ГОСТ Р 50683—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ МЕДИ И КОБАЛЬТА ПО МЕТОДУ КРУПСКОГО И АЛЕКСАНДРОВОЙ В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

Издание официальное

БЗ 12—92/1240

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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

ПОЧВЫ

Определение подвижных соединений меди и кобальта по методу Крупского и Александровой в модификации ЦИНАО

Soils. Determination of mobile compounds of copper and cobalt by Krupsky and Alexsndrova method modified by CINAO

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений меди и кобальта в черноземах, каштановых и других почвах степной, полупустынной и пустынной зон, в карбонатных почвах других зон.

Метод основан на извлечении подвижных соединений меди и кобальта из почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 и последующем определении атомно-абсорбционным или фотометрическим методом: меди — с диэтилдитиокарбаматом свинца, кобальта — с 1-(2-пиридилазо)-2-нафталом.

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 61—75 (СТ СЭВ 5375—85) Кислота уксусная. 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

ГОСТ 2603—79 (СТ СЭВ 4275—83) Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 (СТ СЭВ 4276—83) Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3760—79 (СТ СЭВ 3858—82) Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4236—77 Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 (СТ СЭВ 1754—79) Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. 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 18270—72 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20288—74 (СТ СЭВ 4804—84) Углерод четыреххлористый. Технические условия

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 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Часть 2. Бюретки без 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 ИП-2.

Фотоэлектроколориметр с основной погрешностью не более ±1 % по шкале пропускания.

Атомно-абсорбционный спектрометр марки С-115.

Лампы с полым катодом для определения меди и кобальта марки ЛТ-2.

Компрессор воздушный мембранный с производительностью не менее 20 $дм^3$/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 $мин^{-1}$.

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,1 pH.

Аппарат для бидистилляции воды марки БД-2.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

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

Кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями вместимостью 200 $см^3$ или колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Дозатор или цилиндр мерный вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770 для отмеривания 150 $см^3$ экстрагирующего раствора.

Дозаторы или цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770 для отмеривания вытяжки и растворов сравнения в объемах 50 и 100 $см^3$.

Пипетки 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29169—91 и бюретка 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 29252—91 для отмеривания стандартных растворов.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пробирки с пришлифованными пробками вместимостью 5—10 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки делительные вместимостью 100, 250 и 2000 см³ по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные с белой лентой диаметром 15 см или бумага фильтровальная лабораторная марки ФНС по ГОСТ 12026. Фильтры, загрязненные медью или кобальтом, промывают горячей соляной кислотой, разбавленной дистиллированной водой 1:100, дважды заполняя ею фильтры, вложенные в воронки. Затем фильтры отмывают от кислоты бидистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге и высушивают на воздухе.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270, ос.ч. или по ГОСТ 61, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 24147, ос.ч. или по ГОСТ 3760, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., разбавленная водой 1:2 по объему или кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, ч.д.а.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч.д.а.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, х.ч. или ч.д.а.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, ч.д.а.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Спирт *изо*-пропиловый, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

Хлороформ по ГОСТ 20015, ч.д.а.

Натрий йоднокислый, раствор с массовой долей 0,2 % или водорода пероксид по ГОСТ 10929, х.ч.

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

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

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная.

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 медью и кобальтом. Дозаторы должны обеспечивать воспроизводимость отмериваемых объектов 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 пробоизмельчителе 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 различных мест, равномерно распределенных по всей поверхности.

5.2 Приготовление экстрагирующего раствора — ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8

Берут 108 см³ уксусной кислоты с массовой долей 98 %, разбавляют бидистиллированной водой до 600—700 см³, приливают 75 см³ аммиака с массовой долей 25 %, и перемешивают и доводят бидистиллированной водой до 1000 см³. Проверяют pH полученного раствора и в случае отклонения от pH 4,8 доводят до этого значения уксусной кислотой или аммиаком.

5.3. Приготовление раствора азотнокислого свинца

(0,486±0,001) г азотнокислого свинца растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды.

5.4 Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде

(0,664±0,001) г диэтилдитиокарбамата натрия помещают в делительную воронку вместимостью 2000 см³, приливают 1000 см³ четыреххлористого углерода, 100 см³ раствора азотнокислого свинца и встряхивают в течение 5 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода с растворенным в нем диэтилдитиокарбаматом свинца фильтруют через сухой бумажный фильтр, отмытый от следов меди, в сухую склянку из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.5 Приготовление раствора с массовой долей лимоннокислого натрия 10 %

(100,0±0,1) г лимоннокислого натрия растворяют в 900 см³

дистиллированной воды. При определении меди полученный раствор очищают от меди экстракцией раствором диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде. Для этого раствор помещают в делительную воронку вместимостью 2000 см³, приливают 10—20 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде, встряхивают в течение 2—3 мин и после разделения фаз отбрасывают нижний слой. Операцию повторяют до тех пор, пока органическая фаза станет совершенно бесцветной. Затем очищаемый раствор отмывают от диэтилдитиокарбамата свинца, встряхивая его с 10—15 см³ четыреххлористого углерода в течение 1—2 мин и отбрасывая органическую фазу. Промывку повторяют. Очищенный раствор фильтруют через бумажный фильтр, отмытый от следов меди. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.6 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 затем еще в течение 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 частички реактива стеклянной палочкой. Прозрачный раствор сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, а оставшиеся частички растворяют в новой порции растворителя и присоединяют к раствору в мерной колбе. После растворения всей навески реактива объем в колбе доводят до метки растворителем, раствор перемешивают и фильтруют. Раствор хранят не более 1 мес.

5.7 Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата натрия с массовой долей 0,5 %

(0,5±0,01) г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Раствор готовят в день проведения анализа.

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

(3,929±0,001) г 5-водной сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде, содержащей 1 см³ концентрированной серной

кислоты, и доводят объем раствора той же водой до 1000 см³ в мерной колбе. Раствор хранят не более 1 года.

5.9 Приготовление раствора меди 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 меди массовой концентрации 10 мкг/см³ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ раствора Б и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.11 Приготовление раствора меди массовой концентрации 4 мкг/см³ (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 2 см³ раствора Б и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.12 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 1 мг/см³ (раствор Д)

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

5.13 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 100 мкг/см³ (раствор Е)

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

5.14 Приготовление раствора кобальта массовой концентрации 2 мкг/см³ (раствор Ж)

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 1 см³ раствора Е и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.15 Приготовление раствора меди и кобальта массовой концентрации по 100 мкг/см³ (раствор З)

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

5.16 Приготовление раствора меди и кобальта массовой концентрации по 1 мкг/см³ (раствор И)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1 см³ раствора З и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.17 Приготовление растворов сравнения для определения меди фотометрическим методом

В мерные колбы вместимостью 100 см³ из бюретки вместимостью 5 см³ наливают указанные в таблице 1 объемы раствора Г и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора Г, см³	Массовая концентрация меди в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля меди в почве, млн⁻¹
1	0	0	0
2	0,5	0,02	0,2
3	1,0	0,04	0,4
4	2,0	0,08	0,8
5	3,0	0,12	1,2
6	4,0	0,16	1,6
7	5,0	0,20	2,0

5.18 Приготовление растворов сравнения для определения кобальта фотометрическим методом

В мерные колбы вместимостью 100 см³ из бюретки вместимостью 5 см³ наливают указанные в таблице 2 объемы раствора Ж и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Ж, см³	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля кобальта в почве, млн⁻¹
1	0	0	0
2	0,5	0,01	0,1
3	1,0	0,02	0,2
4	2,0	0,04	0,4
5	3,0	0,06	0,6
6	4,0	0,08	0,8
7	5,0	0,10	1,0

5.19 Приготовление растворов сравнения для прямого атомно-абсорбционного определения меди

В мерные колбы вместимостью 50 см³ из бюретки вместимостью 5 см³ наливают указанные в таблице 3 объемы раствора В и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора В, см³	Массовая концентрация меди в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля меди в почве, млн⁻¹
1	0	0	0
2	0,5	0,1	1
3	1,0	0,2	2
4	2,0	0,4	4
5	3,0	0,6	6
6	4,0	0,8	8
7	5,0	1,0	10

5.20 Приготовление растворов сравнения для экстракционно-атомно-абсорбционного определения меди и кобальта

В мерные колбы вместимостью 100 см³ из бюретки вместимостью 10 см³ наливают указанные в таблице 4 объемы раствора И и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа. Первый и последний растворы сравнения, необходимые для периодической проверки градуировки прибора, готовят в нескольких повторениях.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора И, см³	Массовая концентрация элемента в растворе сравнения, мкг/см³		Массовая доля элемента в почве, млн⁻¹	
		меди	кобальта	меди	кобальта
1	0	0	0	0	0
2	1,0	0,010	0,010	0,10	0,10
3	2,5	0,025	0,025	0,25	0,25
4	5,0	0,050	0,050	0,50	0,50
5	7,5	0,075	0,075	0,75	0,75
6	10,5	0,100	0,100	1,00	1,00

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Приготовление почвенной вытяжки

Навески почвы массой (15,0±0,1) г помещают в технологические емкости и приливают к ним по 150 см³ экстрагирующего раст-

вора Температура экстрагирующего раствора должна быть (20±1) °С. Суспензии карбонатных почв выдерживают в открытых емкостях, периодически перемешивая вручную, до прекращения бурного выделения углекислого газа. Затем 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 пробами, добавляя то же количество тех же реактивов, что и в пробы.

6.2 Фотометрическое определение меди в почвенной вытяжке

В делительные воронки вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения, приливают по 5 см³ раствора лимоннокислого натрия, по 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде и встряхивают воронки в течение 2 мин.

Допускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью 100 см³ с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз сливают нижний слой четыреххлористого углерода в кювету спектроколориметра с просвечиваемым слоем толщиной 10—20 мм и фотометрируют относительно четыреххлористого углерода при длине волны 436 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания 420—450 нм.

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

6.3 Фотометрическое определение кобальта в почвенной вытяжке

В делительные воронки вместимостью 250 см³ помещают по 50 см³ вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения,

приливают по 1 см³ раствора йоднокислого натрия или пероксида водорода, по 5 см³ лимоннокислого натрия и по 5 см³ раствора ПАН. Через 15 мин в делительные воронки приливают по 5 см³ разбавленной 1:2 серной кислоты и растворы тщательно перемешивают. Затем приливают по 5 см³ хлороформа и встряхивают воронки в течение 1 мин.

Допускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью не менее 250 см³ с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз нижний слой сливают в кювету спектроколориметра с просвечиваемым слоем толщиной 10—30 мм. Мутные экстракты перед фотометрированием 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.

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

6.4 Прямое атомно-абсорбционное определение меди в вытяжке из почвы

Медь определяют по поглощению резонансной линии 324,7 нм, используя для атомизации окислительное 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.

При стабилизировавшемся режиме работы прибора распыляют в пламя первый раствор сравнения, не содержащий медь, и устанавливают начальное значение шкалы. Затем распыляют в пламя последний раствор сравнения и устанавливают расширение шкалы. Снова распыляют первый раствор сравнения и корректируют установку начального значения шкалы. Затем распыляют в пламя остальные растворы сравнения, в порядке возрастания в них концентрации меди, контрольный раствор и почвенные вытяжки, регистрируя соответствующие им показания измерительного прибора.

Для промывки распылителя и горелки после каждого измерения в пламя распыляют дистиллированную воду. После каждых десяти измерений проверяют градуировку прибора по первому и последнему растворам сравнения. Если при проверке обнаруживаются изменения показаний прибора более чем на 3 %, прибор градуируют снова и измерения повторяют.

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

Допускается расширение диапазона измеряемых концентраций до 20 мкг/см^3. Дополнительные растворы сравнения готовят с таким расчетом, чтобы перекрывался весь диапазон концентрации меди в вытяжках.

6.5 Экстракционно-атомно-абсорбционное определение меди и кобальта в почвенной вытяжке

В делительные воронки или мерные колбы с пришлифованными пробками вместимостью 250 см^3 помещают по 100 см^3 вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения, приливают к ним по 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, по 5 см^3 бутилового или *изо*-амилового эфира уксусной кислоты и встряхивают емкость 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 пришлифованными 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 медь определяют по поглощению резонансной линии 324,7 нм, кобальт—240,7 нм, используя для атомизации пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. 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. Изменения проводят по 6.4 с той разницей, что для промывки распылителя и горелки в пламя распыляют эфир, а не дистиллированную воду.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По данным, полученным для растворов сравнения, строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концент-

рации меди (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 меди (кобальта) в вытяжках из почв и контрольном растворе в пересчете на массовую долю в почве.

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

$$X = Kc - c_1,$$

где K — коэффициент, учитывающий разбавление вытяжки (при анализе неразбавленной вытяжки $K=1$, разбавленной в пять раз $K=5$ и т. д.);

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

c_1 — массовая концентрация меди (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 второго десятичного знака.

8 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль правильности результатов анализа основан на анализе Государственных стандартных образцов (ГСО), аттестованных по ГОСТ 8.315, 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 5 (внешний контроль).

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 5 (внутрилабораторный 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.

Таблица 5 — Нормативы контроля точности результатов анализа ($P = 0,95$)

Контроль	Массовая доля меди, млн$^{-1}$				Массовая доля кобальта, млн$^{-1}$			
	до 0,15	св. 0,15	до 0,15	св. 0,15	до 0,2	св. 0,2	до 0,2	св. 0,2
	Допускаемые отклонения от аттестованного значения стандартного образца, %		Допускаемые отклонения от среднего арифметического при выборочном контроле воспроизводимости результатов, %		Допускаемые отклонения от аттестованного значения стандартного образца, %		Допускаемые отклонения от среднего арифметического при выборочном контроле воспроизводимости результатов, %	
Внутрилабораторный	50	30	35	20	40	20	30	15
Внешний	50	40	—	—	55	40	—	—

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 5 (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 6.

Таблица 6

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 6, 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 ОКСТУ 9709

Ключевые слова: почвы, методы определения, медь, кобальт, подвижные соединения, метод Крупского и Александровой, фотометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. Ю. Гебрук*

Сдано в наб. 27.07.94. Подп. в печ. 28.09.94. *Усл. п. л.* 1,16. Усл. кр.-отт. 1,16. Уч.-изд. л. 1,16.
Тираж 401 экз. С 1577

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1471

gost.e-ecolog.ru