С С С Р

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение кобальта в растениях и кормах растительного происхождения

ОСТ 10.155-88

Издание официальное

Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.086:546.73.06 Группа С19

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА Определение кобальта в растениях и кормах растительного происхождения

ОСТ 10.155-88

ОКСТУ 9296

Срок действия с 01.01.89
до 31.12.90

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрические методы определения кобальта в растениях и кормах растительного происхождения при агрохимическом обслуживании сельскохозяйственного производства.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб кормов растительного происхождения - по ГОСТ 27262-87, ГОСТ 13586.3-83, ГОСТ 13979.0-86, ГОСТ 7194-81, ГОСТ 1721-85, ГОСТ 1722-85, растительных проб с полевых опытов - по ОСТ 10 106-87.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

2. Сущность метода

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения

свободными атомами кобальта, образующимися в пламени при введении в него нитрозо-нафтолата кобальта, экстрагированного изо-амилацетатом из растворов золы растительных материалов и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

2.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озоления применяют:

весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5^{0}С;

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

мельницу лабораторную МРП-2;

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

ступку фарфоровую с пестиком;

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

печь муфельную по ГОСТ 13474-79;

щипцы для тиглей муфельные;

баню водяную или плитку электрическую с регулятором нагрева;

тигли или чашки фарфоровые вместимостью 30 или 50 $см^3$ по ГОСТ 9147-80;

стекла часовые;

палочки стеклянные оплавленные;

воронки стеклянные лабораторные диаметром 56 или 75 мм по ГОСТ 25336-82;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не

более 2% или пипетку 2-го класса точности вместимостью 2 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования азотной кислоты в объеме 2 $см^3$;

фильтры обеззоленные, белая лента диаметром 5,5 или 7,0 см или бумагу фильтровальную лабораторную марки ФС по ГОСТ 12026-76;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+1 и 1+7 по объему;

кислоту азотную по ГОСТ 4461-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+1 по объему;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

2.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:

весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

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

лампу с полым катодом для определения кобальта ЛСП-1;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75 или пропан-бутан бытовой в баллоне;

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

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их кобальтом, или цилиндр мерный вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 1770-74 и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования реактивов в объемах 2, 5, 10, 25 $см^3$;

колбы мерные 2-го класса точности с притертыми пробками вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ и пипетки 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

воронки делительные вместимостью 200 или 250 $см^3$ по ГОСТ 25336-82;

пробирки со шлифом вместимостью 5-I0 $см^3$ по ГОСТ 25336-82;

кислоту соляную по ГОСТ 3II8-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой I+40 по объему;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ I0929-76, х.ч. или ч.д.а.;

кобальт (II) сернокислый, 7-водный по ГОСТ 4462-78, х.ч.;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ I99-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ I8300-87;

2-нитрозо-I-нафтол, ч.д.а., спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

изо-амиловый эфир уксусной кислоты, изо-амилацетат, ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.I. Подготовка растительного материала

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной I-3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной 0,8 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее I00 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60-65°С до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабора-

торной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленную к анализу пробу хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте.

2.3.2. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта I мг/см^3 (раствор А).

4,769 г сернокислого кобальта ($CoSO_4.H_2O$) растворяют в дистиллированной воде, доливают дистиллированной водой до 1000 см^3 в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более I года.

2.3.3. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см^3 (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора А, доливают до метки разбавленной I+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

2.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта I мкг/см^3 (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают I см^3 раствора Б, доливают до метки разбавленной I+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

2.3.5. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 из бюретки наливают указанные в табл. I объемы раствора В, доливают до метки разбавленной I+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы готовят в день проведения анализа и используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрометра.

Первый и шестой растворы сравнения, необходимые для периодической проверки градуировочной характеристики спектрометра, готовят

в нескольких (в зависимости от объема партии образцов) повторениях.

Таблица I

Номер раствора сравнения	Объем раствора B, $см^3$	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, $мкг/см^3$	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$ (мг/кг)
I	0	0	0
2	I	0,02	0,I
3	2	0,04	0,2
4	3	0,06	0,3
5	4	0,08	0,4
6	5	0,I0	0,5

2.3.6. Приготовление маскирующего раствора

Смешивают 400 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия с массовой долей 40%, 400 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 40%, 40 $см^3$ перекиси водорода и доливают дистиллированной водой до I000 $см^3$. Раствор готовят в день проведения анализа.

2.4. Проведение анализа

2.4.I. Озоление растительного материала и растворение золы

В тиглях или чашках взвешивают с погрешностью не более 0,I г навески растительных материалов массой по I0 г. Тигли ставят в холодную муфельную печь, повышают температуру до 250–300°С и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°С и выдерживают пробы при этой температуре в течение 3 ч. После охлаждения золу смачивают дистиллированной водой, приливают дозатором или пипеткой с резиновой грушей по 2 $см^3$ разбавленной I+I азотной кислоты и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Приставшие к палочке частицы смывают в тигель дистиллированной водой. На кипящей водяной бане или электрической плитке содержимое

тиглей упаривают досуха, ставят тигли в холодную муфельную печь, повышают температуру до (525±25)°С и выдерживают при этой температуре в течение 15 мин. При наличии в остатке угля обработку азотной кислотой с последующим прокаливанием повторяют.

К охлажденной золе дозатором или из бюретки приливают по 5 см³ разбавленной 1+1 соляной кислоты и упаривают досуха на кипящей водяной бане или электрической плитке, не допуская разбрызгивания и прокаливания остатка. К сухим остаткам дозатором или из бюретки приливают по 10 см³ разбавленной 1+7 соляной кислоты, накрывают тигли часовыми стеклами и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Полученные растворы фильтруют через бумажные фильтры в мерные колбы вместимостью 50 см³ или другие технологические емкости, на которых отмечен объем 50 см³. Обмывают тигли и фильтры небольшими порциями дистиллированной воды, доливают растворы до меток дистиллированной водой и перемешивают.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия навески растительного материала.

2.4.2. Определение кобальта в растворе золы

2.4.2.1. Растворы золы и растворы сравнения, приготовленные по п. 2.3.5, переливают в делительные воронки. Дозаторами или из бюретки приливают по 25 см³ маскирующего раствора и по 2 см³ раствора 2-нитрозо-1-нафтола, тщательно перемешивая содержимое воронок после прибавления каждого реактива. Через 1,5 ч дозатором или из бюретки приливают по 2 см³ изо-амилового эфира уксусной кислоты и встряхивают воронки в течение 1 мин. После разделения фаз нижний водный слой сливают и отбрасывают, а экстракты собирают в сухие пробирки с притертыми пробками.

Допускается проведение экстракции в других герметично закр

вающихся технологических емкостях вместимостью 200-250 $см^3$ с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

Все работы с эфиром должны проводиться в вытяжном шкафу.

2.4.2.2. В экстрактах кобальт определяют по аналитической линии 240,7 нм, используя воздушно-ацетиленовое или воздушно-пропан-бутановое пламя. Ширину щели монохроматора, ток, питающий лампу с полым катодом, устанавливают в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к прибору и лампе. Наконечник горелки устанавливают параллельно лучу лампы с полым катодом. Расход горючего газа и воздуха регулируют таким образом, чтобы при распылении изо-амилового эфира уксусной кислоты пламя имело четко очерченный внутренний конус и не гасло при прекращении поступления эфира.

2.4.2.3. Градуировку приборов, позволяющих считывать результаты в единицах пропускания или оптической плотности, проводят по серии экстрактов из растворов сравнения. При стабилизировавшемся режиме работы прибора в пламя вводят экстракт из первого раствора сравнения, не содержащего кобальт, и устанавливают начало отсчета (100% пропускания или нулевое значение оптической плотности). Затем вводят в пламя экстракт из шестого раствора сравнения с максимальной концентрацией кобальта и с помощью соответствующих регулировок устанавливают размах шкалы, обеспечивающий наибольшую точность считывания результатов измерения. Снова вводят экстракт из первого раствора сравнения, проверяют и, если это требуется, корректируют установку начала отсчета. Затем вводят в пламя экстракты из остальных растворов сравнения в порядке возрастания в них концентрации кобальта и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора по шкале пропускания или равномерной шкале оптической плотности. При введении экстракта в пламя необходимо следить за глубиной погружения капилляра в раствор. Не следует погружать капилляр до дна пробирки, где часто образуется капля воды,

засасывание которой нарушает режим горения пламени.

2.4.2.4. Приборы, имеющие цифровые преобразователи измеряемого сигнала в значение концентрации градуируют по экстрактам из двух растворов сравнения: первого и шестого. Установив начало отсчета (нулевое значение концентрации) по экстракту из первого раствора сравнения, в пламя вводят экстракт из шестого раствора сравнения и добиваются положения, когда величина отсчета равна соответствующему этому раствору значению массовой доли кобальта в растительном материале - 0,50 млн$^{-1}$. Попеременно вводя в пламя экстракты из первого и шестого растворов сравнения, добиваются точной установки указанных значений.

2.4.2.5. Отградуировав прибор по экстрактам из растворов сравнения, в пламя вводят экстракты из растворов золы, регистрируя соответствующие им показания измерительного прибора. Одновременно проводят контрольный опыт. Через каждые десять измерений в пламя вводят экстракты из первого и шестого растворов сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке обнаруживаются отклонения показаний прибора, вызывающие погрешность измерений более, чем на 5%, градуировку прибора корректируют или повторяют и последние десять экстрактов из растворов золы анализируют снова.

Если показание прибора для экстракта из раствора золы превышает показание для экстракта из шестого раствора сравнения, анализ повторяют, взяв меньшую навеску растительного материала.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. При работе в режиме пропускания или оптической плотности по данным, полученным для экстрактов из растворов сравнения, строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые

доли в растительном материале в млн$^{-I}$ (мг/кг), указанные в табл. I, а по оси ординат - соответствующие им показания измерительного прибора. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн$^{-I}$(мг/кг)

2.5.2. При работе в режиме "концентрация" благодаря линейной зависимости показаний прибора от массовой концентрации кобальта в экстракте в используемом диапазоне концентраций полученный отсчет равен массовой концентрации кобальта в анализируемом растворе в пересчете на массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале в млн$^{-I}$ (мг/кг).

2.5.3. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале (X) в млн$^{-I}$ вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_I),$$

где K - коэффициент, учитывающий уменьшение массы навески растительного материала; при использовании указанной массы навески K=I, уменьшенной в 2 раза - 2 и т.д.;

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

C_I - среднее арифметическое значений массовой концентрации кобальта, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн$^{-I}$.

Значение результата контрольного опыта не должно превышать I/3 от массовой доли кобальта в растительном материале.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускается проведение анализа без параллельных определений

при наличии стандартных образцов для контроля и достаточной точности контрольных анализов при проведении внешнего и внутрилабораторного контроля. В этом случае выборочный контроль сходимости параллельных определений проводят в соответствии с утвержденными нормативно-техническими документами по внутрилабораторному контролю.

2.5.4. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 42% при массовой доле кобальта от 0,01 до 0,3 млн$^{-1}$ и 15% при массовой доле св. 0,3 до 2,0 млн$^{-1}$.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА С ПИРИДИЛАЗО-НАФТОЛОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения кобальта с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН), экстрагированного хлороформом из анализируемого раствора и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

3.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озоления - по п. 2.2.1.

3.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 610-640 нм и имеющий кюветы вместимостью 3-4 см^3 и толщиной просвечиваемого слоя 30 мм;

колбы мерные 2-го класса точности с притертыми пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770-74;

воронки делительные вместимостью 200 или 250 см^3 по ГОСТ 25336-82;

дозаторы агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 2% или бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 и цилиндр мерный вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770-74 для дозирования реактивов в объемах 5 и 70 $см^3$;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их кобальтом, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 1, 5 и 20 $см^3$;

пипетки 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 $см^3$ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+40 по объему;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+2 по объему;

1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН) - индикатор; для проведения анализа пригоден реактив, имеющий оранжево-красный цвет. Реактив темнокоричневого 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 $дм^3$ дистиллированной воды той же температуры и оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза 10-20 $см^3$ спирто-водной смеси (1+2) и сушат в течение двух часов при температуре 80°С и в течение еще двух часов при температуре 120°С.

спирт изо-пропиловый (пропанол-2), х.ч.;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 20%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

натрий иоднокислый (периодат натрия), ч.д.а., раствор с массовой долей 0,2% или водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929-76, х.ч. или ч.д.а.;

хлороформ;

кобальт (II) сернокислый, 7-водный по ГОСТ 4462-78, х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

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

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Подготовка растительного материала - по п. 2.3.1.

3.3.2. Приготовление раствора с массовой долей ПАН 0,2%

2,000 г ПАН помещают в стакан и растворяют в перегнанном этиловом спирте или ацетоне, разминая частички реактива стеклянной палочкой. Прозрачный раствор сливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, 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.

3.3.3. Приготовление маскирующего раствора

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

3.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 $мг/см^3$ (раствор А)

Готовят по п. 2.3.2.

3.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта I00 мкг/см^3 (раствор Б)

Готовят по п. 2.3.3.

3.3.6. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта I мкг/см^3 (раствор В)

Готовят по п. 2.3.4.

3.3.7. Приготовление растворов сравнения

Готовят по п. 2.3.5.

3.4. Проведение анализа

3.4.I. Озоление растительного материала и растворение золы - по п. 2.4.I.

3.4.2. Определение кобальта в растворе золы

Растворы золы и растворы сравнения, приготовленные по пп. 2.4.I. и 2.3.5, переливают в делительные воронки. Дозаторами или из бюреток приливают по I см^3 раствора периодата натрия или пергидроля, по 20 см^3 маскирующего раствора и 5 см^3 раствора ПАН, тщательно перемешивая содержимое делительных воронок после прибавления каждого реактива. Через I5 мин в делительные воронки дозатором или цилиндром приливают по 70 см^3 серной кислоты, разбавленной I+2, и перемешивают. Дозатором или из бюретки приливают по 5 см^3 хлороформа и встряхивают делительные воронки в течение I мин. Допускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью 200-250 см^3 с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз нижний слой сливают в кювету фотоэлектроколориметра или спектрофотометра с толщиной просвечиваемого слоя 30 мм. Мутные экстракты перед фотометрированием фильтруют. Фотометрируют экстракты относительно экстракта из первого раствора сравнения, не содержащего кобальт при длине волны 630 нм или используя

светофильтр с максимумом пропускания в области 610-640 нм. Одновременно проводят контрольный опыт. Все работы с хлороформом должны проводиться в вытяжном шкафу.

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

Если значение оптической плотности экстракта из раствора золы превышает значение оптической плотности экстракта из шестого раствора сравнения, анализ повторяют, уменьшив навеску растительного материала.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. По результатам фотометрирования экстрактов из растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-1}$ (мг/кг), указанные в табл. 1, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-1}$ (мг/кг).

3.5.2. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.5.2.

3.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 45% при массовой доле кобальта от 0,01 до 0,05 $млн^{-1}$, 35% - св. 0,05 до 0,10 $млн^{-1}$ и 23% - св. 0,10 $млн^{-1}$.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА С НИТРОЗО-Р-СОЛЬЮ

4.I. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью анализируемого раствора и растворов сравнения с известной концентрацией кобальта.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

4.2.I. Для подготовки проб к анализу и их озоления - по п. 2.2.I.

4.2.2. Для определения кобальта в растворе золы применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24I04-80;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 500-540 нм и имеющий кюветы вместимостью 8-I0 $см^3$ и толщиной просвечиваемого слоя 50 мм;

баню водяную или плитку электрическую с регулятором нагрева;

центрифугу;

стаканы из термостойкого стекла вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336-82;

стекла часовые;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50, I00 и I000 $см^3$ по ГОСТ I770-74;

пробирки градуированные со шлифом вместимостью I0 $см^3$ по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более I% или пипетку 2-го класса точности вместимостью I0 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования раствора в объеме 2 $см^3$;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их кобальтом, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 3 и 5 $см^3$;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+100 по объему;

кислоту азотную концентрированную по ГОСТ 4461-77, х.ч.;

нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553-75;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280-76, ч.д.а., раствор с массовой долей 20%;

натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а., раствор с массовой долей 40%;

кобальт (II) сернокислый, семиводный по ГОСТ 4462-78, х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

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

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Подготовка растительного материала - по п. 2.3.1.

4.3.2. Приготовление раствора с массовой долей нитрозо-Р-соли 0,1%

1,0 г нитрозо-Р-соли растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 $см^3$ в мерной колбе. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой не более 1 года.

4.3.3. Приготовление окрашивающего раствора

Смешивают растворы лимоннокислого натрия с массовой долей 20%, уксуснокислого натрия с массовой долей 40% и нитрозо-Р-соли с мас-

совой долей 0,1% в отношении 1:1:1. Раствор готовят в день проведения анализа.

4.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 мг/см^3 (раствор А)

Готовят по п. 2.3.2.

4.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см^3 (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора А, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1+100, и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

4.3.6. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 10 мкг/см^3 (раствор Д)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора Г, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1+100, и перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

4.3.7. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 из бюретки наливают указанные в табл. 2 объемы раствора Д, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1+100, и перемешивают. Растворы готовят в день проведения анализа и используют для градуировки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

Озоление растительного материала и растворение золы проводят по п. 2.4.1, но исключается операция доведения объема раствора золы до метки после фильтрования.

4.4.2. Определение кобальта в растворе золы

Растворы золы, приготовленные по п. 4.4.1, переливают в стаканы и выпаривают досуха, не допуская пригорания остатка.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Д, $см^3$	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Массовая концентрация кобальта в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$ (мг/кг)
I	0	0	0
2	0,5	0,I	0,05
3	I	0,2	0,I
4	2	0,4	0,2
5	3	0,6	0,3
6	4	0,8	0,4
7	5	I,0	0,5

Дозатором или из бюретки приливают по 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной I+I00, и растворяют остатки при нагревании. Одновременно из растворов сравнения, приготовленных по п. 4.3.7, шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 5 $см^3$ и помещают в стаканы. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают дозатором или из бюретки по 3 $см^3$ окрашивающего раствора и перемешивают. Стаканы накрывают часовыми стеклами и кипятят растворы на электрической плитке в течение 2 мин или нагревают на кипящей водяной бане в течение I5 мин. Затем приливают пипеткой с резиновой грушей по 2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и растворы тщательно перемешивают. Переносят содержимое стаканов в градуированные пробирки, доливают дистиллированной водой до объема I0 $см^3$ и перемешивают. Мутные растворы фильтруют или центрифугируют при частоте вращения 3000-4000 $мин^{-1}$ в течение 5 мин. Фотометрируют растворы в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 50 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего кобальт при длине волны 520 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области

500–540 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности седьмого раствора сравнения, анализ повторяют, уменьшив навеску растительного материала.

4.5. Обработка результатов

4.5.I. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации кобальта в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-I}$ (мг/кг), указанные в табл. 2, а по оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в $млн^{-I}$ (мг/кг).

4.5.2. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.5.2.

4.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 46% при массовой доле кобальта от 0,05 до 0,I $млн^{-I}$, 28% – св. 0,I до 0,3 $млн^{-I}$ и I6% – св. 0,3 $млн^{-I}$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным агропромышленным комитетом СССР

   Зам председателя Г.А.Романенко

2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)

   С.Г.Самохвалов, канд. с.-х. наук (руководитель темы), А.А.Титова, канд. биол. наук, Н.А.Чеботарева, канд. биол. наук, А.А.Панова, О.В.Соболева, Г.Г.Аристархова, канд. биол. наук

3. ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства "Союзсельхозхимия"

4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН Центральным государственным фондом стандартов и технических условий за № 8419697 от 30.06.88 г.

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
1	2
ГОСТ 199-78	2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 1721-85	1
ГОСТ 1722-85	1
ГОСТ 1770-74	2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 2603-79	3.2.2
ГОСТ 3118-77	2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 4204-77	3.2.2
ГОСТ 4461-77	2.2.1, 4.2.2
ГОСТ 4462-78	2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 5457-75	2.2.2
ГОСТ 6709-72	2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2

I	2
ГОСТ 7I94-8I	I
ГОСТ 9I47-80	2.2.I
ГОСТ I0553-75	4.2.2
ГОСТ I0929-76	2.2.2, 3.2.2
ГОСТ I2026-76	2.2.I
ГОСТ I3474-79	2.2.I
ГОСТ I3586.3-83	I
ГОСТ I3979.0-86	I
ГОСТ I8300-87	2.2.2, 3.2.2
ГОСТ 20292-74	2.2.I, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 22280-76	2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 24I04-80	2.2.I, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 25336-82	2.2.I, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2
ГОСТ 27262-87	I
ОСТ I0 I06-87	I

Тир 500 Зак 1140

Типография ХОЗУ Минэнергома СССР

gost.e-ecolog.ru