

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 происхож-
дения

ОСТ 10.155-88

Издание официальное

Москва

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

ОСТ 10.155-88

и кормах растительного происхо-
ждения

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 плевых 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 золи 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°C;

измельчитель проб растений ИПР-2, соломорезку ИСП-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 см³ 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 см³ 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 см³ по ГОСТ 1770-74;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не

более 2% или пипетку 2-го класса точности вместимостью 2 см³ по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования азотной кислоты в объеме 2 см³;

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

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

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

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

2.2.2. Для определения кобальта в растворе золи применяют: весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

атомно-абсорбционный спектрометр С-302, С-II2 или С-II5;

лампу с полым катодом для определения кобальта ИСП-I;

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

компрессор воздушный мембранный с производительностью не менее 20 дм³/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 см³ по ГОСТ 1770-74 и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 см³ по ГОСТ 20292-74 для дозирования реактивов в объемах 2, 5, 10, 25 см³;

колбы мерные 2-го класса точности с приштафрованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см³ и пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 см³ по ГОСТ 20292-74;

С. 4 ОСТ 10.155-88

воронки делительные вместимостью 200 или 250 см³ по
ГОСТ 25336-82;

пробирки со шлифом вместимостью 5-10 см³ по ГОСТ 25336-82;

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

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929-76, 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 199-78, ч.д.а., раствор
с массовой долей 40%;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87;
2-нитрозо-1-нафтол, ч.д.а., спиртовой раствор с массовой
долей 0,5%;

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

2.3.1. Подготовка растительного материала

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов из-
мельчают на отрезки длиной 1-3 см; корнеплоды нарезают на пласти-
нки (ломтики) толщиной 0,8 см. Методом квартования выделяют часть
средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее
100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре
60-65°C до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабора-

торной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измалывают 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 1 мг/см³ (раствор А).

4,769 г сернистого кобальта ($\text{CoSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) растворяют в дистиллированной воде, доливают дистиллированной водой до 1000 см³ в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более 1 года.

2.3.3. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см³ (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ раствора А, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

2.3.4. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 1 мкг/см³ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1 см³ раствора Б, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

2.3.5. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ из бюретки наливают указанные в табл. 1 объемы раствора В, доливают до метки разбавленной 1+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 сравне- ния	Объем раствора: В, см ³	Массовая концент- рация кобальта в растворе сравне- ний, мкг/см ³	Массовая концентрация кобальта в растворе сравне- те на массовую долю в раститель- ном материале, млн ⁻¹ (мг/кг)
1	0	0	0
2	1	0,02	0,1
3	2	0,04	0,2
4	3	0,06	0,3
5	4	0,08	0,4
6	5	0,10	0,5

2.3.6. Приготовление маскирующего раствора

Смешивают 400 см³ раствора лимоннокислого натрия с массовой долей 40%, 400 см³ раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 40%, 40 см³ перекиси водорода и доливают дистиллированной водой до 1000 см³. Раствор готовят в день проведения анализа.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

В тиглях или чашках взвешивают с погрешностью не более 0,1 г навески растительных материалов массой по 10 г. Тигли ставят в холодную муфельную печь, повышают температуру до 250-300°C и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°C 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 см³ разбавленной 1+1 азотной кислоты и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Приставшие к палочке частицы смывают в тигель дистиллированной водой. На кипящей водяной бане или электрической плитке соедежжимо

тиглей упаривают досуха, ставят тигли в холодную муфельную печь, повышают температуру до $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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 см^3 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 см^3 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 см^3 или другие технологические емкости, на которых отмечен объем 50 см^3 . 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 см^3 маскирующего раствора и по 2 см^3 раствора 2-нитрозо-1-нафтаола, тщательно перемешивая содержимое воронок после прибавления каждого реактива. Через 1,5 ч дозатором или из бюретки приливают по 2 см^3 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 закры-

вающихся технологических емкостях вместимостью 200-250 см³ с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

Все работы с эфиром должны проводиться в вытяжном шкафу.

2.4.2.2. В экстрактах кобальт определяет по аналитической линии 240,7 нм, используя воздушно-ацетиленовое или воздушно-пропан-бутановое пламя. Шприцу 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 расщеплении 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 считать 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,

заосаивание 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 - $0,50 \text{ мкг}^{-1}$. Поочередно 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

дими в растительном материале в млн^{-1} (мг/кг), указание в табл. I, а по оси ординат - соответствующие им показания измерительного прибора. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золи и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн^{-1} (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^{-1} (мг/кг).

2.5.3. Массовую долю кобальта в воздушно-сухом растительном материале (X) в млн^{-1} вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_{\Gamma}),$$

где K - коэффициент, учитывающий уменьшение массы навески растительного материала; при использовании указанной массы навески $K=1$, уменьшенной в 2 раза - 2 и т.д.;

C - массовая концентрации кобальта в растворе золи в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн^{-1} ;

C_{Γ} - среднее арифметическое значений массовой концентрации кобальта, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн^{-1} .

Значение результата контрольного опыта не должно превышать $1/3$ 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 зола 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 волны 610-640 нм и имеющий кюветы вместимостью 3-4 см³ и толщиной просвечиваемого слоя 30 мм;

колбы мерные 2-го класса точности с пришьфованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

воронки долительные вместимостью 200 или 250 см³ по ГОСТ 25336-82;

С. 12 ОСТ 10.255-88

дозаторы агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 2% или бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см³ по ГОСТ 20292-74 и цилиндр мерный вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770-74 для дозирования реактивов в объемах 5 и 70 см³;

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 см³ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 1, 5 и 20 см³;

ципетки 2-го класса точности вместимостью 1 и 10 см³ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см³ 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-пиридилazo)-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 см³ изо-пропилового или этилового спирта. После охлаждения раствор фильтруют через бумажный фильтр. Затем к подогретому до 60°C фильтрату приливают 1 л³ дистиллированной воды той же температуры и оставляют на сутки при комнатной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза 10-20 см³ спирто-водной смеси (1+2) и сушат в течение двух часов при температуре 60°C и в течение еще двух часов при температуре 120°C.

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

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 16300-87;
ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.п.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.

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.

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 см³, а оставшиеся частички растворяют в новой порции растворителя и присоединяют к раствору в мерной колбе. После растворения всей навески реактива раствор доливают до метки растворителем, перемешивают и фильтруют. Раствор хранят не более 1 мес.

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/см³ (раствор А)

Готовят по п. 2.3.2.

3.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией
кобальта 100 мкг/см³ (раствор Б)

Готовят по п. 2.3.3.

3.3.6. Приготовление раствора с массовой концентрацией
кобальта 1 мкг/см³ (раствор В)

Готовят по п. 2.3.4.

3.3.7. Приготовление растворов сравнения

Готовят по п. 2.3.5.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы -
по п. 2.4.1.

3.4.2. Определение кобальта в растворе золы

Растворы золы и растворы сравнения, приготовленные по пп. 2.4.1. и 2.3.5, переливают в делительные воронки. Дозаторами или из бюреток приливают по 1 см³ раствора периодата натрия или пергидроля, по 20 см³ маскирующего раствора и 5 см³ раствора ПАН, тщательно перемешивая содержимое делительных воронок после прибавления каждого реактива. Через 15 мин в делительные воронки дозатором или цилиндром приливают по 70 см³ серной кислоты, разбавленной 1+2, и перемешивают. Дозатором или из бюретки приливают по 5 см³ хлороформа и встряхивают делительные воронки в течение 1 мин. Допускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью 200-250 см³ с последующим разделением фаз с помощью делительных воронок.

После разделения фаз нижний слой сливают в кювету фотозлектроколориметра 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 635 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 золи 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 золи 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 золи 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-СОЛЮ

4.1. 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

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

4.2.2. Для определения кобальта в растворе воли 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 500-540 нм и имеющий кюветы вместимостью 8-10 см³ и толщиной просвечиваемого слоя 50 мм;

баню водную или плитку электрическую с регулятором нагрева; центрифугу;

стаканы из термостойкого стекла вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336-82;

стекла часовые;

колбы мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 см³ по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

дозатор агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 1% или пипетку 2-го класса точности вместимостью 10 см³ по ГОСТ 20292-74 с резиновой грушей для дозирования раствора в объеме 2 см³;

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 см³ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 3 и 5 см³;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 см³ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см³ 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) сервокислый, семиводный по ГОСТ 4462-78, х.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.

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 см³ 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/см³ (раствор А)

Готовят по п. 2.3.2.

4.3.5. Приготовление раствора с массовой концентрацией кобальта 100 мкг/см³ (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ 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/см³ (раствор Д)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ 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 см³ 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 золи

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

4.4.2. Определение кобальта в растворе золи

Растворы золи, приготовленные по п. 4.4.1, нормализуют в этикетки и выпаривают досуха, не допуская при этом выгорания остатков.

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)
1	0	0	0
2	0,5	0,1	0,05
3	1	0,2	0,1
4	2	0,4	0,2
5	3	0,6	0,3
6	4	0,8	0,4
7	5	1,0	0,5

Дозатором или из бюретки приливают по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1+100, и растворяют остатки при нагревании. Одновременно из растворов сравнения, приготовленных по п. 4.3.7, шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 5 см³ и помещают в стаканы. К анализируемым растворам и растворам сравнения приливают дозатором или из бюретки по 3 см³ 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 15 мин. Затем приливают пипеткой с резиновой грушей по 2 см³ концентрированной азотной кислоты и растворы тщательно перемешивают. Переносят содержимое стаканов в градуированные пробирки, доливают дистиллированной водой до объема 10 см³ и перемешивают. Идентичные растворы (фильтры) 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

4.5.1. 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^{-1} (мг/кг), указанные в табл. 2, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации кобальта в растворах золи и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн^{-1} (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 0,1 млн^{-1} , 28% - св. 0,1 до 0,3 млн^{-1} и 16% - св. 0,3 млн^{-1} .

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 (ЦИАХО)

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 5157-75	:	2.2.2
ГОСТ 6709-72	:	2.2.1, 2.2.2, 3.2.2, 4.2.2

1	2
ГОСТ 7194-81	I
ГОСТ 9147-80	2.2.I
ГОСТ 10553-75	4.2.2
ГОСТ 10929-76	2.2.2, 3.2.2
ГОСТ 12026-76	2.2.I
ГОСТ 13474-79	2.2.I
ГОСТ 13586.3-83	I
ГОСТ 13979.0-86	I
ГОСТ 18300-87	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 24104-80	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
OCT IO IO6-87	I