

С С С Р

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

---

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Определение кобальта в растениях  
и кормах растительного происхож-  
дения

ОСТ 10.155-88

Издание официальное

Москва

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Определение кобальта в растениях  
и кормах растительного происхож-  
дения

ОКСТУ 9296

ОСТ 10.155-88

Срок действия с 01.01.89  
до 31.12.90

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрические методы определения кобальта в растениях и кормах растительного происхождения при агрохимическом обслуживании сельскохозяйственного производства.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб кормов растительного происхождения - по ГОСТ 27262-87, ГОСТ 13586.3-83, ГОСТ 13979.0-86, ГОСТ 7194-81, ГОСТ 1721-85, ГОСТ 1722-85, растительных проб с полевых опытов - по ОСТ 10.106-87.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

2. Сущность метода

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

свободными атомами кобальта, образующимися в пламени при введении в него нитрозо-нафтолата кобальта, экстрагированного изо-амилацетатом из растворов золы растительных материалов и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

## 2.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

2.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озолению применяют:  
весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5<sup>0</sup>С;

измельчитель проб растений ИПР-2, соломорезку ИСР-1;  
мельницу лабораторную МРП-2;

сито с круглыми отверстиями диаметром 1 мм, изготовленное из стали или алюминия;

ступку фарфоровую с пестиком;

стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250 см<sup>3</sup> с плотно закрывающимися пробками или крышками;

печь муфельную по ГОСТ 13474-79;

щипцы для тиглей муфельные;

баню водяную или плитку электрическую с регулятором нагрева;  
тигли или чашки фарфоровые вместимостью 30 или 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 9147-80;

стекла часовые;

палочки стеклянные оплавление;

воронки стеклянные лабораторные диаметром 56 или 75 мм по ГОСТ 25336-82;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не

более 2% или пипетку 2-го класса точности вместимостью 2 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования азотной кислоты в объеме 2 см<sup>3</sup>;

фильтры обеззоленные, белая лента диаметром 5,5 или 7,0 см или бумагу фильтровальную лабораторную марки ФНС по ГОСТ 12026-76;

кислоту соляную по ГОСТ ЗИ18-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой I+I и I+7 по объему;

кислоту азотную по ГОСТ 4461-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой I+I по объему;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

2.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:

весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

атомно-абсорбционный спектрометр С-302, С-III2 или С-III5;

лампу с полым катодом для определения кобальта ИСП-1;

акетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75 или пропан-бутан бытовой в баллоне;

компрессор воздушный мембранный с производительностью не менее 20 л/мин при давлении не менее 300 кПа;

лозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реагентов и не заглушающих их кобальтом, или цилиндр моршн вместимостью 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74 и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 для дозирования реагентов в объемах 2, 5, 10, 25 см<sup>3</sup>;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

бюретку с краном 2-го класса точности вмест. ёмкостью 5 см<sup>3</sup> и пипетки 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74;

## С. 4 ОСТ ИС.155-88

воронки делительные вместимостью 200 или 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

пробирки со шлифом вместимостью 5-10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+40 по объему;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929-76, х.ч. или ч.д.а.;

cobальт (II) сернокислый, 7-водный по ГОСТ 4462-78, х.ч.;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87;

2-нитрозо-1-нафтол, ч.д.а., спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

изо-амиловый эфир уксусной кислоты, изо-амилацетат, ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Подготовка растительного материала

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1-3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной 0,8 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60-65°C до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размаливают на лабора-

торной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленную к анализу пробу хранят в стеклянной или пластмасовой банке с крышкой в сухом месте.

**2.3.2. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А).**

4,769 г сернокислого кобальта ( $\text{CoSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) растворяют в дистиллированной воде, доливают дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup> в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более 1 года.

**2.3.3. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см<sup>3</sup> (раствор Б)**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

**2.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 мкг/см<sup>3</sup> (раствор В)**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

**2.3.5. Приготовление растворов сравнения**

В шесть мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> из бюретки наливают указанное в табл. I объемы раствора В, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы готовят в день проведения анализа и используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрометра.

Первый и шестой растворы сравнения, необходимые для периодической проверки градуировочной характеристики спектрометра, готовят

в нескольких (в зависимости от объема партии образцов) повторениях.

Таблица I

Номер сравне- ния	Объем раствора: B, см <sup>3</sup>	Массовая концент- рация кобальта в растворе сравне- ния, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация кобальта в растворе сравне- ния на массовую долю в раститель- ном материале, мли <sup>-1</sup> (мг/кг)
1	0	0	0
2	1	0,02	0,1
3	2	0,04	0,2
4	3	0,06	0,3
5	4	0,08	0,4
6	5	0,10	0,5

### 2.3.6. Приготовление маскирующего раствора

Смешивают 400 см<sup>3</sup> раствора лимонноокислого натрия с массовой долей 40%, 400 см<sup>3</sup> раствора уксусноокислого натрия с массовой долей 40%, 40 см<sup>3</sup> перекиси водорода и доливают дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup>. Раствор готовят в день проведения анализа.

### 2.4. Проведение анализа

#### 2.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

В тиглях или чашках взвешивают с погрешностью не более 0,1 г навески растительных материалов массой по 10 г. Тигли ставят в ходовую муфельную печь, повышают температуру до 250–300°C и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°C и выдерживают пробы при этой температуре в течение 3 ч. После охлаждения золу смачивают дистиллированной водой, приливают дозатором или пипеткой с резиновой грушей по 2 см<sup>3</sup> разбавленной 1+1 азотной кислоты и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Приставшие к палочке частицы смигают в тигель дистиллированной водой. На кипящей водяной бане или электрической плитке содержимое

тиглей упаривают досуха, ставят тигли в холодную муфельную печь, поднимают температуру до  $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$  и выдерживают при этой температуре в течение 15 мин. При наличии в остатке угля обработку азотной кислотой с последующим прокаливанием повторяют.

К охлажденной золе дозатором или из бюретки приливают по  $5 \text{ см}^3$  разбавленной I+I соляной кислоты и упаривают досуха на кипящей водяной бане или электрической плитке, не допуская разбрызгивания и прокаливания остатка. К сухим остаткам дозатором или из бюретки приливают по  $10 \text{ см}^3$  разбавленной I+7 соляной кислоты, накрывают тигли часовыми стеклами и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Полученные растворы фильтруют через бумажные фильтры в мерные колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$  или другие технол. емкости, на которых отмечен объем  $50 \text{ см}^3$ . Обмыают тигли и фильтры небольшими порциями дистиллированной воды, доливают растворы до меток дистиллированной водой и перемешивают.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия навески растительного материала.

#### 2.4.2. Определение кобальта в растворе золы

2.4.2.1. Растворы золы и растворы сравнения, приготовленные по п. 2.3.5, переливают в делительные воронки. Дозатором или из бюретки приливают по  $25 \text{ см}^3$  маскирующего раствора и по  $2 \text{ см}^3$  раствора 2-нитрозо-I-нафтола, тщательно перемешивая содержимое воронок после прибавления каждого реагента. Через 1,5 ч дозатором или из бюретки приливают по  $2 \text{ см}^3$  изо-амилового эфира уксусной кислоты и встряхивают воронки в течение 1 мин. После разделения фаз нижний водный слой сливают и отбрасывают, а экстракты собирают в сухие пробирки с притертными пробками.

Допускается проведение экстракции в других герметично закрытых

вающихся технологических емкостях вместимостью 200-250 см<sup>3</sup> с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

Все работы с эфиром должны проводиться в витражном шкафу.

2.4.2.2. В экстрактах кобальт определяют по аналитической линии 240,7 нм, используя воздушно-ацетиленовое или воздушно-пропано-бутановое пламя. Ширина щели монохроматора, ток, питающий лампу с полим катодом, устанавливают в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к прибору и лампе. Наконечник горелки устанавливают параллельно лучу лампы с полим катодом. Расход горючего газа и воздуха регулируют таким образом, чтобы при расщеплении изо-амилового эфира уксусной кислоты пламя имело четко очерченный внутренний конус и не гасло при прекращении поступления эфира.

2.4.2.3. Градуировку приборов, позволяющих считывать результаты в единицах пропускания или оптической плотности, проводят по серии экстрактов из растворов сравнения. При стабилизированном режиме работы прибора в пламя вводят экстракт из первого раствора сравнения, не содержащего кобальт, и устанавливают начало отсчета (100% пропускания или нулевое значение оптической плотности). Затем вводят в пламя экстракт из шестого раствора сравнения с максимальной концентрацией кобальта и с помощью соответствующих регулировок устанавливают размах шкалы, обеспечивающий наибольшую точность считывания результатов измерения. Снова вводят экстракт из первого раствора сравнения, проверяют и, если это требуется, корректируют установку начала отсчета. Затем вводят в пламя экстракты из остальных растворов сравнения в порядке возрастания в них концентрации кобальта и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора по шкале пропускания или равномерной шкале оптической плотности. При введении экстракта в пламя необходимо следить за глубиной погружения капилляра в раствор. Не следует погружать капилляр до дна пробирки, где часто образуется капля воды.

засасывание которой нарушает режим горения пламени.

2.4.2.4. Приборы, имеющие цифровые преобразователи измеряемого сигнала в значение концентрации градуируют по экстрактам из двух растворов сравнения: первого и шестого. Установив начало отсчета (нулевое значение концентрации) по экстракту из первого раствора сравнения, в пламя вводят экстракт из шестого раствора сравнения и добиваются положения, когда величина отсчета равна соответствующему этому раствору значению массовой доли кобальта в растительном материале –  $0,50 \text{ млн}^{-1}$ . Попеременно вводя в пламя экстракты из первого и шестого растворов сравнения, добиваются точной установки указанных значений.

2.4.2.5. Отградуировав прибор по экстрактам из растворов сравнения, в пламя вводят экстракты из растворов золы, регистрируя соответствующие им показания измерительного прибора. Одновременно проводят контрольный опыт. Через каждые десять измерений в пламя вводят экстракты из первого и шестого растворов сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке обнаруживаются отклонения показаний прибора, вызывающие погрешность измерений более, чем на 5%, градуировку прибора корректируют или повторяют и последние десять экстрактов из растворов золы анализируют снова.

Если показание прибора для экстракта из раствора золы превышает показание для экстракта из шестого раствора сравнения, анализ повторяют, взяв меньшую навеску растительного материала.

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. При работе в режиме прогрессии или оптической плотности по длинам, полученным для экстрактов из растворов сравнения, строят градуировочный график, откладывающий по оси  $\text{бисисс}$  массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые

С. 10 ОСТ 10.155-88

цами в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг), указанные в табл. I, а по оси ординат – соответствующие им показания измерительного прибора. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг).

2.5.2. При работе в режиме "концентрация" благодаря линейной зависимости показаний прибора от массовой концентрации кобальта в экстракте в используемом диапазоне концентраций полученный отсчет равен массовой концентрации кобальта в анализируемом растворе в пересчете на массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг).

2.5.3. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале ( $X$ ) в  $\text{млн}^{-1}$  вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_1),$$

где  $K$  – коэффициент, учитывающий уменьшение массы навески растительного материала; при использовании указанной массы навески  $K=1$ , уменьшенной в 2 раза – 2 и т.д.;

$C$  – массовая концентрация кобальта в растворе золы в пересчете на массовую долю в растительном материале,  $\text{млн}^{-1}$ ;

$C_1$  – среднее арифметическое значений массовой концентрации кобальта, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале,  $\text{млн}^{-1}$ .

Значение результата контрольного опыта не должно превышать  $1/3$  от массовой доли кобальта в растительном материале.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускается проведение анализа без параллельных определений

при наличии стандартных образцов для контроля и достаточной точности контрольных анализов при проведении внешнего и внутрилабораторного контроля. В этом случае выборочный контроль сходимости параллельных определений проводят в соответствии с утвержденными нормативно-техническими документами по внутрилабораторному контролю.

**2.5.4.** Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать 42% при массовой доле кобальта от 0,01 до 0,3  $\text{млн}^{-1}$  и 15% при массовой доле св. 0,3 до  $2,0 \text{ млн}^{-1}$ .

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА С ПИРИДИЛАЗО-НАФТОЛОМ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения кобальта с I-(2-пиридилизо)-2-нафтолом (ПАН), экотрагированного хлороформом из анализируемого раствора и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

#### 3.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

3.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озолению - по п. 2.2.1.

3.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длины волны 610–640 нм и имеющий юбки вместимостью 3–4  $\text{см}^3$  и толщиной просвечиваемого слоя 30 мм;

колбы мерные 2-го класса точности с приштыванными пробками вместимостью 50, 100 и 1000  $\text{см}^3$  по ГОСТ 1770-74;

вороны долительные вместимостью 200 или 250  $\text{см}^3$  по ГОСТ 25336-82;

С. 12 ОСТ ИО.255-88

дозаторы агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 2% или бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 и цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1776-74 для дозирования реагентов в объемах 5 и 70 см<sup>3</sup>;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реагентов и не загрязняющих их кобальтом, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 1, 5 и 20 см<sup>3</sup>;

шпетки 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup> и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+40 по объему;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+2 по объему;

I-(2-пиридилазо)-2-нафтол (БАН) – индикатор; для проведения анализа пригоден реагент, имеющий оранжево-красный цвет. Реактив темнокоричневого цвета очищают от примесей перекристаллизацией из спирто-водной смеси. Для этого 10 г реагтива растворяют при нагревании до кипения в 500 см<sup>3</sup> изо-пропилового или этилового спирта. После охлаждения раствора фильтруют через бумажный фильтр. Затем к пологретому до 60°C фильтрату приливают 1 лм<sup>3</sup> дистиллированной воды той же температуры и оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза 10–20 см<sup>3</sup> спирто-водной смеси (1+2) и сушат в течение двух часов при температуре 80°C и в течение еще двух часов при температуре 120°C.

спирт изо-пропиловый (пропанол-2), х.ч.;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 16360-97;

акетон по ГОСТ 2603-79, ч.л.н.;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 20%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

натрий иоднокислый (периодат натрия), ч.д.а., раствор с массовой долей 0,2% или водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ И0929-76, х.ч. или ч.д.а.;

хлороформ;

cobальт (II) сернокислый, 7-водный по ГОСТ 4462-78, х.ч.;

воду дистилированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

### 3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Подготовка растительного материала - по п. 2.3.1.

3.3.2. Приготовление раствора с массовой долей ПАН 0,2%

2,000 г ПАН помещают в стакан и растворяют в перегнанном этиловом спирте или ацетоне, разминая частички реактива стеклянной палочкой. Прозрачный раствор сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, а оставшиеся частички растворяют в новой порции растворителя и присоединяют к раствору в мерной колбе. После растворения всей навески реактива раствор доливают до метки растворителем, перемешивают и фильтруют. Раствор хранят не более 1 мес.

### 3.3.3. Приготовление маскирующего раствора

Смешивают растворы лимоннокислого натрия с массовой долей 20% и уксуснокислого натрия с массовой долей 40% в отношении 1:1.

### 3.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией

cobальта I мг/см<sup>3</sup> (раствор А)

Готовят по п. 2.3.2.

3.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией  
кобальта 100 мкг/см<sup>3</sup> (рассвир Б)

Готовят по п. 2.3.3.

3.3.6. Приготовление раствора с массовой концентрацией  
кобальта 1 мкг/см<sup>3</sup> (рассвир В)

Готовят по п. 2.3.4.

3.3.7. Приготовление растворов сравнения

Готовят по п. 2.3.5.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы –  
по п. 2.4.1.

3.4.2. Определение кобальта в рассвире золы

Рассвир золы и рассвир сравнения, приготовленные по  
п. 2.4.1. и 2.3.5, переливают в делительные воронки. Дозаторами  
или из бюреток приливают по 1 см<sup>3</sup> рассвире периода натрия или  
пергидроля, по 20 см<sup>3</sup> маскирующего рассвира и 5 см<sup>3</sup> рассвира ПАН,  
тщательно перемешивая содержимое делительных воронок после прибав-  
ления каждого реагента. Через 15 мин в делительные воронки дозато-  
ром или цилиндром приливают по 70 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной  
1+2, и перемешивают. Дозатором или из бюретки приливают по 5 см<sup>3</sup>  
хлороформа и встряхивают делительные воронки в течение 1 мин. До-  
пускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся  
технологических емкостях вместимостью 200–250 см<sup>3</sup> с последующим  
разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз нижний слой сливают в кювету фотозлектро-  
колориметра или спектрофотометра с толщиной просвечающего слоя  
30 мм. Мутные экстракти перед фотометрированием фильтруют. Фотомот-  
тируют экстракти относительно экстракта из первого рассвира сравне-  
ния, не содержащего кобальт при длине волны 636 нм или используя

светофильтр с максимумом пропускания в области 610-640 нм. Одновременно проводят контрольный опыт. Все работы с хлорогормом должны проводиться в вытяжном шкафу.

Если после добавления серной кислоты в растворах золы образуются осадки солей, затрудняющие разделение фаз, серную кислоту заменяют концентрированной соляной кислотой. При этом анализ растворов сравнения и контрольный опыт проводят также с использованием соляной кислоты.

Если значение оптической плотности экстракта из раствора золы превышает значение оптической плотности экстракта из шестого раствора сравнения, анализ повторяют, уменьшив навеску растительного материала.

### 3.5. Обработка результатов

3.5.1. По результатам фотометрирования экстрактов из растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг), указанное в табл. I, а по оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг).

3.5.2. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.5.2.

3.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности Р=0,95 не должны превышать 45% при массовой доле кобальта от 0,01 до 0,05  $\text{млн}^{-1}$ , 35% – св. 0,05 до 0,10  $\text{млн}^{-1}$  и 23% – св. 0,10  $\text{млн}^{-1}$ .

#### 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА С НИТРОЗО-Р-СОЛЬЮ

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью анализируемого раствора и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

##### 4.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

4.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озолению - по п. 2.2.1.

4.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:  
весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 500-540 нм и имеющий кюветы вместимостью 8-10 см<sup>3</sup> и толщиной просвечиваемого слоя 50 мм;

баню водянную или плитку электрическую с регулятором нагрева;  
центрифугу;

стаканы из термостойкого стекла вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

стекла часовые;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

пробирки градуированные со штифтом вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 1% или пипетку 2-го класса точности вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования раствора в объеме 2 см<sup>3</sup>;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реагентов и не загрязняющих их кобальтом, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 3 и 5 см<sup>3</sup>;

пищетку 2-го класса точности вместимостью 5 см<sup>3</sup> и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292-74;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+100 по объему;

кислоту азотную концентрированную по ГОСТ 4461-77, х.ч.;

нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553-75;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 20%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

кобальт (II) сернокислый, семиводный по ГОСТ 4462-78, х.ч.:

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

#### 4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Подготовка растительного материала – по п. 2.3.1.

4.3.2. Приготовление раствора с массовой долей

нитрозо-Р-соли 0,1%

1,0 г нитрозо-Р-соли растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup> в мерной колбе. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой не более 1 года.

4.3.3. Приготовление окрашивающего раствора

Смешивают растворы лимоннокислого натрия с массовой долей 20% уксуснокислого натрия с массовой долей 40% и нитрозо-Р-соли с мас-

С. 18 ОСТ ИС.155-88

совой долей 0,1% в отношении I:I:I. Раствор готовят в день проведения анализа.

4.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 мг/см<sup>3</sup> (рассвр А)

Готовят по п. 2.3.2.

4.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см<sup>3</sup> (рассвр Г)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной I+100, и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

4.3.6. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 10 мкг/см<sup>3</sup> (рассвр Д)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Г, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной I+100, и перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

4.3.7. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> из бюретки наливают указанные в табл. 2 объемы раствора Д, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной I+100, и перемешивают. Растворы готовят в день проведения анализа и используют для градуировки фотоэлектро-колориметра или спектрофотометра.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

Озоление растительного материала и растворение золы проводят по п. 2.4.1, но исключается операция доведения объема раствора золы до метки после фильтрации.

4.4.2. Определение кобальта в растворе золы

Растворы золы, приготовленные по п. 4.4.1, переносят в стаканы и выпаривают досуха, не допуская пережигания, и остужают.

Таблица 2

Номер	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растворе сравнения, млн <sup>-1</sup> (мг/кг)
1	0	0	0
2	0,5	0,1	0,05
3	1	0,2	0,1
4	2	0,4	0,2
5	3	0,6	0,3
6	4	0,8	0,4
7	5	1,0	0,5

Дозатором или из бюретки приливают по 5 см<sup>3</sup> солятной кислоты, разбавленной 1+100, и растворяют остатки при нагревании. Одновременно из растворов сравнения, приготовленных по п. 4.3.7, шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 5 см<sup>3</sup> и помещают в стаканы. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают дозатором или из бюретки по 3 см<sup>3</sup> окрашивающего раствора и перемешивают. Стаканы накрывают часовыми стеклами и кипятят растворы на электрической плитке в течение 2 мин или нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. Затем приливают пипеткой с резиновой грушей по 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и растворы тщательно перемешивают. Переносят содержимое стаканов в градуированные пробирки, доливают дистиллированной водой до объема 10 см<sup>3</sup> и перемешивают. Жидкие растворы фильтруют центрифугируют при частоте вращения 3000–4000 мин<sup>-1</sup> в течение 5 мин. Фотометрируют растворы в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 50 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего кобальт при длине волны 520 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области

500-540 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности седьмого раствора сравнения, анализ повторяют, уменьшив навеску растительного материала.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг), указанные в табл. 2, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контролльном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$  (мг/кг).

4.5.2. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.5.2.

4.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 46% при массовой доле кобальта от 0,05 до 0,1  $\text{млн}^{-1}$ , 28% - св. 0,1 до 0,3  $\text{млн}^{-1}$  и 16% - св. 0,3  $\text{млн}^{-1}$ .

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным агропромышленным комитетом СССР

Зам председателя Г.А.Романенко

2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)

С.Г.Самохвалов, канд. с.-х. наук (руководитель темы),  
 А.А.Титова, канд. биол. наук, Н.Л.Чеботарева, канд. биол.  
 наук, А.Л.Панова, О.В.Соболева, Г.Г.Аристархова, канд. биол.  
 наук

3. ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства "Союзсельхозхимия"

4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН Центральным государственным фондом стандартов и технических условий за № 8419697 от 30.06.88 г.

5. ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ

6. ССЫЛЮЩИЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	:	Номер пункта, поштункта, перечислены, приложения
1	:	2
ГОСТ 199-78		2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 1721-85	I	
ГОСТ 1722-85	I	
ГОСТ 1770-74		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 2603-79		3.2.2
ГОСТ 3118-77		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 4204-77		3.2.2
ГОСТ 4461-77		2.2.1, 4.2.2
ГОСТ 4462-78		2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 5497-75		2.2.2
ГОСТ 6769-72		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2

С. 22 OCT 10.155-88

I	:	2
ГОСТ 7194-81		I
ГОСТ 9147-80		2.2.1
ГОСТ И0553-75		4.2.2
ГОСТ И0929-76		2.2.2, 3.2.2
ГОСТ И2026-76		2.2.1
ГОСТ И3474-79		2.2.1
ГОСТ И3586.3-83		I
ГОСТ И3979.0-86		I
ГОСТ И8300-87		2.2.2, 3.2.2
ГОСТ 20292-74		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 22280-76		2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 24104-80		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 25336-82		2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 27262-87		I
OCT И0 И06-87		I

Тип 500

Зак 110

Типография ХОЗУ Министерства СССР