РД 52.24.436-95

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

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

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

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 ЦКНМ 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 являются преимущественно сточные воды свинцово-цинковых заводов, предприятий горнодобывающей промышленности, ряда металло-обрабатывающих 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/дм^3 . При анализе проб воды с массовой концентрацией кадмия, превышающей 5,0 мкг/дм^3 , 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/дм^3 составляет ±50 %, свыше 1,0 - 1000 мкг/дм^3 - ±25 %, свыше 1000 мкг/дм^3 - ±10 %. Для сточных вод норма погрешности в диапазоне массовых концентраций 0,5 - 1,0 мкг/дм^3 составляет ±50 %, свыше 1,0 - 10 мкг/дм^3 - ±5 %, свыше 10 - 1000 мкг/дм^3 - ±15 %,свыше 1000 мкг/дм^3 - ±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/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot n$, 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, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	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 Х-100). Оптическую плотность полученного раствора измеряют при 480 нм.

Ионы кадмия, содержащиеся в пробе воды, предварительно концентрируют сорбцией на хелатообразующем сорбенте Полиорг 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 $дм^3$ - 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 $см^3$ - 1

4.1.13 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336 диаметром 4 см - 2

4.1.14 Капельницы по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$ - 4

4.1.15 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2

4.1.16 Стеклянные 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 Кадион 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/дм^3.

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 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$ 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 Na_2CO_3 растворяют в 80 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.2 Раствор гидроксида калия или натрия, 4 моль/$дм^3$

22,4 г KOH или 16 г NaOH растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.3 Раствор ОП-10, 10 %

10 г ОП-10 растворяют в 90 $см^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$ приливают 1 $см^3$ 20 % раствора карбоната натрия, 12 $см^3$ раствора гидроксида калия 4 моль/$дм^3$, 20 $см^3$ этилового спирта, 2 $см^3$ 10 % раствора ОП-10, 10 $см^3$ 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 $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ растворяют в 90 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив в течение месяца.

6.1.7 Насыщенный раствор гидроксида калия

К 50 г KOH прибавляют 50 $см^3$ бидистиллированной воды, перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.8 Раствор роданида аммония или роданида калия, 1 моль/$дм^3$

7,6 г NH_4SCN или 9,7 г KSCN растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор хранят в темной склянке в течение 6 мес.

6.1.9 Раствор фторида калия, 1 моль/$дм^3$

5,8 г KF растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив, хранят в темной склянке.

6.1.10 Раствор гидроксида натрия, 0,1 моль/$дм^3$

4,0 г NaOH растворяют в 1 $дм^3$ бидистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

6.1.11 Раствор соляной кислоты, 0,1 моль/$дм^3$

Раствор готовят из стандарт-титра, растворяя содержимое ампулы в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$. Раствор устойчив.

6.1.12 Раствор формальдегида, 20 %

К 50 $см^3$ 40 %-ного раствора формальдегида приливают 50 $см^3$ бидистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в темном месте не более 15 сут.

6.1.13 Раствор цитрата натрия, 1 моль/дм 53

8,8 г цитрата натрия $NaOOCC(OH)(CH_2COONa)_2 \cdot 5{,}5H_2O$ растворяют в 25 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив в течение месяца.

6.1.14 Хелатный сорбент полиорг VII M

Перед использованием полиорг VII M переводят в OH-форму.

Для этого в стакан вместимостью 500 $см^3$ наливают 350-400 $см^3$, прибавляют раствор гидроксида натрия 0,1 моль/$дм^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$ бидистиллированной воды, затем обрабатывают 25 $см^3$ раствора гидроксида натрия 0,1 моль/$дм^3$ 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/$см^3$.

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/$дм^3$, 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 $дм^3$, добавляют 10-15 $см^3$ бидистиллированной воды и 2-3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Кадмий растворяют. Если растворение

замедлится или прекратится, добавляют еще 1-2 $см^3$ кислоты. После растворения кадмия объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают.

Рассчитывают концентрацию ионов кадмия в полученном растворе по формуле

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

где C_{Cd} - массовая концентрация ионов кадмия, $мг/см^3$;

a - навеска металлического кадмия, г;

V - объём мерной колбы, $см^3$.

При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив.

6.2.2 Промежуточный раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 20,0 $мкг/см^3$

Рассчитывают объем основного раствора, который необходимо взять для получения раствора с концентрацией 20,0 $мкг/см^3$:

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

где V - объем основного раствора алюминия, $см^3$;

C_{Cd} - массовая концентрация алюминия в основном растворе, $мг/см^3$.

Рассчитанный объем основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят не более 1 мес.

6.2.3 Рабочий раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 1,00 $мкг/см^3$

Пипеткой вместимостью 5 $см^3$ отбирают 5,0 $см^3$ промежуточного раствора кадмия (6.2.2), помещают в мерную колбу вместимостью

100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор используют в день приготовления.

6.3 Установление градуировочной зависимости

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

В полученных пробах определяют кадмий, как описано в разделе 7. В качестве холостой пробы используют 1 $дм^3$ бидистиллированной воды.

Градуировочную зависимость строят в координатах: содержание ионов кадмия в мкг/$дм^3$ - 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 $дм^3$ отбирают 1 $дм^3$ анализируемой воды, проверяют pH 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/$дм^3$. Прибавляют 4 капли раствора цитрата натрия 1 моль/$дм^3$, 3 $см^3$ 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 $см^3$ и промывают

бидистиллированной водой три раза порциями по 25 $см^3$, тщательно отжимая сорбент каждый раз стеклянной палочкой.

7.2 Измерение кадмия в концентрате

К сорбенту, содержащему кадмий, прибавляют 5 $см^3$ раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 $моль/дм^3$ и оставляют на 30 мин. Затем кислоту сливают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Сорбент промывают еще 4 $см^3$ раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 $моль/дм^3$ Промывной раствор соляной кислоты сливают в ту же колбу.

В мерную колбу с пробой прибавляют 50 мг аскорбиновой кислоты, 3 $см^3$ раствора сегнетовой соли, 2 $см^3$ раствора карбоната натрия, 7 капель насыщенного раствора гидроксида калия, 1 $см^3$ раствора роданида аммония или калия, 1 $см^3$ раствора фторида калия, 3 $см^3$ 0,004 % раствора кадиона и 1 $см^3$ 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 $дм^3$ бидистиллированной воды.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 1 $дм^3$ бидистиллированной водой.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию кадмия в анализируемой пробе воды C_x, $мкг/дм^3$, 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, $см^3$.

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

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

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) ($C_р$) и в пробе, разбавленной в n раз с введенной добавкой ($C_{рд}$). Величина добавки ($C_д$) 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:

$$\left| C_{рд} - C_р - C_д \right| + \left| n \cdot C_р - C_x \right| \le K_п \qquad (4)$$

Норматив контроля погрешности ($K_п$) рассчитывают по формуле

$$K_п = \Delta_c + 3,31\,\sigma\left(\mathring{\Delta}\right) \quad (P=0,95), \qquad (5)$$

где Δ_c и $\sigma\left(\mathring{\Delta}\right)$ - 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 кадионом

ОСНОВАНА 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 Х-100) Оптическую плотность полученного раствора измеряют при 480 нм.

Ионы кадмия, содержащиеся в пробе воды, предварительно концентрируют сорбцией на хелатообразующем сорбенте Полиорг 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 зкспертизы 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, C, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
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

gost.e-ecolog.ru

гролог ГУ I ХИ А А. Назарова