ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53218— 2008

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Атомно-абсорбционный метод определения содержания тяжелых металлов

Издание официальное

БЗ 10—2008/362

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский, конструкторский и проектно-технологический институт органических удобрений и торфа» Российской академии сельскохозяйственных наук и Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии им. Д.Н. Прянишникова» Российской академии сельскохозяйственных наук

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв и грунтов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2008 г. № 712-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и рассмотрен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Диапазоны измерений массовой доли металла и значения характеристик погрешности измерений . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 3
6 Подготовка к проведению испытаний 4
7 Проведение испытаний 8
8 Обработка и оформление результатов 8
9 Контроль точности анализов 9
10 Требования техники безопасности 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Атомно-абсорбционный метод определения содержания тяжелых металлов

Organic fertilizers.
Atomic-absorption method for determination of heavy metals content

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды органических удобрений и торфа и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди, свинца, цинка, никеля, хрома и кадмия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4055—78 Реактивы. Никель (II) азотнокислый 6-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4456—75 Реактивы. Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Реактивы. Калий хромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5396—77 Торф. Методы отбора проб

Издание официальное

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 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11120—75 Реактивы. Кадмия оксид. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17644—83 Торф. Методы отбора проб из залежи и обработки их для лабораторных испытаний

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26712—94 Удобрения органические. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 26713—85 Удобрения органические. Метод определения влаги и сухого остатка

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетка с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на минерализации продукта способом сухого озоления и определении концентрации элемента в растворе минерализата методом пламенной атомной абсорбции.

4 Диапазоны измерений массовой доли металла и значения характеристик погрешности измерений

Диапазоны измерений массовой доли металла, значения и характеристики погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Металл	Диапазон измерения массовой доли металла, млн$^{-1}$ (мг/кг)	Граница относительной погрешности ± δ, %
Медь	От 0,1 до 10,0 включ. » 10,0 » 200,0	23 21
Цинк	От 1,0 до 200,0 включ.	21
Свинец, никель, хром	От 0,1 до 10,0 включ.	35
Кадмий	От 0,1 до 10,0 включ.	35

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

5.1 Для подготовки проб к анализу и их минерализации применяют:

- ножницы, нож;
- весы лабораторные высокого и среднего классов с точностью взвешивания ± 0,0002 г по ГОСТ 24104;
- печь муфельную, обеспечивающую поддержание температуры от 0 °С до 550 °С с погрешностью ± 25 °С;
- тигли фарфоровые вместимостью 30 или 50 см^3 по ГОСТ 9147;
- щипцы для тиглей муфельные;
- плитку электрическую с закрытой спиралью и регулятором нагрева по ГОСТ 14919;
- баню водяную;
- стекла часовые диаметром 5 см;
- палочки стеклянные лабораторные длиной 20 — 25 см по ГОСТ 25336;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- воронки стеклянные лабораторные диаметром 36 или 56 мм по ГОСТ 25336;
- бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29252;
- ареометры;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а., разбавленную дистиллированной водой 1:1 по объему;
- водорода пероксид 30 %-ный раствор по ГОСТ 10929, х. ч., ч. д. а., разбавленный дистиллированной водой 1:9 по объему;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, х. ч., ч. д. а., разбавленную дистиллированной водой 1:1 по объему;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- фенолфталеин.

5.2 Для определения содержания металлов в растворе золы применяют:

- весы лабораторные высокого класса с точностью взвешивания ± 0,0002 г по ГОСТ 24104;
- атомно-абсорбционный спектрофотометр типа С-115, АА8-3 или других аналогичных типов со спектральным диапазоном 190 — 800 нм;
- лампы с полым катодом для определения содержания меди, свинца, цинка, кадмия, никеля и хрома;
- компрессор диафрагменный воздушный мембранный производительностью не менее 20 см^3/мин при давлении не менее 300 кПа;
- колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
- тигли, чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- бюретки 2-го класса точности вместимостью 10, 25 и 50 см^3 по ГОСТ 29252;
- пипетки 2-го класса точности вместимостью 5 и 10 см^3 по ГОСТ 29228;
- пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169;
- дозаторы вместимостью 10 и 50 см^3 с погрешностью дозирования не более 2 %, устойчивые к действию агрессивных жидкостей;
- стаканы химические вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336;
- ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, х. ч., ч. д. а;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, х. ч., ч. д. а;
- кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61;
- калий хромовокислый по ГОСТ 4459;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220;
- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а;
- медь сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165, х. ч., ч. д. а;
- цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х. ч., ч. д. а;
- кадмия оксид по ГОСТ 11120, ос. ч., х. ч;
- кадмий сернокислый 8-водный по ГОСТ 4456, х. ч., ч. д. а;
- свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, ч. д. а;
- свинец металлический высокой чистоты по ГОСТ 22861;

- никель азотнокислый 6-водный по ГОСТ 4055, ч.д.а;
- калий хромовокислый по ГОСТ 4459, ч.д.а;
- реактивы для приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа по ГОСТ 4212;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026.

Допускается применение других средств измерений, оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб торфа, сапропеля и органических удобрений осуществляют по ГОСТ 5396, ГОСТ 17644, ГОСТ 26712.

6.1.2 При оценке содержания тяжелых металлов в зеленой массе сидератов пробы отбирают перед ее скашиванием, запашкой.

Пробы травы отбирают непосредственно перед выпасом животных или скашиванием, в сухую погоду, после росы или до заката солнца.

На выбранном для отбора проб участке выделяют 8 — 10 учетных площадок площадью 1 м^2, располагая их по диагонали участка. Если зеленая масса уже скошена, учетные площадки выделяют на прокосах, также по диагонали поля.

Травостой скашивают (срезают) острым ножом, ножницами или серпом (не засоряя почвой) на высоте 3 — 5 см выше поверхности почвы. Точечные пробы с каждой учетной площадки отбирают вручную не менее десяти. От зеленой массы, доставленной на поле для непосредственного запахивания или для приготовления компостов, пробы берут вручную не менее чем из 10 разных мест порциями 400 — 500 г. Зеленую массу, полученную со всех учетных площадок, расстилают на брезент или полиэтиленовую пленку и тщательно перемешивают, получая объединенную пробу. Из объединенной пробы зеленой массы составляют среднюю пробу для анализа. Для этого из 10 разных мест объединенной пробы берут траву порциями по 150 — 200 г. Масса средней пробы должна быть не менее 1,5— 2,0 кг. Половину средней пробы используют для определения ботанического состава, вторую половину средней пробы — для анализа. Среднюю пробу помещают в пакет из полиэтиленовой пленки или крафт-бумаги, вкладывают туда этикетку и сразу же направляют в лабораторию на анализ.

6.1.3 Отбор точечных проб соломы, используемой в качестве удобрения, осуществляют через 30 дней после уборки урожая. Отбор проб соломы, оставленной вразброс на поле, проводится по пробным площадкам, как описано выше для сидератов. В данном случае солома сгребается с определенной площадки и взвешивается.

Отбор точечных проб из партий соломы, хранящейся в скирдах, проводится с помощью пробоотборника или вручную по периметру скирды на равных расстояниях друг от друга на высоте 1,0 — 1,5 м от поверхности земли со всех сторон с глубины не менее 0,5 м.

Масса точечной пробы должна составлять от 0,1 до 0,5 кг в зависимости от числа отбираемых точечных проб.

Изъятые из штабеля тюки прессованной соломы освобождают от проволоки или шпагата. Из каждого тюка отбирают по одному пласту в следующей последовательности: из первого тюка отбирают пласт с края, из второго тюка — рядом с крайним, из третьего — следующий и т. д.

Из точечных проб составляют объединенную пробу.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 2 кг. Для этого точечные пробы соломы складывают тонким слоем (3 — 4 см) на брезенте или пленке и осторожно перемешивают, не допуская ломки растений, образования трухи.

Из объединенной пробы соломы выделяют среднюю пробу. Для этого не менее чем из 10-ти разных мест по всей площади и толщине слоя отбирают пучки массой 100 — 120 г таким образом, чтобы осыпавшиеся части растений также были включены в пробу. Выделенную среднюю пробу массой не менее 1 кг упаковывают в плотную бумагу, бумажный пакет или пакет из полимерной пленки.

На пакет наклеивают этикетку с указанием адреса хозяйства, отделения, фермы, вида соломы, культуры и времени отбора пробы.

6.2 Подготовка проб

6.2.1 Высушивание проб

Фарфоровые чашки (диаметром 12 — 13 см) или кюветы из крафт-бумаги (20 × 25 × 4 см), предварительно пронумерованные, взвешивают.

Во взвешенную тару помещают исследуемую пробу, выделенную методом квартования из объединенной пробы. Взвешивание тары, пробы, а также тары с высушенной пробой проводят при массе навески испытуемой пробы: не более 10 г — на весах высокого класса точности с погрешностью не более 0,001 г, более 10 г — на весах среднего класса точности с погрешностью не более 0,01 г.

Сушку проводят при температуре 60 °С — 65 °С до постоянной массы. Перед каждым повторным взвешиванием тару с пробой охлаждают на лабораторном столе в течение 2 — 3 мин. Повторные высушивания проводят в течение 1 ч. Если разница в результатах взвешиваний не превышает 0,5 % массы пробы, сушку прекращают. Навеску считают постоянной. Высушенную пробу оставляют на лабораторном столе на 24 ч для доведения ее до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу ссыпают в банку с крышкой и используют в дальнейшем для озоления.

6.2.2 Минерализация проб

Тигли предварительно тщательно моют хромовой смесью (смесь двухромовокислого калия и концентрированной серной кислоты) в растворе моющего средства, затем промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной.

Тигли прокаливают в печи при температуре (525 ± 25) °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах высокого класса точности. Доведенный до постоянной массы тигель хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

В фарфоровые тигли помещают высушенные до воздушно-сухого состояния навески органического удобрения и торфа массой 10 — 20 г. При одновременном анализе из одной навески нескольких элементов берется максимальная проба из указанной навески пробы массой 10 г. Пробу без уплотнения укладывают в тигель, чтобы в ее нижние слои поступал воздух. Пробой заполняется не более половины тигля. Тигель с пробой взвешивают на весах высокого класса точности, помещают его в холодную печь для обугливания пробы и повышают температуру до 200 °С — 250 °С (до появления дыма). При этом дверца муфельной печи может быть открыта.

После прекращения выделения дыма температуру печи доводят до (525 ± 25) °С и ведут прокаливание в течение 3 — 5 ч. Отсутствие частичек угля указывает на полное озоление материала. Обугливание навески можно проводить на электроплитке, не допуская воспламенения и выбросов пробы. При наличии углистых частичек тигель с золой охлаждают на воздухе, золу смачивают дистиллированной водой, приливают каплями 2 $см^3$ концентрированную перекись водорода или 2 $см^3$ разбавленную азотную кислоту (1:1) дозатором или пипеткой с резиновой грушей, тщательно перемешивая стеклянной палочкой. Частицы, приставшие к палочке, смывают в тигель дистиллированной водой. Воду выпаривают и высушивают золу на электроплитке. Тигель помещают в печь и прокаливают при температуре (525 ± 25) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Далее тигель с золой прокаливают в течение 30 мин при температуре (525 ± 25) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы тигля с золой. Разность результатов двух последовательных взвешиваний не должна превышать 0,001 г. Озоление проводится, как правило, неодинаковое количество времени для проб разных видов. Время озоления проб разных видов — различно. При правильном озолении полученная зола имеет белый, кремовый или розовый цвет без обугленных частиц.

6.2.3 Кислотная экстракция тяжелых металлов из золы

Определение содержания тяжелых металлов проводят в вытяжке после минерализации анализируемого вещества.

Охлажденную и доведенную до постоянной массы золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и добавляют 5 $см^3$ разбавленной в соотношении 1:1 соляной кислоты. Тигель ставят на электрическую плитку и упаривают кислоту до влажных солей, не допуская разбрызгивания и прокаливания осадка. Из бюретки или дозатором доливают в тигель 10 — 15 $см^3$ разбавленной в соотношении 1:1 азотной кислоты, накрывают тигель часовым стеклом и нагревают на электроплитке до кипения, не допуская разбрызгивания осадка.

После охлаждения тигля проводят отделение раствора золы от нерастворенного осадка. Для этого содержимое тигля фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ через фильтр «белая лента».

Фильтр предварительно тщательно промывают разбавленной азотной кислотой (1:9). Тигель несколько раз ополаскивают горячей дистиллированной водой и сливают в воронку. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки в 50 см^3.

Пробу для анализа берут, не нарушая (не взмучивая) осадок. Необходимо одновременно проводить контрольный опыт, включая все стадии анализа (кроме взятия навески испытуемой пробы).

6.2.4 Подвижные формы тяжелых металлов

Подвижные формы тяжелых металлов определяют в ацетатно-аммонийном буферном растворе с pH 4,8. Воздушно-сухую пробу массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 — 200 см^3, приливают 50 см^3 ацетатно-аммонийного буфера. Суспензию взбалтывают в течение 1 ч или настаивают 24 ч. Вытяжки фильтруют через сухой складчатый фильтр «белая лента», по возможности не переносят пробу на фильтр. К оставшейся в колбе пробе добавляют еще 50 см^3 ацетатно-аммонийного буфера, затем экстрагирование повторяют.

Повторное фильтрование проводят в ту же колбу, перенося на фильтр максимальную массу пробы.

В жидких органических удобрениях тяжелые металлы определяют после фильтрования через плотный беззольный фильтр. Частицы, оставшиеся на фильтре, высушивают до воздушно-сухого состояния, а затем анализируют как традиционные твердые виды органических удобрений.

Одновременно проводят контрольный анализ, включая все его стадии, кроме взятия проб органического удобрения. В полученном фильтрате элементы определяют атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен-воздух.

6.3 Приготовление растворов

Приготовление растворов необходимо проводить в вытяжном шкафу с соблюдением требований техники безопасности по ГОСТ 4212. Гарантийный срок хранения приготовленных растворов 1 год, если не указано другое.

6.3.1 Приготовление раствора азотной кислоты концентрацией C (HNO_3) = 1,0 моль/дм^3

Из мерного цилиндра, вместимостью 100 см^3, 63,0 см^3 концентрированной азотной кислоты приливают к 300 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор охлаждают и доводят объем до метки в 1000 см^3 дистиллированной водой, перемешивают.

6.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты массовой концентрации 500 г/дм^3

Из мерного цилиндра, вместимостью 500 см^3, 352 см^3 концентрированной азотной кислоты растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор охлаждают, доводят его объем до метки в 1000 см^3 дистиллированной водой и перемешивают.

6.3.3 Приготовление раствора серной кислоты с молярной концентрацией (1/2 H_2SO_4) — 0,001 моль/дм^3

Из мерного цилиндра, вместимостью 10 см^3, 5,6 см^3 концентрированной серной кислоты приливают к 500 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, затем объем раствора доводят до метки в 1000 см^3 дистиллированной водой. Полученный раствор разбавляют в 100 раз дистиллированной водой в соотношении 1:99 и перемешивают.

6.3.4 Приготовление 1 %-ного раствора соляной кислоты

Мерным цилиндром отмеряют 22,6 см^3 концентрированной соляной кислоты (d = 1,19) и вливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, предварительно поместив туда 500 см^3 дистиллированной воды, доводят до метки в 1000 см^3 той же водой.

6.3.5 Приготовление ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8

Для приготовления 1 дм^3 ацетатно-аммонийного буферного раствора берут 108 см^3 98 %-ной уксусной кислоты по ГОСТ 61 и 75 см^3 25 %-ного раствора аммиака по ГОСТ 3760, измеряют плотность уксусной кислоты и аммиака ареометром и по таблицам справочников находят их массовые доли в весовых процентах. Если найденные значения массовых долей отличаются от вышеуказанных, объемы реактивов, необходимые для приготовления буферных растворов V_2, вычисляют по формуле

$$V_2 = V_1(c_1 d_1)/(c_2 d_2), \quad (1)$$

где V_1 — необходимый объем реактива, см^3;

c_1 — необходимая массовая доля вещества, %;

c_2 — найденная массовая доля вещества, %;

d_1 — плотность заданной массовой доли вещества, г/см^3;

d_2 — плотность, соответствующая найденной массовой доли вещества, г/см^3.

Полученные объемы уксусной кислоты и аммиака приливают к 500 — 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят до метки в 1000 $см^3$. pH раствора проверяют потенциометром. Раствор хранят не более 1 мес в плотно закрытых затемненных стеклянных сосудах.

6.3.6 Приготовление растворов с массовой концентрацией металлов 1 мг/$см^3$ (раствор А)

6.3.6.1 Приготовление растворов меди массовой концентрации 1 мг/$см^3$

3,798 г 3-водной азотнокислой меди растворяют в 250 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см,^{3} доводят объем раствора в колбе до метки раствором азотной кислоты [(HNO_3) = 1 моль/$дм^3$] и перемешивают.

3,929 г 5-водной сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. В колбу добавляют 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты, затем объем раствора доводят до метки в 1000 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

6.3.6.2 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 1 мг/$см^3$

4,398 г 7-водного сернокислого цинка растворяют в растворе серной кислоты [($1/2H_2SO_4$) = = 0,001 моль/$дм^3$] в мерной колбе вместимостью 1000 см,^{3} доводят объем раствора до метки в 1000 $см^3$ этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

6.3.6.3 Приготовление растворов свинца массовой концентрации 1 мг/$см^3$

1,000 г металлического свинца растворяют в 50 $см^3$ раствора азотной кислоты молярной концентрации [(HNO_3) = 1,0 моль/$дм^3$] в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора в колбе до метки в 1000 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

1,464 г азотнокислого свинца растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. В колбу добавляют 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и объем раствора доводят до метки в 1000 $см^3$ дистиллированной водой. Азотнокислый свинец перед взятием навески высушивают при температуре (100 ± 2) °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе.

6.3.6.4 Приготовление растворов никеля массовой концентрации 1 мг/$см^3$

4,953 г нитрата никеля помещают в стакан 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и переносят в колбу 1 $дм^3$, доводят до метки в 1000 $см^3$ 1 %-ным раствором азотной кислоты.

6.3.6.5 Приготовление раствора хрома массовой концентрации 1 мг/$см^3$

3,734 г хромата калия помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и переносят в колбу 1 $дм^3$, доводят до метки в 1000 $см^3$ 1 %-ным раствором соляной кислоты.

6.3.6.6 Приготовление растворов кадмия массовой концентрации 1 мг/$см^3$

1,142 г окиси кадмия растворяют в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты массовой концентрации 500 г/$дм^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки в 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

2,281 г 8-водного сернокислого кадмия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. В мерную колбу добавляют 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора до метки в 1000 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

6.3.7 Приготовление рабочих растворов металлов массовой концентрации 100 мг/$дм^3$ (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ соответствующего раствора А, добавляют 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты массовой концентрации 500 г/$дм^3$. Объем раствора в колбе доводят до метки в 100 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

Рабочие растворы используют в день приготовления.

6.3.8 Приготовление рабочего раствора кадмия массовой концентрации 10 мг/$дм^3$ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ рабочего раствора кадмия массовой концентрации 100 мг/$дм^3$ (раствор Б), добавляют 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты массовой концентрации 500 г/$дм^3$. Объем раствора в колбе доводят до метки 100 $см^3$ дистиллированной водой. Рабочий раствор используют в день приготовления.

6.3.9 Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ из бюретки наливают рабочие растворы (см. таблицу 2). В каждую колбу добавляют 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты массовой концентрации 500 г/$дм^3$ и объем раствора доводят до метки в 100 $см^3$ дистиллированной водой. Растворы сравнения используют в день приготовления.

Таблица 2

Номер колбы	Объем рабочего раствора, $см^3$				Массовая концентрация металла в растворе сравнения, $мг/дм^3$			
	Б			В				
	медь	цинк	свинец, никель, хром	кадмий	медь	цинк	свинец, никель, хром	кадмий
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0,5	0,2	0,1	0,05	0,5	0,2	0,1	0,05
3	1,0	0,5	0,5	0,2	1,0	0,5	0,5	0,2
4	2,0	1,0	1,0	0,5	2,0	1,0	1,0	0,5
5	5,0	2,0	2,0	1,0	5,0	2,0	2,0	1,0
6	10,0	5,0	5,0	2,0	10,0	5,0	5,0	2,0
7	15,0	10,0	—	—	15,0	10,0	—	—
8	—	15,0	—	—	—	15,0	—	—

7 Проведение испытаний

Определение массовой концентрации металлов в растворе золы проводят по следующим аналитическим линиям: меди — 324,7 нм; цинка — 213,8 нм; свинца — 217,0 нм; кадмия — 368,4 нм; никеля — 232,0 нм; хрома — 357,9 нм. Для атомизации используют пламя ацетилен-воздух. Ширину щели монохроматора, расход газов, ток, питающий лампу с полым катодом, устанавливают согласно инструкциям, прилагаемым к атомно-абсорбционному спектрофотометру (ААС) и лампам.

При установке горелки относительно лампы с полым катодом добиваются максимальных значений поглощения для растворов сравнения. Расход горючего газа и воздуха регулируют так, чтобы при распылении растворов пламя имело четко очерченный внутренний конус и не гасло при прекращении поступления последующих растворов.

При стабильном режиме работы ААС в пламя вводят первый раствор сравнения, не содержащий анализируемый металл, и устанавливают начало отсчета. Затем вводят в пламя раствор сравнения максимальной концентрации определяемого металла и устанавливают диапазон шкалы. Вновь вводят первый раствор сравнения, и затем остальные растворы сравнения в порядке возрастания в них концентрации металла.

После растворов сравнения в пламя вводят испытуемые растворы, включая раствор контрольного опыта. Для контроля за стабильностью работы ААС через каждые десять измерений в пламя вводят первый и последний растворы сравнения. Если при проверке обнаруживаются отклонения показаний более чем на 5 %, корректируют настройку прибора и последние 10 испытуемых растворов анализируют заново.

Результат контрольного опыта не должен превышать 1/3 содержания металла в исследуемой пробе с минимальным содержанием металла.

Если показания прибора при анализе раствора золы испытуемой пробы превышают показания для раствора сравнения максимальной концентрации металла, то исходный раствор золы разбавляют первым раствором сравнения, не содержащим определяемый элемент, и повторяют измерение. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения, начиная с взятия навески испытуемой пробы.

При наличии в приборе автоматизированной системы расчета концентрации по величине абсорбции результаты получают в единицах концентрации на единицу объема раствора. При ручной обработке данных строят график зависимости величины абсорбции от концентрации элемента в растворе.

8 Обработка и оформление результатов

8.1 По результатам фотометрирования растворов сравнения при ручной обработке данных строят градуировочный график, где на оси абсцисс откладывают значения массовых концентраций металла, $млн^{-1}$, в растворах сравнения, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

8.2 Массовую долю металла в испытуемой пробе X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V(C_1 - C_0)}{m}, \quad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация металла в растворе золы, определяемая по градуировочному графику, млн$^{-1}$;

C_0 — массовая концентрация металла в растворе контрольного определения, млн$^{-1}$;

V — объем раствора золы, см^3;

m — масса навески, г.

Если раствор золы перед анализом был разбавлен, то полученное значение увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен раствор золы.

Результаты определения содержания кадмия, свинца, никеля и хрома вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака, а меди и цинка — до второго десятичного знака и округляют до первого.

Если расхождение между результатами параллельных определений не превышает допустимое $(X_1 - X_2) \le 0{,}01\, d\, X'$, где X_1, X_2 и X' — результаты первого и второго параллельных определений и их среднеарифметическое, соответственно, то среднеарифметическое принимают за результат анализа. В противном случае анализ повторяют. Значение норматива d приведено в таблице 3.

Таблица 3 — Значения внутреннего оперативного контроля (ВОК)

Металл	Диапазон измерения массовой доли металла, млн$^{-1}$(мг/кг)	Значение норматива ВОК, %, P = 0,95	
		сходимость (d) n = 2	воспроизводимость (D) n = 2
Медь	От 1,0 до 10,0 включ. Св. 10,0 » 200,0 »	16 15	33 30
Цинк	От 1,0 до 200,0 включ.	13	30
Свинец, никель, хром	От 0,1 до 10,0 включ.	26	48
Кадмий	От 0,1 до 10,0 включ.	26	48

Абсолютную погрешность результата анализа Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta X', \quad (3)$$

где δ — относительная погрешность результата анализа (см. таблицу 1).

Результат анализа представляют в виде $(X \pm \Delta)$ млн$^{-1}$ при P = 0,95.

Массовую долю металла в сухом веществе X_c, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_c = \frac{100X}{(100 - W)}, \quad (4)$$

где W — массовая доля гигроскопической влаги в испытуемой пробе, %.

Массовую долю металла в натуральном продукте X_n, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X_n = \frac{X_c(100 - W_1)}{100}, \quad (5)$$

где W_1 — массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 26713, %.

9 Контроль точности анализов

Контроль качества измерений в лаборатории предусматривает оценку стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6. Внутренний оперативный контроль включает в себя контроль сходимости, воспроизводимости и точности результатов анализов. При превышении значений внутреннего оперативного контроля проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов испытания приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их. Сходимость параллельных определений контролируют для каждой анализируемой пробы согласно 8.2.

Для контроля воспроизводимости используют рабочие пробы. Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, получая два результата анализа в разных лабораториях или в

одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, т. е. используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов или анализы выполняют в разные дни или два разных аналитика.

Общие требования к компетентности лабораторий в проведении испытаний по ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025. Приемственность результатов измерений, полученных в двух лабораториях ($X_{1\ лаб.}$ и $X_{2\ лаб.}$), проверяют согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6. Воспроизводимость контрольных анализов, а также воспроизводимость результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа стабильны и соответствуют условиям проведения контрольных анализов, признают удовлетворительной, если

$$(X'_1 - X'_2) \leq 0{,}01\ DX'',$$

где $(X'_1 - X'_2)$ и X'' — результаты анализа одной и той же пробы, полученные при разных условиях или в разных лабораториях, и их среднеарифметическое значение, соответственно;

D — значение оперативного контроля воспроизводимости (см. таблицу 3).

Для проведения контроля точности используют стандартные образцы.

Точность контрольных измерений признают удовлетворительной, если

$$(X' - X_{ат}) \leq 0{,}01\delta X_{ат},$$

где X' и $X_{ат}$ — результат анализа стандартного образца и его аттестованное значение, соответственно.

Контроль точности анализов проводят для проб каждой партии, а также при смене реактивов, аппаратуры, после длительного перерыва в работе.

Результаты контроля заносят в специальный журнал контроля.

10 Требования техники безопасности

10.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технических документах на атомно-абсорбционный спектрофотометр.

10.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работы необходимо проводить в вытяжном шкафу с применением резиновых перчаток.

УДК 636.086.001.4:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9809

Ключевые слова: органическое удобрение, торф, сапропель, метод, медь, свинец, цинк, никель, хром, кадмий, озоление, атомная абсорбция, рабочие растворы, растворы сравнения, контроль точности анализов

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.05.2009. Подписано в печать 24.06.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 158 экз. Зак. 380.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru