

ГОСТ Р 50687—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

П О Ч В Ы

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ КОБАЛЬТА
ПО МЕТОДУ ПЕЙВЕ И РИНЬКИСА В
МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО**

Издание официальное

БЗ 12—92/1209

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства и Главным управлением химизации, защиты растений с Госхимкомиссией Министерства сельского хозяйства Российской Федерации

РАЗРАБОТЧИКИ:

Н. А. Чеботарева, А. А. Титова, А. Н. Орлова, А. П. Плешкова, В. М. Ерошина, Е. Э. Игнатьева

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 июня 1994 г. № 179

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

П О Ч В Ы

Определение подвижных соединений кобальта по методу Пейве и
Ринкиса в модификации ЦИНАОSoils. Determination of mobile compounds of cobalt by Peixe
and Rinkis method modified by CINAQ

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений кобальта в подзолистых, дерново-подзолистых, серых лесных и других почвах лесной и лесостепной зон.

Стандарт не распространяется на карбонатные почвы.

Метод основан на извлечении подвижных соединений кобальта из почвы раствором азотной кислоты концентрации $c(\text{HNO}_3) = 1$ моль/дм³ и последующем определении кобальта фотометрическим методом с нитрозо-Р-солью или 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом, или экстракционно-атомно-абсорбционным методом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—91 ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 12.0.004—90 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (СТ СЭВ 1247—78, СТ СЭВ 4021—83, СТ СЭВ 4977—85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ Р 50687—94

- ГОСТ 2603—79 (СТ СЭВ 4275—83) Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 (СТ СЭВ 4276—83) Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 (СТ СЭВ 3855—82) Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернистый 7-водный. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 (СТ СЭВ 5768—86) Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 20015—74 Хлороформ. Технические условия
- ГОСТ 22169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 22280—76 Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
- ГОСТ 22300—76 Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия
- ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб.
- ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки.
- Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

3 МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб по ГОСТ 28168.

4 АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Сушилка почвенных проб марки СП-1 или СП-1М.
Пробоизмельчитель почвенный марки ПП-2.

Фотоэлектроколориметр с основной погрешностью не более $\pm 1\%$ по шкале светопропускания.

Атомно-абсорбционный спектрометр марки С-115.

Лампа с полым катодом для определения кобальта марки ЛТ-2.

Компрессор воздушный мембранный производительностью не менее 20 дм³/мин при давлении не менее 300 кПа.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности и наибольшим пределом взвешивания 500 г 4-го класса точности.

Ротатор с оборотом на 360° и частотой вращения не менее 30–40 мин⁻¹ или взбалтыватель с возвратно-поступательным движением и частотой колебаний не менее 75 мин⁻¹.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Сито с круглыми отверстиями диаметром 1–2 мм, изготовленное из стали или алюминия.

Баня водяная или плитка электрическая с регулятором нагрева.

Центрифуга частотой вращения 3000–4000 мин⁻¹.

Кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями вместимостью 200 см³ или колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Дозатор или цилиндр мерный вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770 для отмеривания 50 см³ экстрагирующего раствора.

Дозаторы или пипетки 2-го класса точности вместимостью 10 и 25 см³ по ГОСТ 22169 для отмеривания вытяжки и растворов сравнения в объемах 10 и 25 см³.

Дозаторы или бюретки 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 100 см³ по ГОСТ 29252 и цилиндр мерный вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770 для отмеривания растворов реактивов в объемах 1, 2, 3, 5, 10 и 20 см³.

Дозаторы агрессивных жидкостей или пипетки 2-го класса точности вместимостью 2 и 5 см³ по ГОСТ 22169 с резиновой грушей для отмеривания пероксида водорода и азотной кислоты в объемах 2 и 5 см³.

Пипетки 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 25 см³ по ГОСТ 22169 и бюретка с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см³ для отмеривания стандартных растворов.

Стаканы из термостойкого стекла вместимостью 50—100 см³ по ГОСТ 25336.

Стекля часовые.

Пробирки с шлифованными пробками вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770.

Воронки делительные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззолненные с белой лентой диаметром 15 см или бумага фильтровальная лабораторная марки ФНС по ГОСТ 12026.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан бытовой в баллоне.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная и разбавленная водой 1:1 по объему.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., разбавленная водой 1:100 по объему.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., разбавленная водой 1:2 по объему.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Спирт изо-пропиловый, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300, ч. или *изо*-амиловый эфир уксусной кислоты, ч.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, ч. д. а., растворы с массовой долей 20 и 40 %.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч. д. а. или аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 40 %.

Нитрозо-Р-соль, ч., раствор с массовой долей 0,1 %.

1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН) — индикатор.

2-нитрозо-1-нафтол.

Кобальт (II) сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных. Оборудование, используемое при анализе (дозаторы, кассеты с технологическими емкостями, фильтровальные установки), должно быть изготовлено из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их кобальтом. Дозаторы должны обеспечивать воспроизводимость отмеряемых объемов с погрешностью не более 1 % и отклонение от номинального объема не более 5 %.

5 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1 Подготовка почвы к анализу

Пробы почвы высушивают до воздушно-сухого состояния в сушилке почвенных проб с подогревом воздуха не выше 40 °С или в хорошо вентилируемом помещении при комнатной температуре. Высушенные пробы рассыпают на полиэтиленовой пленке, разминают крупные комки и выбирают включения (корни растений, камни и др.). Затем почву измельчают на почвенном прободизмельчителе или растирают в фарфоровой ступке и просеивают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1—2 мм. Измельченные пробы хранят в полиэтиленовых пакетах, картонных коробках или специальных контейнерах.

Перед анализом почву высыпают на ровную поверхность, хорошо перемешивают и распределяют слоем не более 1 см. Пробу для анализа отбирают ложкой или шпателем не менее чем из пяти разных мест, равномерно распределенных по всей поверхности.

5.2 Приготовление экстрагирующего раствора — раствора азотной кислоты концентрации $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.)

Азотную кислоту смешивают с водой из расчета 57,2 см³ азотной кислоты (ρ 1,40 г/см³) на 1000 см³ получаемого раствора.

5.3 Приготовление окрашивающего раствора для фотометрического определения кобальта с нитрозо-Р-солью

Смешивают растворы с массовой долей лимоннокислого натрия 20 %, уксуснокислого натрия (аммония) 40 % и нитрозо-Р-соли в отношении 1:1:1. Смесь готовят в день проведения анализа.

5.4 Приготовление раствора ПАН с массовой долей 0,2 %

Для проведения анализа пригоден реактив, имеющий оранжево-красный цвет. Реактив темно-коричневого цвета очищают от примесей перекристаллизацией из спирто-водной смеси. Для этого 10 г реактива растворяют при нагревании до кипения в 500 см³ *изо*-пропилового или этилового спирта. После охлаждения раствор фильтруют через бумажный фильтр. Затем к подогретому до 60 °С фильтрату приливают 1 дм³ воды той же температуры и оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают три раза 10—20 см³ спирто-водной смеси (1:2) и сушат в течение 2 ч при температуре 80 °С и в течение еще 2 ч при температуре 120 °С.

Для приготовления раствора (2,00 ± 0,01) г ПАН помещают в стакан и растворяют в этиловом спирте или ацетоне, разминая

частишки реактива стеклянной палочкой. Прозрачный раствор сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, а оставшиеся частишки 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.

5.5 Приготовление маскирующего раствора для фотометрического определения кобальта с ПАН

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

5.6 Приготовление раствора с массовой долей 2-нитрозо-1-нафтола 0,5 %

(0,50±0,01) г 2-нитрозо-1-нафтола растворяют в этиловом спирте и доводят объем до 100 см³ в мерной колбе.

5.7 Приготовление маскирующего раствора для экстракционно-атомно-абсорбционного определения кобальта

Смешивают 400 см³ раствора лимоннокислого натрия с массовой долей 40 %, 400 см³ раствора уксуснокислого натрия (аммония) с массовой долей 40 %, 40 см³ пероксида водорода и доводят объем раствора водой до 1 дм³. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.8 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 1 мг/см³ (раствор А)

(4,769±0,001) г 7-водного сернокислого кобальта растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000 см³ в мерной колбе. Раствор хранят не более 1 года.

5.9 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 100 мкг/см³ (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ раствора А и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор хранят не более 3 мес.

5.10 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 25 мкг/см³ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 2,5 см³ раствора А и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100. Раствор хранят не более недели.

5.11 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 10 мкг/см³ (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ раствора Б и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор хранят не более недели.

5.12 Приготовление растворов сравнения для фотометрического определения кобальта с нитрозо-Р-солью

В мерные колбы вместимостью 50 см³ наливают указанные в таблице 1 объемы раствора В и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 1

| Номер раствора сравнения | Объем раствора В, см ³ | Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см ³ | Массовая доля кобальта в почве (мг/г) при отношении почвы к раствору | |
|--------------------------|-----------------------------------|--|--|------|
| | | | 1:10 | 1:20 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0,5 | 0,25 | 0,5 | 1,0 |
| 3 | 1,0 | 0,5 | 1,0 | 2,0 |
| 4 | 2,0 | 1,0 | 2,0 | 4,0 |
| 5 | 3,0 | 1,5 | 3,0 | 6,0 |
| 6 | 4,0 | 2,0 | 4,0 | 8,0 |
| 7 | 5,0 | 2,5 | 5,0 | 10,0 |

5.13 Приготовление растворов сравнения для экстракционно-атомно-абсорбционного и фотометрического определения кобальта с ПАН

В мерные колбы вместимостью 100 см³ наливают указанные в таблице 2 объемы раствора Г и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа

Таблица 2

| Номер раствора сравнения | Объем раствора Г, см ³ | Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см ³ | Массовая доля кобальта в почве (мг/г) при отношении почвы к раствору | |
|--------------------------|-----------------------------------|--|--|------|
| | | | 1:10 | 1:20 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0,5 | 0,05 | 0,5 | 1,0 |
| 3 | 1,0 | 0,10 | 1,0 | 2,0 |
| 4 | 2,0 | 0,2 | 2,0 | 4,0 |
| 5 | 3,0 | 0,3 | 3,0 | 6,0 |
| 6 | 4,0 | 0,4 | 4,0 | 8,0 |
| 7 | 5,0 | 0,5 | 5,0 | 10,0 |

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Приготовление почвенной вытяжки

Навески минеральной почвы массой $(5,0 \pm 0,1)$ г или органической почвы массой $(2,5 \pm 0,1)$ г помещают в технологические емкости и приливают к ним по 50 см³ экстрагирующего раствора. Температура экстрагирующего раствора должна быть (20 ± 1) °С. Почву с раствором перемешивают на ротаторе или взбалтывателе в течение 1 ч. Для предупреждения контакта раствора с резиной под крышки кассет подкладывают полоски полиэтиленовой пленки. В случае использования колб с резиновыми пробками пробки обертывают полиэтиленовой пленкой.

Суспензии фильтруют через бумажные фильтры. Первые порции фильтратов отбрасывают, последующие порции собирают в чистые технологические емкости. Если фильтраты мутные, их возвращают на фильтры.

В каждой партии анализов для контроля загрязнений посуды, оборудования, фильтровальной бумаги, воды и реактивов проводят контрольный опыт: технологическую емкость, не содержащую навеску, проводят через все стадии анализа одновременно с пробой, добавляя то же количество тех же реактивов, что и в пробу.

6.2 Фотометрическое определение кобальта с нитрозо-Р-солью в почвенной вытяжке

В стаканы помещают по 25 см³ почвенных вытяжек, контрольного раствора, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 2 см³ пероксида водорода и выпаривают до влажных солей. Повторяют обработку остатков азотной кислотой и пероксидом водорода до тех пор, пока их окраска станет светло-желтой. После последней обработки растворы выпаривают досуха, приливают по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:100, и растворяют остатки при нагревании. Одновременно в такие же стаканы помещают по 5 см³ растворов сравнения. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают по 3 см³ окрашивающего раствора, стаканы накрывают часовыми стеклами и кипятят растворы на электроплитке в течение 2 мин или нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. Затем приливают по 2 см³ концентрированной азотной кислоты, растворы тщательно перемешивают, переносят в градуированные пробирки и доливают водой до объема 10 см³. Мутные растворы фильтруют через бумажные фильтры или центрифугируют при частоте вращения 3000—4000 мин⁻¹ в течение 5 мин. Фотометрируют растворы в кюветках с просвечиваемым слоем толщиной 20 мм относительно первого

раствора сравнения, не содержащего кобальт, при длине волны 520 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 500—540 нм.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности последнего раствора сравнения, определение повторяют, уменьшив объем вытяжки.

6.3 Фотометрическое определение кобальта с ПАН в почвенной вытяжке

В делительные воронки помещают по 10 см³ вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения, приливают по 1 см³ пероксида водорода, 10 см³ маскирующего раствора и 2 см³ раствора ПАН. Через 15 мин приливают по 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, и тщательно перемешивают растворы. Затем приливают по 5 см³ хлороформа и встряхивают воронки в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой сливают в кювету фотоэлектроколориметра с просвечиваемым слоем толщиной 10—30 мм. Мутные экстракты фильтруют. Фотометрируют экстракты относительно экстракта первого раствора сравнения, не содержащего кобальт, при длине волны 630 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 610—640 нм.

Если значение оптической плотности экстракта вытяжки превышает значение оптической плотности экстракта последнего раствора сравнения, вытяжку разбавляют экстрагирующим раствором и повторяют определение.

6.4 Экстракционно-атомно-абсорбционное определение кобальта в почвенной вытяжке

В делительные воронки или мерные колбы с притертыми пробками вместимостью 100 см³ помещают по 25 см³ почвенных вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения, приливают к ним по 25 см³ маскирующего раствора и по 20 см³ раствора 2-нитрозо-1 нафтола. Через 1,5 ч приливают по 5 см³ бутилового или *изо*-амилового эфира уксусной кислоты и встряхивают емкости в течение 1 мин. При использовании делительных воронок после разделения фаз нижний водный слой сливают и отбрасывают, а органические экстракты собирают в сухие пробирки с притертыми пробками. При проведении экстракции в мерных колбах в них приливают дистиллированную воду в таком количестве, чтобы слой эфира оказался в горле колбы, и при измерении распыляют эфир в пламя непосредственно из колбы, не допуская погружения подающего капилляра распылителя в водную фазу.

Экстракты первого и последнего растворов сравнения, необходимые для периодической проверки градуировки прибора, готовят в нескольких повторениях.

В экстрактах кобальт определяют по поглощению резонансной линии 240,7 нм, используя для атомизации пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по техническим инструкциям, прилагаемым к спектрометру. Расход горючего газа и воздуха регулируют таким образом, чтобы при распылении эфира пламя имело четко очерченный внутренний конус и не гасло при прекращении поступления эфира.

При стабилизировавшемся режиме работы прибора распыляют в пламя экстракт первого раствора сравнения, не содержащий кобальт, и устанавливают начальное значение шкалы. Затем распыляют в пламя экстракт последнего раствора сравнения и устанавливают расширение шкалы. Снова распыляют экстракт первого раствора сравнения и корректируют установку значения шкалы. Затем распыляют в пламя экстракты остальных растворов сравнения, в порядке возрастания в них концентрации кобальта, и экстракты контрольного раствора и почвенных вытяжек, регистрируя соответствующие им показания измерительного прибора. Для промывки распылителя и горелки после каждого измерения в пламя распыляют эфир. После каждых десяти измерений проверяют градуировку прибора по экстрактам первого и последнего растворов сравнения. Если при проверке обнаруживаются изменения показаний прибора более чем на 3 %, прибор градуируют снова и измерения повторяют.

Если показание прибора для экстракта вытяжки превышает показание для экстракта последнего раствора сравнения, вытяжку разбавляют экстрагирующим раствором и повторяют измерение.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По данным, полученным для растворов сравнения, строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в почве в миллионных долях, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора. По графику находят массовые концентрации кобальта в вытяжках из почв и контрольном растворе в пересчете на массовую долю в почве.

Массовую долю подвижных соединений кобальта в почве X , млн^{-1} , вычисляют по формуле

$$X = Kc - c_1, \quad (1)$$

где K — коэффициент, учитывающий разбавление вытяжки или уменьшение ее объема (при анализе неразбавленной вы-

тяжки и использование указанного объема $K=1$, при разбавлении или уменьшении объема в пять раз $K=5$ и т. д.);

c — массовая концентрация кобальта в почвенной вытяжке в пересчете на массовую долю в почве, найденная по графику, млн^{-1} ;

c_1 — массовая концентрация кобальта в контрольном растворе в пересчете на массовую долю в почве, найденная по графику, млн^{-1} .

Значение результата контрольного опыта не должно превышать $1/3$ минимальной концентрации растворов сравнения.

За результат анализа принимают результат единичного определения. Результат вычисляют до первого десятичного знака.

8 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль правильности результатов анализа основан на анализе Государственных стандартных образцов (ГСО), аттестованных по ГОСТ 8.315—91, и отраслевых стандартных образцов (ОСО), аттестованных на основе межлабораторного анализа. Результаты бесповторного анализа стандартных образцов не должны отличаться от аттестованных значений более чем на величину отклонений, указанных в таблице 3 (внешний контроль).

Таблица 3 — Нормативы контроля точности результатов анализа ($P=0.95$)

| Контроль | Массовая доля кобальта, млн^{-1} | | | |
|--------------------|---|---------|---|---------|
| | до 0,7 | св. 0,7 | до 0,7 | св. 0,7 |
| | Допускаемые отклонения от аттестованного значения стандартного образца, % | | Допускаемые отклонения от среднего арифметического при выборочном контроле воспроизводимости результатов, % | |
| Внутрилабораторный | 20 | 15 | 15 | 10 |
| Внешний | 40 | 30 | — | — |

Контроль случайных погрешностей и управление качеством аналитических работ осуществляют, анализируя в составе каждой партии рядовых проб один или несколько стандартных образцов. При этом наряду с ГСО и ОСО допустимо использование стандартных образцов предприятий (СОП), аттестованных сличением с ГСО и ОСО. Результаты бесповторного анализа стандартных образцов не должны отличаться от аттестованных значений более чем на величину отклонений, указанных в таблице 3 (внутри-

лабораторный контроль). Если это требование не выполняется, результаты анализа партии проб признают проанализированными с недостаточной точностью. Анализ повторяют после выявления и устранения причин, вызвавших искажение результатов.

Контроль случайных погрешностей рядовых проб осуществляют путем повторного анализа 5 % числа проб в анализируемой партии. Допускаемые отклонения первого и второго результатов от среднего между ними, принимаемого за 100 %, приведены в таблице 3 (выборочный контроль). Анализ всей партии проб считается выполненным с достаточной точностью, если число проб повторной партии с отклонениями более допустимых не превышает предела, указанного в таблице 4.

Таблица 4

| Число образцов в контрольной партии | Допускаемое число образцов, проанализированных неточно |
|-------------------------------------|--|
| Менее 8 | 0 |
| 8—15 | 1 |
| 16—30 | 2 |
| 31—50 | 3 |
| 51—100 | 5 |
| 101—200 | 10 |

Если число отклонений более допустимых превышает предел, указанный в таблице 4, проводится дополнительный повторный анализ 20 % числа проб анализируемой партии. Если в дополнительной повторной партии число проб с расхождениями результатов анализов более допускаемых превышает предел, то повторно анализируют всю партию проб.

9 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы по подготовке к анализу и его проведению должны проводиться на рабочих местах, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией.

К выполнению анализов допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

УДК 631.42.001.4:006.354

С09

Ключевые слова: почвы, методы определения, кобальт, подвижные соединения, метод Пейве и Ринькиса, фотометрический метод, экстракционно-атомно-абсорбционный метод

ОКСТУ 9709

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *С. Н. Ефимова*

Сдано в набор 27.07.94. Подп. в печ. 20.09.94. Усл. печ. л. 0,93. Усл. кр. отт. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,87. Тир. 398 экз. С 1646

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1474