ГОСТ Р 50688—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ БОРА ПО МЕТОДУ БЕРГЕРА И ТРУОГА В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

Издание официальное

БЗ 12—92/1211

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 бора по методу Бергера и Труога в модификации ЦИНАО

Soils. Determination of mobile compounds of boron by Berger and Truog method modified by CINAO

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений бора в почвах.

Метод основан на извлечении подвижных соединений бора из почвы горячей водой, содержащей сернокислый магний, и последующем определении бора фотометрическим методом с хинализарином или азометином Аш.

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 200—76 Натрий фосфорноватистокислый 1-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.

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 4204—77 (СТ СЭВ 3856—82) Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин -N, N, N^1, N^1-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 10929 76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908—80 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 22169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 28168—89 Пробы. 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.

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

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

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры 600 °С с погрешностью не более 25 °С.

Плитка электрическая с регулятором нагрева.

Баня водяная.

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.

Кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями вместимостью 200 $см^3$ или колбы конические вместимостью не менее 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы вместимостью 50—100 $см^3$ из кварца по ГОСТ 19908 или из химически стойкого стекла по ГОСТ 25336, или другие емкости из безборного материала той же вместимости.

Колбы конические вместимостью 200—250 $см^3$ из кварца по ГОСТ 19908 или химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 для кипячения суспензии.

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые высокие № 3 по ГОСТ 9147.

Дозатор или цилиндр мерный вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770 для отмеривания 50 $см^3$ экстрагирующего раствора.

Дозаторы или пипетки 2-го класса точности вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 22169 для отмеривания вытяжки и растворов сравнения в объемах 1, 5 и 10 $см^3$.

Дозаторы или бюретки 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 50 $см^3$ по ГОСТ 29252 для отмеривания стандартных растворов и растворов реактивов.

Дозаторы агрессивных жидкостей или пипетки 2-го класса точности вместимостью 1, 2 и 10 $см^3$ по ГОСТ 22169 с резиновой грушей для отмеривания азотной и серной кислот, пероксида водорода, окисляющего раствора и раствора хинализарина в объемах 0,5; 1; 2 и 9 $см^3$.

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

Пробирки вместимостью 10 $см^3$ из химически стойкого стекла с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336

Штатив для пробирок.

Фильтры обеззоленные с синей лентой диаметром 15 см³ или бумага фильтровальная лабораторная марки ФНС по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1,0—10,0.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а., $\rho = 1{,}84$ г/см³ и разбавленная водой 1:2, 1:4 и 1:5 по объему и раствор массовой концентрации 1 моль/дм³ (1 н.)

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 0,1 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 10 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч. или ч. д. а.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч. или ч. д. а.

Этилендиамин-N, N, N^1, N^1-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч. д. а.

Альдегид салициловый, ч. д. а.

Аш-кислоты мононатриевая соль (1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты мононатриевая соль, 1,5-водная), ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а раствор с массовой долей 10 %.

Хинализарин (1, 2, 5, 8-тетраоксиантрахинон), ч. д. а.

Кальций фосфорноватистокислый (гипофосфит кальция) ч. д. а. или натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200, ч. д. а.

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, фильтрозальные установки), должно быть изготовлено из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором. 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 запасного раствора хинализарина

(0,150±0,001) г хинализарина растворяют в серной кислоте (ρ=1,84 г/см^3) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из безборного стекла с притертой пробкой в темном месте до 1 года.

5.3 Приготовление рабочего раствора хинализарина

10 см^3 запасного раствора хинализарина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки серной кислотой (ρ=1,84 г/см^3). Раствор хранят в склянке из безборного стекла с притертой пробкой в темном месте не более 2 мес.

5.4 Приготовление раствора фосфорноватистокислого кальция (натрия) с массовой долей 10 %

(10,0±0,01) г фосфорноватистокислого кальция (натрия) растворяют в 85 см^3 воды и прибавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

5.5 Синтез азометина Аш

(18,0±0,01) г мононатриевой соли Аш-кислоты растворяют при нагревании до 45—50 °С в 1 дм^3 воды и фильтруют раствор через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 2—3 дм^3. Раствор в колбе нейтрализуют раствором гидроокиси калия до pH 7 по универсальной индикаторной бумаге. Прибавляют по каплям соляную кислоту, непрерывно перемешивая раст-

вор, до получения pH 2—3. Затем небольшими порциями (3—5 см³) прибавляют 20 см³ салицилальдегида, колбу с раствором помещают на водяную баню, нагретую до 60—65 °С, и выдерживают при этой температуре в течение 15—20 мин, периодически перемешивая раствор вручную круговым движением. Затем колбу с теплым раствором помещают на механический взбалтыватель и взбалтывают раствор в течение 1 ч. Колбу с раствором оставляют на ночь при комнатной температуре для полного выделения азометина Аш. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают пять раз этиловым спиртом по 20—25 см³ и высушивают при температуре 100—110 °С в течение 3 ч. Полученный продукт оранжевого цвета хранят в склянке с притертой пробкой до 1 года.

5.6 Приготовление раствора азометина Аш с массовой долей 0,9 %

(0,90±0,01) г азометина Аш и (2,0±0,1) г аскорбиновой кислоты растворяют в воде при нагревании на водяной бане. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. Хранят раствор в холодильнике не более 2 недель. Если при хранении раствор мутнеет, то перед анализом его подогревают на водяной бане до просветления.

5.7 Приготовление буферного маскирующего раствора с pH 5,2

(500,0±0,1) г уксуснокислого аммония и (10,0±0,1) г трилона Б растворяют в воде и доводят объем до 1 дм³. К полученному раствору приливают серную кислоту, разбавленную 1:4, до pH (5,2±0,2).

5.8 Приготовление буферного маскирующего раствора с pH 6,0

(500,0±0,1) г уксуснокислого аммония и (10,0±0,1) г трилона Б растворяют в воде и доводят объем до 1 дм³. К полученному раствору приливают серную кислоту, разбавленную 1:2, до pH (6,0±0,2).

5.9 Приготовление смешанного окрашивающего раствора

Смешивают раствор азометина Аш и буферный маскирующий раствор с pH 5,2 (для анализа минеральных почв) или с pH 6,0 (для анализа органогенных почв) в отношении 1:1. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.10 Приготовление окисляющего раствора для анализа минеральных почв

Смешивают серную кислоту, разбавленную 1:5, и раствор марганцовокислого калия с массовой долей 1 % в отношении 1:1. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.11 Приготовление окисляющего раствора для анализа органолептических

Смешивают серную кислоту, разбавленную 1:2, и раствор марганцовокислого калия с массовой долей 3 % в отношении 3:7. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.12 Приготовление раствора бора массовой концентрации 1 мг/см³ (раствор А)

(5,720±0,001) г борной кислоты растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000 см³ в мерной колбе. Раствор хранят не более 1 года.

5.13 Приготовление раствора бора массовой концентрации 10 мкг/см³ (раствор Б)

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

5.14 Приготовление раствора бора массовой концентрации 10 мкг/см³ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ **раствора Б и доливают до метки раствором сернокислого магния** с массовой долей 0,1 %. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.15 Приготовление растворов сравнения для определения бора с хинализарином

В мерные колбы вместимостью 50 см³ из бюретки наливают указанные в таблице 1 объемы раствора Б, доливают до метки водой при анализе минеральных почв или раствором серной кислоты массовой концентрации 1 моль/см³ при анализе органогенных почв.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см³	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля бора в почве при отношении почвы к раствору	
			1:5	1:10
1	0	0	0	0
2	0,25	0,5	0,25	0,5
3	0,5	1,0	0,5	1,0
4	1,0	2,0	1,0	2,0
5	2,0	4,0	2,0	4,0
6	3,0	6,0	3,0	6,0
7	4,0	8,0	4,0	8,0

5.16 Приготовление растворов сравнения для определения бора с азометином Аш

В мерные колбы вместимостью 50 см³ из бюретки наливают

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора В, см³	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля бора в почве при отношении почвы к раствору	
			1:5	1:10
1	0	0	0	0
2	0,5	0,1	0,5	1,0
3	1,0	0,2	1,0	2,0
4	2,3	0,4	2,0	4,0
5	4,0	0,8	4,0	8,0
6	6,0	1,2	6,0	12,0
7	8,0	1,6	8,0	16,0
8	10,0	2,0	10,0	20,0

указанные в таблице 2 объемы раствора В и доливают до метки раствором сернокислого магния с массовой долей 0,1 %.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Приготовление почвенной вытяжки

Навески минеральной почвы массой (10,0±0,1) г или органогенной почвы массой (5,0±0,1) г помещают в конические колбы и приливают к ним по 50 см³ раствора сернокислого магния с массовой долей 0,1 %. Закрывают колбы лабораторными воронками или полыми стеклянными пробками и кипятят суспензии на электрической плитке в течение 5 мин с момента закипания, не допуская бурного кипения. После завершения кипячения суспензии перемешивают и фильтруют в горячем состоянии 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 загрязнения 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 Определение бора с хинализарином в вытяжке из минеральной почвы

В стаканы помещают по 10 см³ почвенных вытяжек, контрольного раствора, приливают по 2 см³ пероксида водорода и выдерживают стаканы на водяной бане, нагретой до 60—70 °С, в течение 1—2 мин. Затем прибавляют по две капли раствора гидроокиси натрия и продолжают нагревать стаканы при этой же температуре еще 10 мин. Затем повышают температуру водяной бани

до 100 °С и выпаривают содержимое стаканов досуха. В стаканы приливают по 1 см³ гипофосфита кальция (натрия) и растворяют сухие остатки. Одновременно в сухие пробирки помещают по 1 см³ растворов сравнения. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают по 9 см³ рабочего раствора хинализарина, содержимое стаканов и пробирок тщательно перемешивают. Из стаканов растворы переносят в сухие пробирки. Пробирки закрывают пробками и оставляют на 30 мин в темном месте при комнатной температуре. Через 30 мин растворы фотометрируют в кювете с просвечиваемым слоем толщиной 20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор, при длине волны 620 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 590—625 нм.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности последнего раствора сравнения или ниже значения второго раствора сравнения, повторяют определение, уменьшив или увеличив соответственно объем вытяжки.

6.3 Определение бора с хинализарином в вытяжке из органогенной почвы

В фарфоровые тигли помещают по 10 см³ почвенных вытяжек контрольного раствора, приливают по 1 капле раствора гидроокиси натрия и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 2 ч. После охлаждения в тигли приливают по 1 см³ раствора серной кислоты массовой концентрации 1 моль/дм³ и растворяют сухие остатки. Одновременно в сухие пробирки помещают по 1 см³ растворов сравнения. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают по 9 см³ рабочего раствора хинализарина и содержимое тиглей и пробирок тщательно перемешивают. Затем из тиглей растворы переносят в пробирки. Пробирки с анализируемыми растворами и растворами сравнения закрывают пробками и оставляют на 30 мин в темном месте. Далее анализ проводят по 6.2.

6.4 Определение бора с азометином Аш в вытяжке из минеральной почвы

В сухие пробирки, установленные в штатив, помещают по 5 см³ почвенных вытяжек контрольного раствора и растворов сравнения. Приливают по 0,5 см³ окисляющего раствора, приготовленного по 5.10. Штатив с пробирками погружают в кипящую водяную баню и выдерживают в ней в течение 10 мин. Уровень воды в бане должен быть выше уровня содержимого пробирок. Через 10 мин штатив с пробирками вынимают из водяной бани и охлаждают растворы до комнатной температуры. Затем прили-

вают по 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 10 % и перемешивают содержимое пробирок до растворения осадка двуокиси марганца. К прозрачным растворам приливают по 4 см³ смешанного окрашивающего раствора, приготовленного по 5.9, и оставляют растворы на 2 ч. Затем растворы фотометрируют в кюветах с просвечиваемым слоем толщиной 10—20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор, при длине волны 420 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 400—440 нм.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности последнего раствора сравнения, вытяжку разбавляют раствором сернокислого магния с массовой долей 0,1 % и повторяют определение.

6.5 Определение бора с азометином Аш в вытяжке из органогенной почвы

В сухие пробирки, установленные в штатив, помещают по 5 см³ почвенных вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения. Приливают по 1 см³ окисляющего раствора, приготовленного по 5.11. Штатив с пробирками погружают в кипящую водяную баню и выдерживают в ней в течение 15 мин. Уровень воды в бане должен быть выше уровня содержимого пробирок. Через 15 мин штатив с пробирками вынимают из водяной бани и охлаждают растворы до комнатной температуры. Затем приливают по 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 10 % и перемешивают содержимое пробирок до растворения осадка двуокиси марганца. К прозрачным растворам приливают по 4 см³ смешанного окрашивающего раствора, приготовленного по 5.9, и оставляют на 2 ч. Далее анализ проводят по 6.4.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации бора 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 бора в вытяжках из почв и контрольном растворе в пересчете на массовую долю в почве.

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

$$X = Kc - c_1,$$

где K — коэффициент, учитывающий разбавление или уменьшение объема вытяжки (при анализе неразбавленной вытяжки и использовании указанного объема вытяжки $K = 1$,

при разбавлении или уменьшении объема вытяжки в пять раз $K=5$ и т. д.;

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

c_1 — массовая концентрация бора 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—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 бора, млн$^{-1}$			
	до 0,5	св. 0,5	до 0,5	св. 0,5
	Допускаемые отклонения от аттестованного значения стандартного образца, %		Допускаемые отклонения от среднего арифметического при выборочном контроле воспроизводимости результатов, %	
Внутрилабораторный	40	30	30	20
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 бесповторого анализа стандартных образцов не должны отличаться от аттестованных значений более чем на величину отклонений, указанных в таблице 3 (внутрилабораторный анализ). Если это требование не выполняется, ре-

зультаты 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, бор, подвижные соединения, метод Бергера и Труога, фотометрические методы с хинализарином и азометином Аш

ОКСТУ 9709

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

Сдано в набор 27.07.94. Подп. в печ. 19.09.94. Усл. печ. л. 0,93. Усл. кр. отт. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тир. 388 экз. С 1648.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1475

gost.e-ecolog.ru