УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Госагропрома СССР
_____Г.А.Романенко
"__" июня 1988 г.

ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

"МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение бора в растениях и кормах растительного происхождения"

ОСТ 10.154-88

Директор Центрального института агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО) Л.М.Державин

Руководитель разработки, зам.директора по научной работе С.Г.Самохвалов

Старший научный сотрудник А.А.Титова

Старший научный сотрудник Н.А.Целикова

СОГЛАСОВАНО

Заместитель Председателя
ВПНО "Союзсельхозхимия" А.Ф.Косенко

"22" июня 1988 г.

gost.e-ecolog.ru

СССР

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение бора в растениях и кормах растительного происхождения

ОСТ 10.154-88

Издание официальное

Москва

УДК 626.086:546.27.06 Группа С19

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение бора в растениях и кормах растительного происхождения
ОКСТУ 9296

ОСТ 10.154-88

Срок действия с 01.01.89
до 31.12.90

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения бора в растениях и кормах растительного происхождения при агрохимическом обслуживании сельскохозяйственного производства.

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С АЗОМЕТИНОМ АШ

2.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения бора с азометином Ан растворов золы растительных мате-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

риалов и растворов сравнения с известной концентрацией бора.

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-I или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5°С;

центрифугу;

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

мельницу лабораторную МРП-2;

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

ступку фарфоровую с пестиком;

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

печь муфельную по ГОСТ 13474-79;

щипцы для тиглей муфельные;

баню водяную или плитку электрическую с регулятором нагрева;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147-80;

стекла часовые;

палочки стеклянные оплавленные;

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

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 $см^3$ ХС3 или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штативы для пробирок;

дозаторы агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 2% или бюретки 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объеме I и 2 $см^3$;

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

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

2.2.2. Для определения бора в растворе золы применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 400-440 нм;

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

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 $см^3$ ХС3 или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

шприц-дозатор с погрешностью дозирования не более 1%, выполненный из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 $см^3$ раствора золы и растворов сравнения;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 4 и 5 $см^3$;

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

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

бумагу индикаторную универсальную для определения pH 1,0-10,0;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+4 по объему;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллиро-

ванной водой I+40 по объему;

кислоту аскорбиновую по ГОСТ 4815-76, ч.д.а.;

Ан-кислоты мононатриевую соль (I-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты мононатриевую соль, I,5-водную);

альдегид салициловый по ГОСТ 9666-74, ч.д.а.;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3II7-78, х.ч. или ч.д.а.;

этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты динатриевую соль, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ I0652-73, ч.д.а.;

калия гидроокись по ГОСТ 24363-80,х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей I0%;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ I8300-87;

кислоту борную по ГОСТ 9656-75, 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.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.I. Подготовка растительного материала

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

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

Подготовленные к анализу пробы хранят в пластмассовых банках с крышками в сухом месте.

2.3.2. Синтез азометина Ан

18,0 г мононатриевой соли Ан-кислоты растворяют при осторожном нагревании (45-50°С) в 1000 см³ дистиллированной воды и фильтруют раствор в коническую колбу вместимостью 2-3 дм³. Раствор в колбе нейтрализуют раствором гидроокиси калия до pH 7 (примерно 30 см³) по универсальной индикаторной бумаге. Прибавляют по каплям концентрированную соляную кислоту, непрерывно перемешивая раствор, до получения pH 2-3 (примерно 4 см³). Затем небольшими порциями (3-5 см³) прибавляют 20 см³ салицилальдегида, помещают колбу с раствором в водяную баню, нагретую до 60-65°С, и выдерживают при этой температуре в течение 15-20 мин, периодически перемешивая раствор. Затем колбу с теплым раствором помещают на механический встряхиватель и взбалтывают в течение 1 ч. Колбу с раствором оставляют на ночь при комнатной температуре для полного выделения азометина Ан. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают пять раз этиловым спиртом порциями по 20-25 см³ и высушивают при температуре 100-110°С в течение 3 ч. Полученный продукт оранжевого цвета хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте.

2.3.3. Приготовление раствора азометина Ан с массовой долей 0,9%

0,900 г азометина Ан и 2,0 г аскорбиновой кислоты растворяют в дистиллированной воде при осторожном нагревании на водяной бане. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки дистиллированной водой. Хранят раствор в холодильнике не более двух недель. Если при хранении раствор мутнеет, то перед анализом его подогревают на водяной бане до просветления.

2.3.4. Приготовление буферного маскирующего раствора

600,0 г уксуснокислого аммония и 10,0 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1000 см³. К полученному

раствору приливают разбавленную 1+4 серную кислоту до pH 5,2±0,2.

2.3.5. Приготовление смешанного окрашивающего раствора

Смешивают раствор азометина Ан и буферный маскирующий раствор в отношении 1:1. Раствор готовят в день проведения анализа.

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

5,720 г борной кислоты(H_3BO_3) растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см^3 в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более 1 года.

2.3.7. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/ см^3 (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 раствора А, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор хранят не более 1 мес.

2.3.8. Приготовление растворов сравнения

В девять мерных колб вместимостью 50 см^3 из бюретки наливают указанные в табл.1 объемы раствора Б, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы используют для градуировки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

Пробы растительного материала массой 2 г взвешивают с погрешностью не более 0,02 г и помещают в тигли. Тигли ставят в холодную муфельную печь, повышают температуру до 250-300°С и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°С и выдерживают пробы при этой температуре в течение 3 ч. После охлаждения золу смачивают дистиллированной водой, приливают дозатором или из бюретки 1 см^3 разбавленной 1+1 соляной кислоты и упаривают досуха на кипящей водяной бане или электрической плитке.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, $см^3$	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, $мкг/см^3$	Массовая концентрация бора в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $мин^{-1}$ (мг/кг)
I	0	0	0
2	0,5	0,5	2,5
3	I,0	I,0	5
4	2,0	2,0	I0
5	3,0	3,0	I5
6	4,0	4,0	20
7	5,0	5,0	25
8	8,0	8,0	40
9	I0,0	I0,0	50

не допуская разбрызгивания и прокаливания остатка.

К остаткам в тиглях дозатором или из бюретки приливают по 2 $см^3$ разбавленной I+7 соляной кислоты, накрывают тигли часовыми стеклами и выдерживают на кипящей водяной бане в течение I5 мин. Содержимое тиглей с помощью палочек, не фильтруя, переносят через воронки в пробирки вместимостью I0 $см^3$. Ополаскивают тигли, палочки и воронки дистиллированной водой и доводят объемы растворов в пробирках до меток. Содержимое пробирок перемешивают и оставляют до следующего дня для отстаивания или центрифугируют.

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

2.4.2. Определение бора в растворе золы

Из растворов золы растительных материалов и растворов сравнения шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по I $см^3$ и помещают в

сухие пробирки, установленные в штатив. Дозаторами или из бюреток приливают по 5 $см^3$ дистиллированной воды, по 4 $см^3$ смешанного окрашивающего раствора, перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 2 ч. Окраска растворов устойчива более 24 ч. Растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10-20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор, при длине волны 420 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 400-440 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности девятого раствора сравнения, раствор золы разбавляют дистиллированной водой и повторяют анализ. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

2.5. Обработка результатов

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

2.5.2. Массовую долю бора в воздушно-сухом растительном материале (X) в $мин^{-1}$ вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_1),$$

где K - коэффициент, учитывающий разбавление раствора золы и раствора, полученного в контрольном опыте; при анализе неразбавленных растворов K=1, при разбавлении в 2 раза K=2 и т.д.;

C - массовая концентрация бора в растворе золы в пересчете на массовую долю в растительном материале, $мин^{-1}$;

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

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

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

2.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 32% при массовой доле бора от 0,8 до 3,0 $мин^{-I}$, 20% - при массовой доле св. 3,0 до I0,0 $мин^{-I}$ и II% - при массовой доле свыше I0,0 $мин^{-I}$.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С ХИНАЛИЗАРИНОМ

3.I. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения бора с хинализарином растворов золы растительных материалов и растворов сравнения с известной концентрацией бора.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

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

3.2.2. Для определения бора в растворе золы применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 590-625 нм;

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

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

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 $см^3$ ХС3 или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

шприц-дозатор с погрешностью дозирования не более 1%, выполненный из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 $см^3$ раствора золы и растворов сравнения;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 5 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, плотностью 1,84 г/$см^3$, х.ч., или ч.д.а.;

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

кислоту борную по ГОСТ 9656-75, х.ч.;

хинализарин (1,2,5,8-тетраоксиантрахинон), ч.д.а.;

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

Готовят по п.2.3.1.

3.3.2. Приготовление запасного раствора хинализарина

0,150 г хинализарина растворяют в серной кислоте(пл.1,84 г/см^3) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте до 1 года.

3.3.3. Приготовление рабочего раствора хинализарина

10 см^3 запасного раствора хинализарина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой (пл.1,84 г/см^3) и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте до 2 мес.

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

Готовят по п.2.3.6.

3.3.5. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/см^3 (раствор Б)

Готовят по п.2.3.7.

3.3.6. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 из бюретки наливают указанные в табл.2 объемы раствора Б,доливают до метки разбавленной

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см^3	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, мкг/см^3	Массовая концентрация бора в растворе сравнения в пересчете на массовую долю растительном материале, мкг$^{-1}$ (мг/кг)
1	0	0	0
2	0,5	0,5	2,5
3	1,0	1,0	5
4	2,0	2,0	10
5	3,0	3,0	15
6	4,0	4,0	20
7	5,0	5,0	25

1+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы используют для градуировки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

Проводят по п.2.4.1.

3.4.2. Определение бора в растворе золы

Из растворов золы растительных материалов и растворов сравнения шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 1 $см^3$ и помещают в сухие пробирки, установленные в штатив. Из бюретки приливают по 9 $см^3$ рабочего раствора хинализарина, закрывают пробирки пробками, перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 30 мин в темном месте. Затем растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор при длине волны 620 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 590-625 нм. Допускается фотометрирование растворов в пробирках при наличии соответствующих приставок к приборам. Пробирки, используемые для фотометрирования, должны быть одного размера, без дефектов стекла, и при заполнении одним и тем же раствором должны показывать одинаковую оптическую плотность. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности седьмого раствора сравнения, раствор золы разбавляют дистиллированной водой и повторяют анализ. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации бора в растворах сравнения в пересчете на массовые доли

в растительном материале в $мин^{-1}$ (мг/кг), указанные в табл.2, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации бора в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в $мин^{-1}$ (мг/кг).

3.5.2. Массовую долю бора 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 34% при массовой доле бора от 0,8 до 3,0 $мин^{-1}$, 23% - при массовой доле св. 3,0 до 10,0 $мин^{-1}$ и 13% при массовой доле св. 10,0 $мин^{-1}$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным агропромышленным комитетом СССР

Зам.председателя Г.А.Романенко

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

С.Г.Самохвалов, канд.с.-х. наук (руководитель темы),

А.А.Титова, канд. биол.наук, Н.А.Целикова

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

4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН Центральным государственным фондом стандартов и технических условий за № от 1988 г.

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка		Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
I		2
ГОСТ	I72I-85	I.
ГОСТ	I722-85	I.
ГОСТ	I770-74	2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ	3II7-78	2.2.2.
ГОСТ	3II8-77	2.2.I.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ	4204-77	2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ	48I5-76	2.2.2.
ГОСТ	6709-72	2.2.I.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ	7I94-8I	I.
ГОСТ	9I47-80	2.2.I.
ГОСТ	9656-75	2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ	9866-74	2.2.2.
ГОСТ	I0652-73	2.2.2.
ГОСТ	I3474-79	2.2.I.
ГОСТ	I3586.3-83	I.

1	:	2
ГОСТ 13979.0-86		1.
ГОСТ 18300-87		2.2.2.
ГОСТ 20292-74		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 24104-80		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 24363-80		2.2.2.
ГОСТ 25336-82		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 27262-87		1.
ОСТ 10 106-87		1.

gost.e-ecolog.ru