

**КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ****Методы определения цинка**

Vegetable feeds.  
Methods for determination of zinc

**ГОСТ**  
**27996—88**

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения и устанавливает атомно-абсорбционный\* и фотометрический методы определения в них массовой доли цинка.

**1. ОТБОР ПРОБ**

Отбор проб — по ГОСТ 1721, ГОСТ 1722, ГОСТ 7194, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

**2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА**

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами цинка, образующимися в пламени при введении в него растворов золы кормов и растворов сравнения с известной концентрацией цинка.

**2.1. Аппаратура, материалы и реактивы**

2.1.1. Для подготовки проб к испытанию и их минерализации применяют:

- измельчитель проб растений ИПР-2, соломорезку;
- сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5 °С;
- мельницу лабораторную МРП-2;
- сито с круглыми отверстиями диаметром 1 мм, изготовленное из стали или алюминия;
- ступку фарфоровую с пестиком;
- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104\*\*;
- печь муфельную, обеспечивающую поддержание температуры 525 °С с погрешностью не более 25 °С;
- щипцы для тиглей муфельные;
- баню водяную;
- плитку электрическую с регулятором нагрева;
- стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250 см<sup>3</sup> с плотно закрывающимися пробками или крышками;
- тигли фарфоровые низкие № 4 по ГОСТ 9147;
- стекла часовые диаметром 5 см;
- палочки стеклянные оплавленные лабораторные диаметром 36—56 мм по ГОСТ 25336;
- пробирки градуированные со шлифом вместимостью 20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;
- штатив для пробирок;
- бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 см<sup>3</sup> или дозаторы агрессивных жидкостей вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> с погрешностью дозирования не более 2 %, выполненные из материалов, не загрязняющих раствор цинком;
- пипетку 2-го класса точности вместимостью 10 см<sup>3</sup>;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:1, 1:10 и 1:40 по объему;

\* По ГОСТ 30692.

\*\* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

воду дистиллированную или деионизированную; пригодность воды для анализа проверяют следующим образом: на электроплитке в стакане вместимостью 200—250 см<sup>3</sup> упаривают 500 см<sup>3</sup> воды. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:40, перемешивают круговым движением, стараясь обмыть стенки стакана, и анализируют по п. 2.3.2 или 3.3.2. Массовая концентрация цинка в полученном растворе не должна превышать 0,2 мкг/см<sup>3</sup> (2 млн<sup>-1</sup> в пересчете на массовую долю в растительном материале).

2.1.2. Для определения цинка в растворе золы применяют:

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

лампу с полым катодом для определения цинка ЛСП-1 или ЛТ-2;

компрессор воздушный мембранный производительностью не менее 20 дм<sup>3</sup>/мин при давлении не менее 300 кПа;

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

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 10 см<sup>3</sup> и пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 см<sup>3</sup>;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:1 и 1:40 по объему;

воду дистиллированную или деионизированную, проверенную по п. 2.1.1;

цинк гранулированный по НТД, х.ч.

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

## 2.2. Подготовка к испытанию

### 2.2.1. Подготовка проб к испытанию

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной до 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 °С до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленную для испытания пробу хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте.

### 2.2.2. Приготовление раствора цинка массовой концентрации 1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А)

1,000 г цинка гранулированного растворяют в 7 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup> в мерной колбе, перемешивают и хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

### 2.2.3. Приготовление раствора цинка массовой концентрации 20 мкг/см<sup>3</sup> (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой помещают 1 см<sup>3</sup> раствора А, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:40, и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес. Допускается приготовление смешанного раствора цинка, меди, марганца, железа.

### 2.2.4. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> из бюретки вместимостью 10 см<sup>3</sup> наливают указанные в табл. 1 объемы раствора Б, доводят до меток соляной кислотой, разбавленной 1:40, и тщательно перемешивают. Растворы сравнения готовят в день проведения испытания. Допускается приготовление смешанных растворов цинка, меди, марганца, железа.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале млн <sup>-1</sup> (мг/кг)
1	0	0	0
2	1	0,2	20
3	2	0,4	40
4	5	1,0	100
5	10	2,0	200



### 2.3. Проведение испытания

#### 2.3.1. Озоление растительного материала и растворение золы

В тигле взвешивают с погрешностью не более 0,002 г навеску испытуемой пробы, подготовленной по п. 2.2.1, массой 0,2 г. Тигель помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 250—300 °С. После прекращения выделения дыма температуру печи поднимают до (525±25) °С и ведут прокаливание в течение трех часов. Затем тигель охлаждают, золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и из бюретки или дозатором приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Тигель помещают на кипящую водяную баню и упаривают кислоту до влажных солей. Из бюретки или дозатором приливают в тигель 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:10, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Раствор золы, не фильтруя, с помощью палочки переносят через воронку в пробирку, установленную в штативе. Тигель, палочку и воронку тщательно обмывают дистиллированной водой, доводят раствор дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Пробу для анализа берут, не взмучивая осадка.

Допускается отделение раствора золы от нерастворившегося остатка фильтрованием через бумажный фильтр.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, проводя его через все стадии анализа, исключая взятие навески испытуемой пробы.

Допускается увеличение массы навески до (2±0,02) г при необходимости анализа испытуемой пробы на содержание меди, марганца, железа. В этом случае перед определением цинка раствор золы разбавляют в десять раз соляной кислотой, разбавленной 1:40.

#### 2.3.2. Определение цинка в растворе золы

2.3.2.1. Определение цинка в растворе золы проводят по аналитической линии 213,9 нм, используя для атомизации пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Пламя окислительное (прозрачное, голубое). Ширину щели монохроматора, расход газов, ток, питающий лампу с полым катодом, устанавливают в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к прибору и лампе. При установке горелки относительно просвечивающего луча добиваются максимальных значений поглощения для растворов сравнения.

2.3.2.2. Приборы, позволяющие считывать показания в единицах пропускания или оптической плотности, градуируют по серии растворов сравнения. При стабилизировавшемся режиме работы прибора в пламя вводят первый раствор сравнения, не содержащий цинк, и устанавливают начало отсчета (нулевое значение оптической плотности или 100 %-ное пропускание). Затем вводят в пламя остальные растворы сравнения в порядке возрастания в них концентрации цинка и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора.

2.3.2.3. Приборы, имеющие цифровые преобразователи измеряемого сигнала в значение концентрации, градуируют по двум растворам сравнения — первому и четвертому. Установив начало отсчета (нулевое значение концентрации) по первому раствору сравнения, в пламя вводят четвертый раствор сравнения и добиваются положения, когда значение отсчета равно соответствующему этому раствору значению массовой доли цинка в растительном материале — 100 млн<sup>-1</sup>. Поочередно вводя в пламя первый и четвертый растворы сравнения, добиваются точной установки указанных значений.

2.3.2.4. Отградуировав прибор по растворам сравнения, в пламя вводят растворы золы и регистрируют соответствующие им показания измерительного прибора. Одновременно проводят контрольный опыт. Через каждые десять измерений в пламя вводят первый и четвертый растворы сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке обнаруживаются отклонения показаний прибора, вызывающие погрешность измерений более чем на 3 % отн., градуировку прибора корректируют или повторяют и последние десять растворов золы анализируют снова.

Если показание прибора для раствора золы превышает показание для пятого раствора сравнения при работе в режиме оптической плотности или пропускания или для четвертого раствора сравнения при работе в режиме «концентрация», раствор золы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:40, и повторяют измерение. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. При использовании приборов, позволяющих считывать показания в единицах пропускания или оптической плотности, по данным, полученным для растворов сравнения, строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают массовые концентрации цинка в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн<sup>-1</sup>, указанные в табл. 1, а по оси ординат — соответствующие им показания измерительного прибора. По градуировочному



графику находят массовые концентрации цинка в анализируемых растворах в пересчете на массовые доли в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$ .

2.4.2. При использовании приборов, позволяющих считывать показания в единицах концентрации, благодаря линейной зависимости показаний от массовой концентрации цинка, в растворе в используемом диапазоне концентраций полученный отсчет равен массовой концентрации цинка в анализируемом растворе в пересчете на массовую долю в растительном материале в  $\text{млн}^{-1}$ .

2.4.3. Массовую долю цинка в воздушно-сухом растительном материале ( $X$ ),  $\text{млн}^{-1}$ , вычисляют по формуле

$$X = K (C - \bar{C}_1), \quad (1)$$

где  $K$  — коэффициент, учитывающий разбавление анализируемого раствора; при анализе неразбавленных растворов  $K=1$ , разбавленных в 2 раза — 2 и т.д.;

$C$  — массовая концентрация цинка в растворе золы в пересчете на массовую долю в растительном материале,  $\text{млн}^{-1}$ ;

$\bar{C}_1$  — среднее арифметическое значений массовой концентрации цинка, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале,  $\text{млн}^{-1}$ .

Значение результата контрольного опыта не должно превышать  $1/3$  массовой доли цинка в растительном материале.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов (СО). За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным в СО содержанием определяемого элемента не превышает  $0,7D$ . В этом случае обязателен выборочный статистический контроль сходимости параллельных определений.

Контрольные анализы проводят в двух параллельных определениях.

2.4.4. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ( $d_{abc}$ ) и между результатами, полученными в разных условиях ( $D_{abc}$ ), при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать следующих значений:

$$d_{abc} = 0,13 \bar{X} + 1,18; \quad (2)$$

$$D_{abc} = 0,35 \bar{\bar{X}} + 1,06, \quad (3)$$

где  $\bar{X}$  — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений,  $\text{млн}^{-1}$ ;

$\bar{\bar{X}}$  — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях,  $\text{млн}^{-1}$ .

Предельную погрешность результата анализа ( $\Delta_\Sigma$ ),  $\text{млн}^{-1}$ , при односторонней доверительной вероятности  $P = 0,95$  вычисляют по формуле

$$\Delta_\Sigma = 0,20 \bar{X} - 0,62, \quad (4)$$

где  $\bar{X}$  — массовая доля цинка,  $\text{млн}^{-1}$  (результат единичного определения или среднее арифметическое результатов двух параллельных определений).

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА С ДИТИЗОНОМ

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения цинка с дитизоном, экстрагированного четыреххлористым углеродом из раствора золы и растворов сравнения с известной концентрацией цинка.

#### 3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

3.1.1. Для подготовки проб к испытанию и их минерализации — по п. 2.1.1.

3.1.2. Для определения цинка в растворе золы применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 520—540 нм;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104;

воронки делительные вместимостью 50—100, 250 и 1000  $\text{см}^3$  по ГОСТ 25336;



## С. 5 ГОСТ 27996—88

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 см<sup>3</sup> или дозатор той же вместимости с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленный из материала, не загрязняющего раствор цинком;

бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 100 см<sup>3</sup> или дозатор вместимостью 10 см<sup>3</sup> с погрешностью дозирования не более 1 %, изготовленный из материала, не загрязняющего раствор цинком;

бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 10 см<sup>3</sup> и пипетки 2-го класса точности вместимостью 5, 10 см<sup>3</sup>;

цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 100, 250, 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

воронки лабораторные диаметром 150 мм по ГОСТ 25336;

фильтры обеззоленные, «синяя» и «белая лента» диаметром 15 см или бумагу фильтровальную лабораторную марки ФНС по ГОСТ 12026; очищают от загрязнения цинком следующим образом: фильтры, вложенные в воронки, дважды заполняют соляной кислотой, разбавленной 1:100, промывают небольшими порциями дистиллированной воды до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге и высушивают на воздухе или в сушильном шкафу при температуре не более 95 °С;

бумагу индикаторную универсальную для определения рН 1—10;

натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.д.а.;

натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, ч.д.а.;

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:5 по объему;

аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч. или ч.д.а., разбавленный дистиллированной водой 1:200 по объему;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, х.ч. или ч.д.а.; пригодность реактива для анализа проверяют следующим образом: примерно 0,001 г дитизона растворяют в 100 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и оставляют в закрытой склянке на сутки в темноте при температуре 5—10 °С. Если окраска раствора дитизона остается изумрудно-зеленой, четыреххлористый углерод пригоден для анализа. Бледно-зеленая или желтая окраска раствора указывает на присутствие в четыреххлористом углероде примесей, разлагающих дитизон. В этом случае четыреххлористый углерод необходимо очистить следующим образом: 500 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода помещают в склянку с пришлифованной пробкой вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют 10 г активированного угля, встряхивают в течение 5 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Обработку повторяют с новой порцией активированного угля. Затем четыреххлористый углерод перегоняют в стеклянном перегонном аппарате, собранном на шлифах;

дитизон (дифенилтиокарбазон) по НТД, ч.д.а.;

цинк гранулированный по НТД, х.ч.;

воду дистиллированную или деионизированную, проверенную по п. 2.1.1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1:1, 1:40 и 1:100 по объему;

кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61, х.ч.;

уголь активированный по ГОСТ 4453.

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

### 3.2. Подготовка к испытанию

#### 3.2.1. Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

#### 3.2.2. Приготовление и очистка запасного раствора дитизона

0,100 г дитизона помещают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 150 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и энергично встряхивают в течение 10 мин. Раствор фильтруют через бумажный фильтр с синей лентой в делительную воронку вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 250 см<sup>3</sup> аммиака, разбавленного 1:200, и энергично встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз нижний органический слой, содержащий продукты разложения дитизона, сливают и отбрасывают, а верхний водный слой, содержащий дитизон, промывают 2 раза 3—5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:5, 500 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и энергично 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 2 раза дистиллированной водой порциями по 250 см<sup>3</sup> и фильтруют через сухой бумажный фильтр, очищенный от загрязнения цинком, в склянку из темного стекла с притертой пробкой. Раствор хранят при температуре 5—10 °С не более 1 мес.

### 3.2.3. Приготовление рабочего раствора дитизона

25 см<sup>3</sup> запасного раствора дитизона помещают в сухую мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

### 3.2.4. Приготовление раствора с массовой долей тиосульфата натрия 50 %

500,0 г тиосульфата натрия растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 3.2.5. Приготовление ацетатного буферного раствора с рН 5

272,0 г уксуснокислого натрия растворяют примерно в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют 58 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и доводят объем полученного раствора до 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной водой.

### 3.2.6. Приготовление маскирующего раствора

1 дм<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с рН 5 смешивают с 25 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия. Полученный раствор очищают от примесей цинка экстракцией раствором дитизона в четыреххлористом углероде. Для этого его помещают в делительную воронку вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 5—7 см<sup>3</sup> раствора дитизона, приготовленного по п. 3.2.2 (допускается использование раствора дитизона, не очищенного от продуктов его разложения), энергично 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, энергично встряхивая его с 5—7 см<sup>3</sup> 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 с белой лентой, очищенный от загрязнения цинком, и хранят при температуре 5—10 °С не более 2 недель.

3.2.7. Приготовление раствора цинка массовой концентрации 1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А) — по п. 2.2.2.

### 3.2.8. Приготовление раствора цинка массовой концентрации 100 мкг/см<sup>3</sup> (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой помещают 10 см<sup>3</sup> раствора А, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:40, и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

### 3.2.9. Приготовление раствора цинка массовой концентрации 5 мкг/см<sup>3</sup> (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой помещают 5 см<sup>3</sup> раствора В, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:40, и перемешивают. Раствор готовят в день проведения испытания.

### 3.2.10. Приготовление раствора сравнения

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> из бюретки вместимостью 10 см<sup>3</sup> наливают указанные в табл. 2 объемы раствора Г, доводят до меток соляной кислотой, разбавленной 1:40, и тщательно перемешивают. Растворы готовят в день проведения испытания.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Г, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация цинка в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн <sup>-1</sup> (мг/кг)
1	0	0	0
2	2	0,2	20
3	4	0,4	40
4	6	0,6	60
5	8	0,8	80
6	10	1,0	100

## 3.3. Проведение испытания

3.3.1. Озольнение растительного материала и растворение золы — по п. 2.3.1.

### 3.3.2. Определение цинка в растворе золы

Из растворов золы и растворов сравнения дозатором или пипеткой берут пробы по 5 см<sup>3</sup>, помещают в делительные воронки вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>, дозатором или из бюретки приливают по 10 см<sup>3</sup> маскирующего раствора, перемешивают и дозатором или из бюретки приливают по 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора дитизона. Встряхивают воронки в течение 1 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода сливают в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм.

Допускается проведение экстракции в других герметично закрывающихся технологических емкостях вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>. Разделение фаз в этом случае проводят в делительных воронках либо отбирают одну из фаз шприцем или пипеткой с грушей.

Экстракты фотометрируют относительно первого раствора сравнения, не содержащего цинк, при длине волны 538 нм, или используя светофильтр с максимумом светопропускания в области 520—540 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности экстракта из раствора золы превышает значение оптической плотности экстракта из шестого раствора сравнения, раствор золы разбавляют соляной кислотой, разбавленной 1:40, и повторяют описанные выше операции в том же порядке. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб растворов золы, растворов сравнения и растворов реагентов при погрешности дозирования не более 1 %.

Все работы с четыреххлористым углеродом следует проводить в вытяжном шкафу.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. По результатам фотометрирования экстрактов из растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации цинка в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн<sup>-1</sup>, указанные в табл. 2, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации цинка в анализируемых растворах в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн<sup>-1</sup>.

3.4.2. Массовую долю цинка в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п. 2.4.3.

3.4.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ( $d'_{abc}$ ) и между результатами, полученными в разных условиях ( $D'_{abc}$ ), при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать следующих значений:

$$d'_{abc} = 0,08 \bar{X}' + 2,07; \quad (5)$$

$$D'_{abc} = 0,78 \bar{\bar{X}}' - 9,69, \quad (6)$$

где  $\bar{X}'$  — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, млн<sup>-1</sup>;

$\bar{\bar{X}}'$  — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, млн<sup>-1</sup>.

Предельную погрешность результата анализа ( $\Delta'_{\Sigma}$ ), млн<sup>-1</sup>, при односторонней доверительной вероятности  $P = 0,95$  вычисляют по формуле

$$\Delta'_{\Sigma} = 0,46 \bar{X}' - 5,67, \quad (7)$$

где  $\bar{X}'$  — массовая доля цинка, млн<sup>-1</sup> (результат единичного определения или среднее арифметическое результатов двух параллельных определений).



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

**С.Г. Самохвалов**, канд. с.-х. наук (руководитель темы); **Н.А. Чеботарева**, канд. биол. наук;  
**Г.И. Горшкова**; **В.А. Чуйков**, канд. биол. наук; **Х.К. Худякова**, канд. биол. наук

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.12.88 № 4538

## 3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	3.1.2
ГОСТ 199—78	3.1.2
ГОСТ 1721—85	1
ГОСТ 1722—85	1
ГОСТ 1770—74	2.1.2; 3.1.2
ГОСТ 3118—77	2.1.1; 2.1.2; 3.1.2
ГОСТ 3760—79	3.1.2
ГОСТ 4204—77	3.1.2
ГОСТ 4453—74	3.1.2
ГОСТ 5457—75	2.1.2
ГОСТ 7194—81	1
ГОСТ 9147—80	2.1.1
ГОСТ 12026—76	3.1.2
ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 13979.0—86	1
ГОСТ 20288—74	3.1.2
ГОСТ 24104—88	2.1.1; 3.1.2
ГОСТ 25336—82	2.1.1; 3.1.2
ГОСТ 27068—86	3.1.2
ГОСТ 27262—87	1
ГОСТ 30692—2000	Вводная часть

## 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ