кадмия, мг/см³;

a - навеска металлического кадмия, г;

V - объем мерной колбы, см³.

При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив.

6.2.2 Промежуточный раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 20,0 мкг/см³

Рассчитывают объем основного раствора, который необходимо взять для получения раствора с концентрацией 20,0 мкг/см³:

$$V = \frac{100 \cdot 20,0}{C_{Cd} \cdot 1000} = \frac{2}{C_{Cd}}, \quad (2)$$

где V - объем основного раствора алюминия, см³;

C_{Cd} - массовая концентрация алюминия в основном растворе, мг/см³.

Рассчитанный объем основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят не более 1 мес.

6.2.3 Рабочий раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 1,00 мкг/см³

Пипеткой вместимостью 5 см³ отбирают 5,0 см³ промежуточного раствора кадмия (6.2.2), помещают в мерную колбу вместимостью

100 см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор используют в день приготовления.

6.3 Установление градуировочной зависимости

В конические колбы вместимостью 1-2 дм³ приливают по 1,0 дм³ бидистиллированной воды, добавляют с помощью пипетки вместимостью 5 см³ 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ рабочего градуировочного раствора кадмия с массовой концентрацией 1,00 мкг/см³ и тщательно перемешивают. Массовая концентрация ионов кадмия в полученных пробах составляет соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг/дм³.

В полученных пробах определяют кадмий, как описано в разделе 7. В качестве холостой пробы используют 1 дм³ бидистиллированной воды.

Градуировочную зависимость строят в координатах: содержание ионов кадмия в мкг/дм³ - оптическая плотность графически или рассчитывают методом наименьших квадратов.

Проверку градуировочной зависимости осуществляют не реже одного раза в квартал, а также при использовании реактивов из новой партии или другого измерительного прибора.

7 Выполнение измерений

7.1 Концентрирование кадмия из воды

В коническую колбу вместимостью 1-2 дм³ отбирают 1 дм³ анализируемой воды, проверяют рН воды с помощью универсальной индикаторной бумаги и, при необходимости, доводят его величину до 6-7 растворами соляной кислоты или гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³. Прибавляют 4 капли раствора цитрата натрия 1 моль/дм³, 3 см³ 10% раствора сегнетовой соли, 0,5 г сорбента полиоргса VII М в ОН-форме. Пробу с сорбентом выдерживают в течение 30-35 мин, периодически перемешивая (примерно через 2-3 мин). Затем воду из колбы сливают, придерживая сорбент палочкой, переносят его в стакан вместимостью 100 см³ и промывают

бидистиллированной водой три раза порциями по 25 см³, тщательно отжимая сорбент каждый раз стеклянной палочкой.

7.2 Измерение кадмия в концентрате

К сорбенту, содержащему кадмий, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³ и оставляют на 30 мин. Затем кислоту сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Сорбент промывают еще 4 см³ раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³. Промывной раствор соляной кислоты сливают в ту же колбу.

В мерную колбу с пробой прибавляют 50 мг аскорбиновой кислоты, 3 см³ раствора сегнетовой соли, 2 см³ раствора карбоната натрия, 7 капель насыщенного раствора гидроксида калия, 1 см³ раствора роданида аммония или калия, 1 см³ раствора фторида калия, 3 см³ 0,004 % раствора каддиона и 1 см³ раствора формальдегида. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют на спектрофотометре или фотоколориметре при 480 нм и толщине слоя 3 см по отношению к холостому раствору. Холостой опыт выполняют аналогично, используя 1 дм³ бидистиллированной воды.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 1 дм³ бидистиллированной водой.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию кадмия в анализируемой пробе воды C_x , мкг/дм³, находят по градуировочной зависимости. Если проводилось разбавление пробы, результат, найденный по градуировочной зависимости, умножают на величину $1000/V$, где V - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, см³.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \quad (3)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации кадмия (таблица).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

9 Контроль погрешности измерения

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Измеряют концентрацию кадмия в исходной пробе (C_x), в пробе, разбавленной в n раз ($n = 1,5 - 2,5$) (C_p) и в пробе, разбавленной в n раз с введенной добавкой (C_{pd}). Величина добавки (C_d) должна составлять 40-60 % от содержания кадмия в исходной пробе. При концентрации кадмия в исходной пробе ниже минимально определяемой величина добавки должна быть равна минимально определяемой концентрации.

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$|C_{pd} - C_p - C_d| + |n \cdot C_p - C_x| \leq K_n \quad (4)$$

Норматив контроля погрешности (K_n) рассчитывают по формуле

$$K_n = \Delta_c + 3,31 \sigma(\dot{\Delta}) \quad (P=0,95), \quad (5)$$

где Δ_c и $\sigma(\dot{\Delta})$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерений

массовой концентрации кадмия в пробе
без добавки C_x (таблица).

Если в исходной пробе кадмий не обнаружен, то погрешность рассчитывают для концентрации добавки.

При превышении норматива повторяют измерение с использованием другой пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации кадмия в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

10.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

10.4 Оператор, которому поручено приготовление растворов и реактивов и выполнение анализа, должен быть проинструктирован о мерах предосторожности при работе с используемыми реактивами и оборудованием.

11 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием, имеющие стаж

работы в лаборатории не менее 3 мес. и освоившие методику анализа.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и осактивов в расчете на 100 определений - 4,0 чел.-ч.

На подготовку сорбента в расчете на 100 определений - 6,0 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 9,0 чел.-ч.

На определение кадмия в единичной пробе - 2,0 чел.-ч.; в серии из 5 проб - 9,0 чел.-ч.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на проведение анализа.

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 90

об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации кадмия в водах фотометрическим методом с кадмионом

ОСНОВАНА на образовании в сильнощелочной среде окрашенного в малиновый цвет внутрикомплексного соединения кадмия с органическим реагентом кадмионом. Образующееся соединение устойчиво в присутствии неионного ПАВ - ОП-10 (или тритона X-100). Оптическую плотность полученного раствора измеряют при 480 нм.

Ионы кадмия, содержащиеся в пробе воды, предварительно концентрируют сорбцией на хелагообразующем сорбенте Полиоргс VII М с последующей десорбцией раствором соляной кислоты.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом, МНПП "Акватест".

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.436-95

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8 010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом совместно с Саратовским госуниверситетом на основании результатов экспериментальных исследований в 1989 г. и метрологической экспертизы материалов в 1994 г.

В результате аттестации МВИ установлено.

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций кадмия, С, мкг/дм ³	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм ³		Характеристика погрешности, мкг/дм ³ , Δ
	случайной, $\sigma(\Delta)$	систематической, Δ	
0,80 – 5,0	0,15	0,27	0,40

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.436-95.

Дата выдачи апрель 1994 г.

Главный метролог ГУ I ХИ



А. А. Назарова