ГОСТ Р 50686—94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЦИНКА ПО МЕТОДУ КРУПСКОГО И АЛЕКСАНДРОВОЙ В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

Издание официальное

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 цинка по методу Крупского и Александровой в модификации ЦИНАО

Soils. Determination of mobile compounds of zinc by Krupsky and Alexandrova method modified by CINAO

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений цинка в почвах.

Метод основан на извлечении подвижных соединений цинка из почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 и последующем определении атомно-абсорбционным или фотометрическим методом с дитизоном.

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. Основные положения

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

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

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

Издание официальное

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

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

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

ГОСТ 4453—74 Уголь активированный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 (СТ СЭВ 3855—82) Кислота азотная. 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 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18270—72 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Углерод четыреххлористый. Технические условия

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

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб

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.

Атомно-абсорбционный спектрометр марки С-115.

Лампа с полым катодом для определения цинка марки ЛТ-2.

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

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

Аппарат для бидистилляции воды марки БД-2.

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

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 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.

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

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Баня водяная или плитка электрическая с регулятором нагрева.

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

Дозатор или пипетка 2-го класса точности вместимостью 20 $см^3$ для отмеривания вытяжки и растворов сравнения в объеме 20 $см^3$.

Дозаторы или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 $см^3$ для дозирования растворов реактивов в объемах 5 и 10 $см^3$.

Дозаторы агрессивных жидкостей или пипетки 2-го класса точности вместимостью 2 и 5 $см^3$ с резиновыми грушами для дозирования азотной кислоты и пероксида водорода в объемах 5 и 2 $см^3$.

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

Стаканы из термостойкого стекла вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки делительные вместимостью 100, 250 и 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-го класса точности вместимостью 2, 5, 10 см^3 и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 5 и 10 см^3 для отмеривания стандартных растворов.

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 уксусная — по ГОСТ 18270, ос. ч. или кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 24147, ос. ч. или по ГОСТ 3760, х. ч., концентрированный и разбавленный водой 1:200 по объему.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., разбавленная водой 1:5 по объему.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч. или по ГОСТ 4461, х. ч., разбавленная водой 1:1 по объему.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч. или по ГОСТ 3118, х. ч., разбавленная водой 1:1 и 1:100 по объему.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч. д. а. или аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч. или ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, ч. д. а.

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

Дитизон (дифенилтиокарбазон), ч. д. а. или ч.

Цинк гранулированный, х. ч.

Уголь активированный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453—74.

Вода бидистиллированная.

Примечание — Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных. Оборудование, используемое при анализе (дозаторы, кассеты с технологическими емкостями, фильтровальные установки), должно быть изготовлено из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их цинком. 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 — ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8

Берут 108 см^3 уксусной кислоты с массовой долей 98 %, разбавляют водой до 600—700 см^3, приливают 75 см^3 аммиака с массовой долей 25 %, перемешивают и доводят водой до 1000 см^3. Проверяют pH полученного раствора и в случае отклонения от 4,8 доводят до этого значения добавлением уксусной кислоты или аммиака.

5.3 Проверка пригодности для анализа и очистка четыреххлористого углерода

Четыреххлористый углерод может содержать примеси, разрушающие дитизон, поэтому каждая новая партия реактива должна быть проверена на пригодность для анализа. Для этого примерно 0,001 г дитизона растворяют в 100 см^3 четыреххлористого углерода и оставляют в закрытой склянке в темноте до следующего дня. Если окраска раствора останется изумрудно-зеленой. четыреххлористый углерод пригоден для анализа. Бледно-зеленая или желтая окраска раствора указывает на необходимость очистки четыреххлористого углерода.

Для очистки 500 см^3 четыреххлористого углерода помещают в склянку с притертой пробкой вместимостью 1 дм^3, добавляют 10 г активированного угля, встряхивают склянку в течение 5 мин и отфильтровывают четыреххлористый углерод через бумажный фильтр. Процедуру повторяют с новой порцией активированного угля. Обработанный таким образом четыреххлористый углерод перегоняют в стеклянном перегонном аппарате с водяным холодильником.

5.4 Приготовление и очистка запасного раствора дитизона

(0,100±0,001) г дитизона помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ четыреххлористого углерода и энергично встряхивают в течение 10 мин. Раствор фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку вместимостью 1000 см³, приливают 250 см³ аммиака, разбавленного 1:200, и встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода, содержащий продукты разложения дитизона, сливают и отбрасывают, а верхний водный слой, содержащий дитизон, промывают два раза 3—5 см³ четыреххлористого углерода. Затем приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5, 500 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода с растворенным в нем дитизоном переносят в другую делительную воронку или колбу, а водную фазу отбрасывают. Раствор дитизона в четыреххлористом углероде промывают в делительной воронке два раза водой порциями по 250 см³ и фильтруют через бумажный фильтр в склянку из темного стекла. Раствор хранят при температуре 5—10 °С не более 1 мес.

5.5. Приготовление рабочего раствора дитизона

В день проведения анализа запасной раствор дитизона разбавляют четыреххлористым углеродом 1:9 по объему.

5.6 Приготовление раствора уксуснокислого натрия или уксуснокислого аммония с массовой долей 15 %

(150,0±0,1) г реактива растворяют в 850 см³ воды. Полученный раствор очищают от цинка экстракцией раствором дитизона в четыреххлористом углероде. Для этого его помещают в делительную воронку вместимостью 1000 см³, приливают 5—7 см³ запасного раствора дитизона, встряхивают в течение 3 мин и после разделения фаз отбрасывают нижний слой. Операцию повторяют до тех пор, пока дитизон перестанет менять свою первоначальную окраску. Затем очищаемый раствор отмывают от дитизона, встряхивая его с 5—7 см³ четыреххлористого углерода в течение 3 мин и отбрасывая органическую фазу. Промывку повторяют до тех пор, пока четыреххлористый углерод не перестанет окрашиваться. Раствор фильтруют через бумажный фильтр. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.7. Приготовление раствора тиосульфата натрия с массовой долей 25 %

(250,0±0,1) г тиосульфата натрия растворяют в 750 см³ воды. Полученный раствор очищают от примеси цинка экстракцией раствором дитизона в четыреххлористом углероде по 5.6.

5.8 Приготовление маскирующего раствора

Смешивают растворы уксуснокислого натрия или уксуснокислого аммония и тиосульфата натрия 5:1 по объему.

5.9 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 1 мг/см^3 (раствор А)

(1,000±0,001) г гранулированного цинка растворяют в 7 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят объем раствора водой до 1000 см^3 в мерной колбе. Раствор хранят не более 1 года.

5.10 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 100 мкг/см^3 (раствор Б)

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

5.11 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 20 мкг/см^3 (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2 см^3 раствора А и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.12 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 10 мкг/см^3 (раствор Г)

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

5.13 Приготовление раствора цинка массовой концентрации 5 мкг/см^3 (раствор Д)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 раствора Б и доливают до метки экстрагирующим раствором. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.14 Приготовление растворов сравнения для атомно-абсорбционного определения цинка

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 из бюретки вместимостью 10 см^3 наливают указанные в таблице 1 объемы раствора В и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа.

5.15 Приготовление растворов сравнения для фотометрического определения цинка в вытяжке из некарбонатной почвы

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 из бюретки вместимостью 5 см^3 наливают указанные в таблице 2 объемы раствора Д и доливают до метки экстрагирующим раствором. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора В, $см^3$	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Массовая доля цинка в почве (млн$^{-1}$) при отношении почвы к раствору	
			1:10	1:20
1	0	0	0	0
2	1	0,2	2	4
3	2,5	0,5	5	10
4	5,0	1,0	10	20
5	7,5	1,5	15	30
6	10,0	2,0	20	40

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Д, $см^3$	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Массовая доля цинка 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	0,20	2,0	4,0
5	3,0	0,30	3,0	6,0
6	4,0	0,40	4,0	8,0
7	5,0	0,50	5,0	10,0

5.16 Приготовление растворов сравнения для фотометрического определения цинка в вытяжке из карбонатной и органогенной почвы

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ из бюретки вместимостью 5 $см^3$ наливают указанные в таблице 3 объемы раствора Г и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100. Растворы готовят в день проведения анализа.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора Г, $см^3$	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Массовая доля цинка в почве (млн$^{-1}$) при отношении почвы к раствору	
			1:10	1:20
1	0	0	0	0
2	0,5	0,1	0,5	1,0
3	1,0	0,2	1,0	2,0
4	2,0	0,4	2,0	4,0
5	3,0	0,6	3,0	6,0
6	4,0	0,8	4,0	8,0
7	5,0	1,0	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 см^3 экстрагирующего раствора. Температура экстрагирующего раствора должна быть (20±1) °С. Суспензии карбонатных почв выдерживают в открытых емкостях, периодически перемешивая вручную до прекращения бурного выделения углекислого газа. Затем почву с раствором перемешивают на ротаторе или взбалтывателе в течение 1 ч.

Для предупреждения контакта раствора с резиной под крышки кассет подкладывают полоски полиэтиленовой пленки. В случае использования колб с резиновыми пробками пробки обертывают полиэтиленовой пленкой.

Суспензии фильтруют через бумажные фильтры. Первые порции фильтратов отбрасывают, последующие порции собирают в чистые технологические емкости. Если фильтраты мутные, их возвращают на фильтры.

В каждой партии анализов для контроля загрязнений посуды, оборудования, фильтровальной бумаги, воды и реактивов проводят контрольный опыт: технологическую емкость, не содержащую навеску, проводят через все стадии анализа одновременно с пробами, добавляя то же количество тех же реактивов, что и в пробы.

6.2 Атомно-абсорбционное определение цинка в почвенной вытяжке

Цинк определяют по поглощению резонансной линии 213,9 нм, используя для атомизации окислительное пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. При анализе вытяжек из карбонатных почв проводят коррекцию фонового поглощения.

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по техническим инструкциям, прилагаемым к спектрометру.

При стабилизировавшемся режиме работы прибора распыляют в пламя первый раствор сравнения, не содержащий цинк, и устанавливают начальное значение шкалы. Затем распыляют в пламя последний раствор сравнения и устанавливают расширение шкалы. Снова распыляют первый раствор сравнения и корректируют установку начального значения шкалы. Затем распыляют в пламя остальные растворы сравнения, в порядке возрастания в них концентрации цинка, контрольный раствор и почвенные вытяжки, регистрируя соответствующие им показания измерительного прибора. Для промывки распылителя и горелки после каж-

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

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

Допускается расширение диапазона определяемых концентраций за счет поворота наконечника грелки относительно оптической оси. Угол поворота подбирают таким образом, чтобы при анализе вытяжек с наибольшей концентрацией цинка показание измерительного прибора не превышало значения, полученного для раствора сравнения с максимальной концентрацией (5.15) при параллельном лучу положении наконечника горелки. Дополнительные растворы сравнения готовят с таким расчетом, чтобы перекрывался весь диапазон концентраций цинка в вытяжках.

При использовании спектрометров, не имеющих корректора фонового поглощения, допускается учет неселективного (фонового) поглощения по нерезонансной линии цинка 210,4 нм. Для этого, после определения оптической плотности вытяжки по резонансной линии 213,9 нм, устанавливают линию 210,4 нм и, не меняя остальных условий, определяют оптическую плотность (неселективное поглощение) той же вытяжки.

6.3 Фотометрическое определение цинка в вытяжке из некарбонатной почвы

В делительные воронки вместимостью 100 см^3 помещают по 20 см^3 вытяжек, контрольного раствора и растворов сравнения, приливают к ним по 10 см^3 маскирующего раствора, перемешивают, приливают по 10 см^3 рабочего раствора дитизона и встряхивают делительные воронки в течение 1 мин.

Допускается применение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью 100 см^3 с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз сливают нижний слой в кювету фотоэлектроколориметра с просвечиваемым слоем толщиной 10 мм и фотометрируют относительно экстракта первого раствора сравнения, не содержащего цинк, при длине волны 538 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 520—550 нм.

Если значение оптической плотности экстракта вытяжки превышает значение оптической плотности экстракта последнего ра-

створа сравнения, вытяжку разбавляют экстрагирующим раствором и повторяют определение.

6.4 Фотометрическое определение цинка в вытяжке из карбонатной и органогенной почвы

В стаканы помещают по 20 см³ вытяжек, контрольного раствора, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 2 см³ пероксида водорода и выпаривают до влажных солей. Обработку осадков повторяют до тех пор, пока их окраска станет светло-желтой. После последней обработки растворы выпаривают досуха, приливают по 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:100, и растворяют остатки при нагревании. Растворы переносят в делительные воронки, обмывая стаканы 1—2 см³ воды. Одновременно в такие же делительные воронки помещают по 10 см³ растворов сравнения. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают по 5 см³ маскирующего раствора, перемешивают, приливают по 10 см³ рабочего раствора дитизона и далее проводят анализ по 6.3.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

В случае атомно-абсорбционного определения цинка с учетом неселективного поглощения по поглощению нерезонансной линии оптическую плотность, соответствующую атомному поглощению D_A вычисляют по формуле

$$D_A = D_{A+H} - D_H, \qquad (1)$$

где D_{A+H} — сумма оптических плотностей, соответствующих атомному и неселективному поглощению, определенная по поглощению резонансной линии;

D_H — оптическая плотность, соответствующая неселективному поглощению, определенная по нерезонансной линии.

По значениям D_A по графику находят массовые концентрации цинка в вытяжках из почв в пересчете на массовую долю в почве.

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

$$X=Kc-c_1, \qquad (2)$$

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

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

c_1 — массовая концентрация цинка 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, 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 4 (внешний контроль).

Контроль случайных погрешностей и управление качеством аналитических работ осуществляют, анализируя в составе каждой партии рядовых проб один или несколько стандартных образцов. При этом наряду с ГСО и ОСО допустимо использование стандартных образцов предприятий (СОП), аттестованных сличением с ГСО и ОСО. Результаты бесповторного анализа стандартных образцов не должны отличаться от аттестованных значений более чем на величину отклонений, указанных в таблице 4 (внутрилабораторный контроль). Если это требование не выполняется, результаты анализа партии проб признают проанализированными с недостаточной точностью. Анализ повторяют после выявления и устранения причин, вызвавших искажение результатов.

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

Таблица 4 **Нормативы контроля точности результатов анализа** ($P=0,95$)

Контроль	Массовая доля цинка, млн $^{-1}$			
	до 1	св. 1	до 1	св. 1
	Допускаемые отклонения от аттестованного значения стандартного образца, %		Допускаемые отклонения от среднего арифметического при выборочном контроле воспроизводимости результатов, %	
Внутрилабораторный	40	25	30	20
Внешний	50	30	—	—

таблице 4 (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 5.

Таблица 5

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 5, 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, цинк, подвижные соединения, метод Крупского и Александровой, атомно-абсорбционный метод, фотометрический метод

ОКСТУ 9709

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб. 27.07.94. Подп. в печ. 06.09.94. Усл. п. л. 0,93. Усл. кр.-отт. 0,93. Уч.-изд. л. 0,97. Тираж 384 экз. С 1623.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1479