МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения железа

ГОСТ 27998—88

Vegetable feeds.
Methods for determination of iron

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения и устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения в них массовой доли железа.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 1721, ГОСТ 1722, ГОСТ 7194, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися в пламени при введении в него растворов золы кормов и растворов сравнения с известной концентрацией железа. При использовании пламени воздух-пропан-бутан влияние сопутствующих элементов устраняют, вводя в растворы избыток стронция.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.1. Для подготовки проб к испытанию и их минерализации применяют:

измельчитель проб растений ИПР-2, соломорезку ИСР-1;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5 °С;

мельницу лабораторную МРП-2;

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

ступку фарфоровую с пестиком;

весы лабораторные 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104*;

печь муфельную, обеспечивающую поддержание температуры 525 °С с погрешностью не более 25 °С;

щипцы для тиглей муфельные;

баню водяную;

стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250 см^3 с плотно закрывающимися пробками или крышками;

тигли фарфоровые низкие № 4 по ГОСТ 9147;

стекла часовые диаметром 5 см;

палочки стеклянные оплавленные;

воронки стеклянные лабораторные диаметром 36—56 мм по ГОСТ 25336;

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 20 см^3 по ГОСТ 25336;

штатив для пробирок;

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 $см^3$ или дозаторы агрессивных жидкостей вместимостью 2 и 5 $см^3$ с погрешностью дозирования не более 2 %, выполненные из материалов, не загрязняющих раствор железом;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:1 и 1:10 по объему;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

2.1.2. Для определения железа в растворе золы применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104;

атомно-абсорбционный спектрометр С-302, С-112 или С-115;

лампу с полым катодом для определения железа ЛСП-1 или ЛТ-2;

компрессор воздушный мембранный производительностью не менее 20 $дм^3$/мин при давлении не менее 300 кПа;

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

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

пробирки со шлифом вместимостью 10—20 $см^3$ по ГОСТ 25336;

пипетки 2-го класса точности вместимостью 2 и 5 $см^3$ или дозаторы той же вместимости с погрешностью дозирования не более 1 %, выполненные из материалов, не загрязняющих растворы железом;

бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 $см^3$ или дозаторы вместимостью 5 и 8 $см^3$ с погрешностью дозирования не более 1 %, выполненные из материалов, не загрязняющих растворы железом;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 10 $см^3$, пипетку 2-го класса точности с одной меткой вместимостью 100 $см^3$ и пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 5, 25 $см^3$;

цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 100, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

стакан химический вместимостью 200 $см^3$ по ГОСТ 25336;

стекло часовое диаметром 9—12 см;

воронку стеклянную лабораторную диаметром 75 мм по ГОСТ 25336;

фильтры обеззоленные «красная» или «белая лента» диаметром 12,5 см;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., концентрированную и разбавленную дистиллированной водой 1:40 по объему;

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч.;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч.;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный дистиллированной водой 1:4 по объему;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч.;

стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140, ч.д.а.;

железо-аммонийные квасцы 12-водные по НТД, х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерения, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Подготовка проб к испытанию*

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной до 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 °С до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленные для испытания пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте.

2.2.2. *Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 16 %*

9 $см^3$ концентрированной серной кислоты (пл. 1,835) прибавляют небольшими порциями к 91 $см^3$ дистиллированной воды при перемешивании.

2.2.3. *Приготовление раствора азотнокислого аммония с массовой долей 2 %*

20,0 г азотнокислого аммония растворяют в 980 $см^3$ дистиллированной воды.

2.2.4. *Приготовление раствора железа массовой концентрации 1 мг/$см^3$ (раствор А)*

8,635 г 12-водных железо-аммонийных квасцов растворяют в дистиллированной воде, содержащей 25 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 16 %, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 $дм^3$ в мерной колбе и перемешивают.

Массовую концентрацию железа в приготовленном растворе проверяют весовым методом. Для этого 100 $см^3$ раствора с помощью пипетки помещают в химический стакан вместимостью 200 $см^3$, прибавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты, нагревают почти до кипения и осаждают железо в виде гидроксида, прибавляя раствор аммиака, разбавленного 1:4, при интенсивном перемешивании до слабого запаха. Стакан с осадком накрывают часовым стеклом, нагревают еще 30 мин, дают осадку осесть и фильтруют горячий раствор через обеззоленный фильтр с красной или белой лентой, сливая сначала прозрачный раствор. Осадок на дне стакана промывают 2—3 раза декантацией горячим раствором азотнокислого аммония, подщелоченным несколькими каплями аммиака, количественно переносят осадок на фильтр и 2—3 раза промывают его тем же раствором. Затем осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей дистиллированной водой, фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель и ставят в холодный муфель. Постепенно повышая температуру, сушат, озоляют фильтр и прокаливают остаток при температуре 800—900 °С до постоянной массы.

Массовую концентрацию железа в растворе (C), мг/$см^3$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 0{,}6994}{100}, \qquad (1)$$

где m — масса осадка Fe_2O_3, мг;

0,6994 — коэффициент пересчета массы Fe_2O_3 на массу Fe;

100 — объем раствора, взятый для анализа, $см^3$.

Раствор хранят не более 1 года.

2.2.5. *Приготовление раствора железа массовой концентрации 100 мкг/$см^3$ (раствор Б)*

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с помощью пипетки помещают объем раствора А, в котором содержится 5 мг железа, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:40, и перемешивают.

Раствор хранят не более 3 мес. Допускается приготовление смешанного раствора железа, меди, цинка, марганца.

2.2.6. *Приготовление раствора железа массовой концентрации 500 мкг/$см^3$ (раствор В)*

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с помощью пипетки помещают объем раствора А, в котором содержится 25 мг железа, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:40, и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес. Допускается приготовление смешанного раствора железа, меди, цинка, марганца.

2.2.7. *Приготовление растворов сравнения для определения железа с использованием воздушно-ацетиленового пламени*

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ из бюретки вместимостью 10 $см^3$ наливают указанные в табл. 1 объемы раствора Б, доводят до меток соляной кислотой, разбавленной 1:40, и тщательно перемешивают. Растворы сравнения готовят в день проведения анализа. Допускается приготовление смешанных растворов железа, меди, цинка, марганца.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, $см^3$	Массовая концентрация железа в растворе сравнения, $мкг/см^3$	Массовая концентрация железа в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$ (мг/кг)*
1	0	0	0
2	1	1	50
3	2	2	100
4	5	5	250
5	10	10	500

*Значения массовых долей железа в растительном материале даны с учетом 5-кратного разбавления раствора золы перед анализом.

2.2.8. *Приготовление растворов сравнения для определения железа с использованием воздушно-пропан-бутанового пламени*

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ из бюретки вместимостью 10 $см^3$ наливают указанные в табл. 2 объемы раствора В, доводят до меток соляной кислотой, разбавленной 1:40, и тщательно перемешивают. Растворы сравнения готовят в день проведения анализа. Допускается приготовление смешанных растворов железа, меди, цинка, марганца.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора В, $см^3$	Массовая концентрация железа в растворе сравнения, мкг/см3	Массовая концентрация железа в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$ (мг/кг)
1	0	0	0
2	1	5	50
3	2	10	100
4	5	25	250
5	10	50	500

2.2.9. *Приготовление раствора хлористого стронция*

6,1 г 6-водного хлористого стронция растворяют примерно в 200 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 16,4 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 $дм^3$ и тщательно перемешивают. Раствор содержит 2 г стронция в 1 $дм^3$.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. *Озоление растительного материала и растворение золы*

В тигле взвешивают с погрешностью не более 0,02 г навеску испытуемой пробы, приготовленной по п. 2.2.1, массой 2 г. Тигель помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 250—300 °С. После прекращения выделения дыма температуру печи поднимают до (525±25) °С и ведут прокаливание в течение трех часов. Затем тигель охлаждают, золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и из бюретки или дозатором приливают 2 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Тигель помещают на кипящую водяную баню и упаривают кислоту до влажных солей. Из бюретки или дозатором приливают в тигель 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:10, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Раствор золы, не фильтруя, с помощью палочки переносят через воронку в пробирку, установленную в штативе. Тигель, палочку и воронку тщательно обмывают дистиллированной водой, доводят раствор дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Пробу для анализа берут, не взмучивая осадка.

Допускается отделение раствора золы от нерастворившегося остатка фильтрованием через бумажный фильтр.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, проводя его через все стадии анализа, исключая взятие навески испытуемой пробы.

2.3.2. *Определение железа в растворе золы*

2.3.2.1. Определение железа в растворе золы проводят по аналитической линии 248,3 нм, используя для атомизации пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Пламя окислительное (прозрачное, голубое). Ширину щели монохроматора, расход газов, ток, питающий лампу с полым катодом, устанавливают в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к прибору и лампе.

При установке горелки относительно просвечивающего луча добиваются максимальных значений поглощения для растворов сравнения.

2.3.2.2 При использовании пламени ацетилен-воздух из растворов золы пипеткой или дозатором берут пробы по 2 $см^3$ и помещают в пробирки. К пробам из бюретки или дозатором приливают по 8 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:40, и перемешивают.

2.3.2.3. При использовании пламени пропан-бутан-воздух из раствора золы и растворов сравнения, приготовленных по п. 2.2.8, пипеткой или дозатором берут пробы по 5 $см^3$ и помещают в пробирки. Первый и третий растворы сравнения, необходимые для периодической проверки градуировочной характеристики прибора, берут каждый в 2—3 пробирки. К пробам из бюретки или дозатором приливают по 5 $см^3$ раствора хлористого стронция и перемешивают.

2.3.2.4. При стабилизировавшемся режиме работы прибора в пламя вводят первый раствор сравнения, не содержащий железа, и устанавливают начало отсчета (нулевое значение оптической плотности, концентрации или 100 %-ного пропускания). Затем вводят в пламя пятый раствор сравнения с максимальной концентрацией железа и с помощью соответствующих регулировок устанавливают размах шкалы. Снова вводят первый раствор сравнения, проверяют и, если требуется, корректируют установку начала отсчета. Затем вводят в пламя остальные растворы сравнения в порядке возрастания в них концентрации железа и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора по шкале пропускания, равномерной шкале оптической плотности или в единицах концентрации.

Отградуировав прибор по растворам сравнения, вводят в пламя растворы золы и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора. Одновременно проводят контрольный опыт. Через каждые десять измерений в пламя вводят первый и третий растворы сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке обнаруживаются отклонения показаний прибора, вызывающие погрешность измерений более чем на 3 % отн., градуировку прибора корректируют или повторяют и последние десять растворов золы анализируют снова.

Если показание измерительного прибора для раствора золы превышает показание для пятого раствора сравнения, раствор золы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:40, и анализ повторяют. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. По данным, полученным для растворов сравнения, строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают массовые концентрации железа в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-1}$, а по оси ординат — соответствующие им показания измерительного прибора. По градуировочному графику находят массовые концентрации железа в анализируемых растворах в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-1}$.

2.4.2. Массовую долю железа в воздушно-сухом растительном материале (X), $млн^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = K(C - \overline{C}_1), \qquad (2)$$

где K — коэффициент, учитывающий дополнительное, не предусмотренное основной методикой разбавление анализируемого раствора; при анализе растворов, подготовленных по основной методике, $K = 1$, дополнительно разбавленных в 2 раза — 2 и т. д.;

C — массовая концентрация железа в растворе золы в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$;

$\overline{C}_1$ — среднее арифметическое значений массовой концентрации железа, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$.

Значение результата контрольного опыта не должно превышать $^1/_3$ массовой доли железа в растительном материале.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов (СО). За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным в СО содержанием определяемого элемента не превышает 0,7 *D*. В этом случае обязателен выборочный статистический контроль сходимости параллельных определений.

Контрольные анализы проводят в двух параллельных определениях.

2.4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ($d_{абс}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$), при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс} = 0,15\,\overline{X} + 6,83; \tag{3}$$

$$D_{абс} = 0,42\,\overline{\overline{X}} - 3,28, \tag{4}$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, млн$^{-1}$;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, млн$^{-1}$.

Предельную погрешность результата анализа (Δ_Σ), млн$^{-1}$, при односторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_\Sigma = 0,25\overline{X} - 1,92, \tag{5}$$

где $\overline{X}$ — массовая доля железа, млн$^{-1}$ (результат единичного определения или среднее арифметическое результатов двух параллельных определений).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ОРТО-ФЕНАНТРОЛИНОМ

Метод основан на сравнении оптической плотности оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с орто-фенантролином, образующегося в растворах золы и растворах сравнения с известной концентрацией железа. Железо восстанавливают до двухвалентного состояния гидроксиламином.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

3.1.1. Для подготовки проб к испытанию и их минерализации — по п. 2.1.1.

3.1.2. Для определения железа в растворе золы применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 490—530 нм;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104;

штатив для пробирок;

пробирки со шлифом вместимостью 20—25 см^3 по ГОСТ 25336;

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 2 см^3 или дозатор той же вместимости с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленный из материала, не загрязняющего раствор железом;

бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см^3 или дозаторы вместимостью 5 и 10 см^3 с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленные из материала, не загрязняющего раствор железом;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 10 см^3, пипетку 2-го класса точности с одной меткой вместимостью 100 см^3 и пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 5, 25 см^3;

цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 100, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
стакан химический вместимостью 200 см^3 по ГОСТ 25336;
стекло часовое диаметром 9—12 см^3;
воронку стеклянную лабораторную диаметром 75 мм по ГОСТ 25336;
фильтры обеззоленные, «красная» или «белая лента» диаметром 12,5 см;
гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч.д.а.;
кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:40 по объему;
кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч.;
кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61, х.ч.;
аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.;
натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а.;
аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч.;
орто-фенантролин, ч.д.а.;
железоаммонийные квасцы по НТД, х.ч.;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

3.2.2. *Приготовление ацетатного буферного раствора*

136,0 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 120 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм^3.

3.2.3. *Приготовление раствора орто-фенантролина с массовой долей 0,25 %*

0,250 г орто-фенантролина растворяют в горячей (около 80 °С) дистиллированной воде, охлаждают и доводят объем дистиллированной водой до 100 см^3 в мерной колбе.

3.2.4. *Приготовление окрашивающей смеси*

1 дм^3 ацетатного буферного раствора смешивают со 100 см^3 раствора орто-фенантролина. Смесь хранят в склянке из темного стекла не более 1 мес.

3.2.5. *Приготовление раствора гидроксиламина гидрохлорида с массовой долей 2 %*

2,0 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 98 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более недели.

3.2.6. Приготовление раствора азотнокислого аммония с массовой долей 2 % — по п. 2.2.3.

3.2.7. Приготовление раствора железа массовой концентрации 1 мг/см^3 (раствор А) — по п. 2.2.4.

3.2.8. Приготовление раствора железа массовой концентрации 500 мкг/см^3 (раствор В) — по п. 2.2.6.

3.2.9. Приготовление растворов сравнения — по п. 2.2.8.

3.3. Проведение испытания

3.3.1. Озоление растительного материала и растворение золы — по п. 2.3.1.

3.3.2. *Определение железа в растворе золы*

Из растворов золы и растворов сравнения пипеткой или дозатором берут пробы по 2 см^3 и помещают в пробирки, установленные в штативе, или другие технологические емкости. Из бюретки или дозатором приливают по 5 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, перемешивают, выдерживают 5 мин, из бюретки или дозатором приливают по 10 см^3 окрашивающей смеси и снова перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют в кювете толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего железо, при длине волны 510 нм или используя светофильтр с максимумом светопропускания в области 490—530 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности пятого раствора сравнения, раствор золы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:40, и повторяют описанные выше операции в том же порядке. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации железа в растворах сравнения в пересчете на

массовые доли в растительном материале в млн$^{-1}$, указанные в табл. 2, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации железа в анализируемых растворах в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн$^{-1}$.

3.4.2. Массовую долю железа в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.4.2.

3.4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ($d'_{\text{абс}}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D'_{\text{абс}}$), при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

$$d'_{\text{абс}} = 0{,}10\,\overline{X}' + 5{,}12; \tag{6}$$

$$D'_{\text{абс}} = 0{,}23\,\overline{\overline{X}}' + 5{,}94, \tag{7}$$

где $\overline{X}'$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, млн$^{-1}$;

$\overline{\overline{X}}'$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, млн$^{-1}$.

Предельную погрешность результата анализа (Δ'_{Σ}), млн$^{-1}$, при односторонней доверительной вероятности $P = 0{,}95$ вычисляют по формуле

$$\Delta'_{\Sigma} = 0{,}13\,\overline{X}' + 3{,}48, \tag{8}$$

где $\overline{X}'$ — массовая доля железа, млн$^{-1}$ (результат единичного определения или среднее арифметическое результатов двух параллельных определений).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С РОДАНИДОМ

Метод основан на сравнении оптической плотности красного комплексного соединения трехвалентного железа с роданидом, образующегося в растворах золы и растворах сравнения с известной концентрацией железа. Для полного переведения железа в трехвалентное состояние и стабилизации окраски в окрашенный раствор вводят перекись водорода.

4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

4.1.1. Для подготовки проб к испытанию и их минерализации — по п. 2.1.1.

4.1.2. Для определения железа в растворе золы применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 450—490 нм;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104;

штатив для пробирок;

пробирки со шлифом вместимостью 20—25 см^3 по ГОСТ 25336;

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 2 см^3 или дозатор той же вместимости с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленный из материала, не загрязняющего раствор железом;

бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см^3 или дозаторы вместимостью 5 и 10 см^3 с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленные из материала, не загрязняющего раствор железом;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 10 см^3, пипетку 2-го класса точности с одной меткой вместимостью 100 см^3 и пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 5, 25 см^3;

цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 100, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 1770;

стакан химический вместимостью 200 см^3 по ГОСТ 25336;

стекло часовое диаметром 9—12 см;

воронку стеклянную лабораторную диаметром 75 мм по ГОСТ 25336;

фильтры обеззоленные, «красная» или «белая лента» диаметром 12,5 см;

капельницу;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:20 и 1:40 по объему;

калий роданистый по ГОСТ 4139, х.ч.;

перекись водорода по ГОСТ 10929, х.ч., раствор с массовой долей 30 %;

железоаммонийные квасцы по НТД, х.ч.;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.2. Подготовка к испытанию

4.2.1. Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

4.2.2. *Приготовление раствора роданистого калия с массовой долей 15 %*

150,0 г роданистого калия растворяют в 850 $см^3$ дистиллированной воды.

4.2.3. Приготовление раствора азотнокислого аммония с массовой долей 2 % — по п. 2.2.3.

4.2.4. Приготовление раствора железа массовой концентрации 1 $мг/см^3$ (раствор А) — по п. 2.2.4.

4.2.5. Приготовление раствора железа массовой концентрации 500 $мкг/см^3$ (раствор В) — по п. 2.2.6.

4.2.6. Приготовление растворов сравнения — по п. 2.2.8.

4.3. Проведение испытания

4.3.1. Озоление растительного материала и растворение золы — по п. 2.3.1.

4.3.2. *Определение железа в растворе золы*

Из растворов золы и растворов сравнения пипеткой или дозатором берут пробы по 2 $см^3$ и помещают в пробирки, установленные в штативе, или другие технологические емкости. Из бюреток или дозатором приливают по 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:20, по 5 $см^3$ раствора роданистого калия, по 1 капле перекиси водорода (из капельницы) и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют не ранее чем через 5 мин и не позднее чем через 30 мин после прибавления перекиси водорода в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего железо, при длине волны 480 нм или, используя светофильтр с максимумом светопропускания в области 450—490 нм.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности пятого раствора сравнения, раствор золы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:40, и повторяют описанные выше операции в том же порядке. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

4.4. Обработка результатов

Обработка результатов — по п. 3.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С.Г. Самохвалов, канд. с.-х. наук (руководитель темы); **Н.А. Чеботарева,** канд. биол. наук; **Г.И. Горшкова; В.А. Чуйков,** канд. биол. наук; **Х.К. Худякова,** канд. биол. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.12.88 № 4538

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	3.1.2
ГОСТ 199—78	3.1.2
ГОСТ 1721—85	1
ГОСТ 1722—85	1
ГОСТ 1770—74	2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 3118—77	2.1.1; 2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 3760—79	2.1.2; 3.1.2
ГОСТ 4139—75	4.1.2
ГОСТ 4140—74	2.1.2
ГОСТ 4204—77	2.1.2
ГОСТ 4461—77	2.1.2; 3.1.2
ГОСТ 5456—79	3.1.2
ГОСТ 5457—75	2.1.2
ГОСТ 6709—72	2.1.1; 2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 7194—81	1
ГОСТ 9147—80	2.1.1
ГОСТ 10929—76	4.1.2
ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 13979.0—86	1
ГОСТ 22867—77	2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 24104—88	2.1.1; 2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 25336—82	2.1.1; 2.1.2; 3.1.2; 4.1.2
ГОСТ 27262—87	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru