ГОСТ Р 50687—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

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

Издание официальное

БЗ 12—92/1209

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 кобальта по методу Пейве и Ринькиса в модификации ЦИНАО

Soils. Determination of mobile compounds of cobalt by Peive and Rinkis method modified by CINAO

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 $c(HNO_3) = 1$ моль/дм^3 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 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) сернокислый 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 ±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.

Стекла часовые.

Пробирки с прошлифованными пробками вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770.

Воронки делительные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные 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 отмериваемых 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 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 разных мест, равномерно распределенных по всей поверхности.

5.2 Приготовление экстрагирующего раствора — раствора азотной кислоты концентрации $c(HNO_3) = 1$ моль/дм^3 (1 н.)

Азотную кислоту смешивают с водой из расчета 57,2 см^3 азотной кислоты (ρ 1,40 г/см^3) на 1000 см^3 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 см^3 *изо*-пропилового или этилового спирта. После охлаждения раствор фильтруют через бумажный фильтр. Затем к подогретому до 60 °С фильтрату приливают 1 дм^3 воды той же температуры и оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают три раза 10—20 см^3 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

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 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, см³	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля кобальта в почве (млн$^{-1}$) 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, см³	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля кобальта в почве (млн$^{-1}$) 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±0,1) г или органогенной почвы массой (2,5±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 пробами, добавляя то же количество тех же реактивов, что и в пробы.

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 кюветах 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 пришлифованными 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 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 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

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

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

gost.e-ecolog.ru