3 05 – 7
262

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СЕРЫ В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Москва ФГНУ "Росинформагротех" 2004

gost.e-ecolog.ru

3 05 – 7
262

СТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
СИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СЕРЫ В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Москва
ФГНУ «Росинформагротех»
2004

**УДК 633:54**
**ББК 41.2**
**М 54**

Методические указания разработаны сотрудниками
Всероссийского научно-исследовательского института агрохимии
им. Д. Н. Прянишникова:
канд. с.-х. наук **В. Г. Прижуковой**, канд. с.-х. наук
**А. А. Шаймухаметовой** и **М. В. Тюховой**

Ответственный за выпуск — ведущий специалист Управления
растениеводства, химизации и защиты растений Россельхоза
**В. Ф. Залетин**




М **Методические указания по определению серы в растениях и кормах растительного происхождения**. — М.: ФГНУ «Росинформагротех», 2004. — 8 с.

Предназначены для специалистов агропромышленного комплекса, занимающихся вопросами контроля содержания серы в растениях и кормах растительного происхождения.

УДК 633:54
ББК 41.2

© Минсельхоз России, 2004

## 1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на извлечении серы из растительного материала путем минерализации его смесью азотной и хлорной кислот, перевода в сульфаты и определении в виде взвеси сульфата бария турбидиметрическим методом. В качестве стабилизатора взвеси используется раствор желатина.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа используют:

фотоэлектроколориметр;

весы лабораторные 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 400 г по ГОСТ 24104;

весы торсионные с погрешностью не более 1 мг;

установку для минерализации растительных образцов с терморегулятором или плитку электрическую с твердым керамическим покрытием, или плитку электрическую с песчаной баней;

пробирки термостойкие вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336 для минерализации растительного материала;

колбы мерные термостойкие вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770 для минерализации растительного материала;

колбы конические стеклянные вместимостью 50-100 $см^3$ по ГОСТ 25336;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2 класса точности по ГОСТ 20292;

посуду мерную лабораторную вместимостью 1000 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 , концентрированную, х.ч.;

кислоту хлорную, 57%-ный раствор, х.ч.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а.;

натрий сернокислый, безводный по ГОСТ 4166, х.ч. ;

желатин по ГОСТ 11293;

натрий гидроокись по ГОСТ 4328 , ч.д.а., раствор с массовой долей 0,5%;

соль динатриевую этилендиамин $N^1$, $N^1$, $N^1$ , $N^1$, — тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б ) по ГОСТ 10652 , ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

### 3.1. Приготовление осаждающего раствора с желатином

200 $см^3$ дистиллированной воды наливают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 500 $см^3$, помещают на плитку и нагревают

до 60-70°С . Снимают стакан с плитки и помещают в него 0,6 г желатина , взвешенного с погрешностью не более 0,1 г. Содержимое стакана размешивают стеклянной палочкой до полного растворения желатина. Полученный раствор охлаждают при комнатной температуре, переливают в колбу с притертой пробкой и оставляют на 16-18 ч в холодильнике при 4°С. По истечении этого времени раствор желатина достают из холодильника и оставляют в лаборатории на 2 ч для достижения комнатной температуры. Затем в него помещают 2,0 г бария хлористого , взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Приготовленный раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более 7 суток . Перед использованием раствор оставляют в лаборатории на 2 ч для достижения комнатной температуры.

### 3.2. Приготовление раствора серы массовой концентрацией 0,1 мг/см$^3$

0,443 г сернокислого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 100-105°С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в холодильнике не более трех месяцев.

### 3.3. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ помещают указанные в таблице объемы раствора , приготовленного по п. 3.2, и добавляют из бюретки по 1 см$^3$ азотной кислоты. Объемы растворов доводят до меток дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

| Характеристика растворов | Номер раствора сравнения | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Объем раствора, приготовленного по п. 3.2 | 0 | 2 | 4 | 7 | 10 | 13 | 16 |
| Концентрация серы в пересчете на 100 см$^3$ минерализата (S, мг/100 см$^3$) | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,7 | 1,0 | 1,3 | 1,6 |

### 3.4. Приготовление щелочного раствора трилона Б

30 г трилона Б растворяют в 1000 см$^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 0,5%.

Раствор используют для мытья кювет фотоэлектроколориметра и колб, в которых к минерализату добавляют осаждающий раствор.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

### 4.1. Минерализация растительных образцов

Пробы воздушно-сухого растительного материала, измельченного и просеянного через сито с отверстиями ∅ 1 мм, массой 0,200 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Пробы помещают в пробирки, если используются специальные установки для минерализации с гнездами для пробирок, или в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ из термостойкого стекла в случае использования для этой цели плитки с термостойким покрытием или с песчаной баней.

К пробам добавляют по 2 см$^3$ смеси 1:1 по объему азотной и хлорной кислот, помещают в установку для минерализации или на плиту и затем нагревают. Если установка для минерализации растительных проб имеет терморегулятор, устанавливают температуру 170-180°С, отклонение температуры от установившегося значения в рабочей камере нагревателя не более ±10°С. Минерализацию на плитке проводят, не допуская бурного кипения. При минерализации вначале идет выделение бурых паров окислов азота, затем белых паров хлорной кислоты. Данная стадия минерализации длится примерно 2 ч.

После прекращения заметного выделения белых паров пробы охлаждают до комнатной температуры, затем к ним добавляют по 1 см$^3$ концентрированной соляной кислоты и снова ставят на минерализацию.

На этой стадии минерализация продолжается до полного обесцвечивания растворов в пробирках или колбах, на что уходит примерно 1 ч. Минерализат охлаждают. Если озоление растительных образцов проводили в пробирках, их содержимое переносят в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$, осторожно смывая дистиллированой водой стенки и дно пробирок, и затем доводят до метки.

Если минерализацию проводили в мерных колбах, их содержимое доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колб перемешивают и оставляют на некоторое время для перемешивания всех компонентов.

Одновременно проводят контрольный (холостой) опыт, проводя его через все стадии анализа, исключая взятие пробы растительного материала.

### 4.2 Турбидиметрическое определение серы

Из растворов сравнения (п. 3.3 ) и минерализатов (п. 4.1 ) отбирают по 10 $см^3$ и помещают в чистые, сухие конические колбы вместимостью 50-100 $см^3$. К ним приливают по 10 см дистиллированной воды, перемешивают с пробой. Затем добавляют по 1 $см^3$ осаждающего раствора с желатином , приготовленного по п. 3.1, и снова содержимое колб тщательно перемешивают в течение нескольких секунд.

Фотометрирование взвеси проводят через 40 мин после прибавления осаждающего раствора с желатином в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 20 мм относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 420 Нм. Перед помещением в кювету содержимое колбы тщательно перемешивают. Взвесь оптически устойчива в течение 4 ч. Если при фотометрировании минерализата показания прибора выше , чем для самого концентрированного раствора сравнения (№ 7, см. таблицу на стр. 4), анализ повторяют. При этом объем анализируемой пробы уменьшают и затем доводят дистиллированной водой до 10 $см^3$.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию серы в растворах сравнения в пересчете на 100 $см^3$ минерализата, по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра. По градуировочному графику находят содержание серы в мг в 100 $см^3$ минерализата.

Если объем анализируемой пробы менее 10 $см^3$, результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько раз была разбавлена проба.

Содержание серы в растениях (X, % на воздушно-сухое вещество ) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(а - б)100}{н\,1000},$$

где а — содержание серы в 100 $см^3$ минерализата , найденное по графику , мг S;

б — содержание серы в 100 $см^3$ раствора контрольного опыта, найденного по графику , мг S;

н — навеска воздушно-сухого растительного материала, г;

1000 — коэффициент пересчета концентрации серы из мг в г;

100 — коэффициент пересчета, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух повторных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допустимые расхождения между результатами двух повторных определений (d) и результатами, полученными в разных условиях (D) при доверительной вероятности p=0,95 не должны превышать следующих значений:

$d = 0{,}017 + 0{,}15\ \bar{x}$

$D = 0{,}033 + 0{,}29\ \bar{\bar{x}}$,

где $\bar{x}$ — среднее арифметическое результатов двух повторных определений, %;

$\bar{\bar{x}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, %.

Допускается проведение анализа без повторных определений при наличии в партии исследуемых проб стандартных образцов (СО). В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости повторных определений) за результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой доли серы не превышает

$$D = 0{,}21\ Хатт + 0{,}023,$$

где Хатт — аттестованное значение определяемого компонента, взятое из свидетельства на СО.

## 6.ТРЕБОВАНИЯ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Требования по технике безопасности должны осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.1.007, ГОСТ, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.0.004 и 12.1.010 и инструкцией по технике безопасности для агрохимических лабораторий.

6.2. Все работы по минерализации растений должны выполняться в вытяжном шкафу.

Работу с концентрированной азотной кислотой и смесью кислот следует выполнять в защитных очках и перчатках.

6.3. Все виды работ может проводить специалист, владеющий техникой подготовки проб, приготовления реагентов для анализа и техникой проведения анализа. Он должен пройти инструктаж по технике безопасности.

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Сущность метода ..... 3
2. Аппаратура, материалы, реактивы ..... 3
3. Подготовка к анализу ..... 3
4. Проведение анализа ..... 5
5. Обработка результатов ..... 6
6. Требования по технике безопасности ..... 7

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СЕРЫ В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Обложка художника *П. В. Жукова*
Компьютерная верстка *Т. В. Морозовой*
Корректор *З. Ф. Федорова*

Набор и верстка на компьютерной системе ФГНУ "Росинформагротех"

---

Подписано в печать 01.11.2004 Формат 60x84/16 Бумага офсетная
Гарнитура шрифта " Times New Roman" Печать офсетная Печ. л. 0,5
Усл. кр.-отт.0,96 Уч.-изд. л. 0,68 Тираж 500 экз. Заказ 353

---

gost.e-ecolog.ru

...эчатано в типографии ФГНУ "Росинформагротех",
141261, пос. Правдинский Московской обл., ул. Лесная, 60