УДК 631.81.095.337 : 546.47.001.4

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 3368—81
	УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ Методы определения содержания цинка	Группа Л19

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общего цинка:

фотометрический с применением дитизона — при содержании цинка от 0,1 до 0,2%;

атомно-абсорбционный — при содержании цинка от 0,1 до 0,3%;

полярографический — при содержании цинка от 0,005 до 0,5%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание цинка находится вне указанных в настоящем стандарте СЭВ пределов, допускается отбирать такую массу навески или аликвотную часть, чтобы концентрация испытуемого раствора соответствовала условиям испытания настоящего стандарта СЭВ.

1.2. Присутствующие в удобрениях органические вещества перед испытанием удаляют упариванием с серной кислотой.

1.3. В стандартах СЭВ на конкретный вид удобрения допускается уточнять условия разложения проб.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИТИЗОНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса цинка с дитизоном и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 538 nm.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

2.2.1. При проведении испытания применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а) и дистиллированную воду.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Гавана, декабрь 1981 г.

gost.e-ecolog.ru

2.2.2. Для проведения испытания применяют:

1) фотоколориметр или спектрофотометр с кюветами с соответствующей толщиной поглощающего свет слоя;

2) сито с квадратными отверстиями с размером стороны не более 0,25 mm или с круглыми отверстиями диаметром не более 0,30 mm;

3) аммиак водный, 25%-ный раствор; готовят по п. 2.3.1 СТ СЭВ 435—77;

4) раствор ацетатный буферный — pH 4,7; готовят по СТ СЭВ 808—77;

5) дитизон, 0,002%-ный раствор, готовят по п. 2.34 СТ СЭВ 435—77;

6) натрий серноватистокислый ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), 10%-ный раствор, очищенный от следов металлов встряхиванием с раствором дитизона. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли;

7) раствор для промывки, готовят следующим образом: 10 cm^3 раствора ацетатного буфера и 10 cm^3 раствора серноватистокислого натрия отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 и доводят водой до метки;

8) кислоту соляную, растворы c (HCl) = 0,001 mol/dm^3 (0,001 н) и 1+1;

9) цинк, основной раствор, содержащий 1 mg цинка в 1 cm^3 раствора, готовят по п. 2.1. 74 б СТ СЭВ 810—77;

10) цинк, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg цинка в 1 cm^3 раствора; готовят следующим образом: 5 cm^3 основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 500 cm^3 и доводят объем до метки раствором соляной кислоты концентрацией 0,001 mol/dm^3;

11) углерод четыреххлористый;

12) кислоту серную, раствор 1+1.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Для испытания пробу массой 50—100 g растирают в ступке и просеивают через сито.

2.3.2. Для гигроскопичных и жидких удобрений метод подготовки пробы для испытания устанавливают в стандарте СЭВ на конкретный вид удобрения.

2.3.3. При отсутствии в удобрении органических веществ 5 g пробы взвешивают с погрешностью не более 0,001 g, переносят в стакан вместимостью 250 cm^3, добавляют 50 cm^3 воды, 20 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1, нагревают до кипения и кипятят в течение нескольких минут, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, доводят объем водой до метки, перемешивают и, в случае необходимости, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу средней плотности в сухую посуду — раствор А.

Отбирают 5 $см^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем водой до метки и перемешивают — раствор В.

Одновременно таким же образом, применяя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы, готовят контрольные растворы:

раствор А′ — эквивалент раствора А;

раствор В′ — эквивадент раствора В.

2.3.4. При наличии в удобрении органических веществ 5 g пробы взвешивают с погрешностью не более 0,001 g, переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты и упаривают до момента выделения белого густого дыма, охлаждают, добавляют 50 $см^3$ воды, 5 $см^3$ раствора соляной кислоты 1+1 и, поступая далее как указано в п. 2.3.3, получают раствор С.

Отбирают 5 $см^3$ раствора С в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем водой до метки и перемешивают — раствор Д.

Одновременно таким же образом, применяя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы, готовят контрольные растворы:

раствор С′ — эквивалент раствора С;

раствор Д′ — эквивалент раствора Д.

2.3.5. Для построения градуировочного графика в пять делительных воронок отбирают 1, 2, 3, 4, 5 $см^3$ раствора сравнения, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 mg цинка, доводят водой до объема 25 $см^3$, добавляют по 5 $см^3$ ацетатного буферного раствора, 5 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия и экстрагируют раствором дитизона порциями по 10 $см^3$ при встряхивании в течение 2 min до тех пор, пока зеленый цвет экстрагента не перестанет изменять свой цвет. Экстракты объединяют, промывают двумя порциями раствора для промывания по 5 $см^3$ каждая и отделяют от водного слоя. Затем экстракты отмывают от избытка дитизона разбавленным раствором аммиака (1+100) (одна капля раствора аммика в 25 $см^3$ воды). Розовые растворы дитизоната цинка помещают в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят объем до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. В случае помутнения растворы фильтруют через бумажный фильтр, промытый разбавленным раствором дитизона в четыреххлористом углероде. Измеряют оптическую плотность полученных растворов по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему цинка. На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, отклады-

вая на оси абсцисс содержание цинка в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.4. Проведение испытания

Отбирают 10 $см^3$ раствора В или Д, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, в делительную воронку, разбавляют водой до объема 25 $см^3$ и далее испытание проводят по п. 2.3.5. Оптическую плотность измеряют по отношению к четыреххлористому углероду.

На основании полученного значения оптической плотности по градуировочному графику определяют содержание цинка в испытуемом растворе в миллиграммах.

Одновременно проводят испытание контрольных растворов В′ или Д′, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, таким же образом и с теми же реактивами, что и при испытании.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Содержание цинка (X_1) в процентах вычисляют по *формуле*

$$X_1 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100 \cdot 100}{M \cdot 1000 \cdot 5 \cdot 10} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

M_1 — содержание цинка в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

M_2 — содержание цинка в котрольном растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

$\frac{100 \cdot 100}{5 \cdot 10}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

2.5.2. *За результат испытания принимают среднее* арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми в абсолютных процентах устанавливают в стандарте СЭВ на конкретный вид удобрения.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на селективном поглощении резонансного излучения, испускаемого лампой с полым цинковым катодом при длине волны 213,8 nm атомами цинка, образующимися при распылении в ацетилено-воздушном пламени испытуемого раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

3.2.1. При проведении испытания применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистилли-

рованную воду, дважды перегнанную (бидистиллят) по п. 2.26 СТ СЭВ 435—77.

Все растворы хранят в полиэтиленовых бутылях. Полиэтиленовые бутыли и лабораторное стекло промывают раствором соляной кислоты 1+1, а затем три раза дистиллированной водой.

Для приготовления растворов рекомендуется применять одну и ту же посуду.

3.2.2. Для проведения испытания применяют:

1) спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа;

2) цинк, основной раствор, содержащий 1 mg цинка в 1 cm^3 раствора; готовят по п. 2.1. 74 б СТ СЭВ 810—77;

3) кислоту соляную, концентрированную и растворы 1+1 и c (HCl) = 0,001 mol/gm^3 (0,001 н);

4) кислоту серную, концентрированную и раствор 1+1;

5) цинк, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg цинка в 1 cm^3 раствора; готовят следующим образом: 10 cm^3 основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1 dm^3 и доводят объем до метки раствором соляной кислоты концентрацией 0,001 mol/dm^3. Раствор используют свежеприготовленным.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. При подготовке к измерению вкладывают в спектрофотометр цинковую лампу, устанавливают монохроматор на длину волны 213,8 nm, включают и стабилизируют. Далее устанавливают поток воздуха и ацетилена, регулируют чувствительность и щель для абсорбции цинка.

3.3.2. Для подготовки испытуемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 отбирают 2 cm^3 раствора А или С, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, и доводят объем водой до метки.

Одновременно таким же образом готовят контрольный раствор, *отбирая 2 cm^3 раствора А′ или С′*, приготовленного по пп. 2.3.3 или 2.3.4.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью 100 cm^3 отбирают 5, 10, 20, 30 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,05; 0,10; 0,20; 0,30 mg цинка, при отсутствии органических веществ добавляют 0,4 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1 или в случае присутствия органических веществ — 0,2 cm^3 раствора серной кислоты 1+1 и 0,1 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1, и доводят объем водой до метки. Растворы устойчивы в течение 7 дней. В определенных по п. 3.3.1 оптимальных условиях устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя раствор, приготовленный тем же способом, но не содержащий цинка,

а затем измеряют абсорбцию растворов. По полученным значениям абсорбции строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание цинка в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения абсорбции.

3.4. Проведение испытания

В определенных по п. 3.3.1 оптимальных условиях измерения абсорбции устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя воду. Затем измеряют абсорбцию испытуемого и контрольного растворов, приготовленных по п. 3.3.2. После каждого измерения абсорбции спектрофотометр регулируют на нуль, фотометрируя воду. Для каждой серии измерений испытуемых и контрольных растворов проверяют соответствующие точки градуировочного графика. На основании полученных значений абсорбции испытуемого и контрольного растворов по градуировочному графику определяют содержание цинка в миллиграммах.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Содержание цинка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100}{M \cdot 1000 \cdot 2} \cdot 100, \qquad (2)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

M_1 — содержание цинка в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

M_2 — содержание цинка в контрольном растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

$\frac{100}{2}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

3.5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми в абсолютных процентах устанавливают в стандарте СЭВ на конкретный вид удобрения.

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на получении в определенных условиях полярографической волны, высота которой пропорциональна содержанию цинка в испытуемой пробе.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1. При проведении испытания применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллированную воду.

4.2.2. Для проведения испытания применяют:

1) полярограф с капельным ртутным электродом;

2) аммиак водный, 25%-ный раствор, готовят по п. 2.3.1 СТ СЭВ 435—77;

3) аммоний хлористый;

4) натрий сернокислый;

5) кислоту азотную концентрированную;

6) кислоту серную концентрированную;

7) кислоту соляную концентрированную, раствор 1+4; 10%-ный раствор, раствор c (HCl) = 0,001 mol/dm³ (0,001 н);

8) воду сероводородную, свежеприготовленную; готовят по п. 2.27 СТ СЭВ 435—77;

9) желатин, раствор; готовят следующим образом: 0,2 g желатина, взвешенного с погрешностью не более 0,01 g, растворяют в 50 cm³ воды при температуре 80°С. Раствор используют свежеприготовленным;

10) раствор аммиачный смешанный; готовят следующим образом: 53,5 g хлористого аммония и 22,2 g сернокислого натрия, взвешенные с погрешностью не более 0,01 g, помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm³, растворяют в 300 cm³ воды, добавляют 78 cm³ раствора водного аммиака, раствор желатина и доводят объем водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным;

11) цинк, основной раствор, содержащий 1 mg цинка в 1 cm³ раствора; готовят по п. 2.1 74б СТ СЭВ 810—77;

12) цинк, раствор сравнения, содержащий 0,05 mg цинка в 1 cm³ раствора; готовят следующим образом: 50 cm³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm³ и доводят объем до метки раствором соляной кислоты, концентрацией 0,001 mol/dm³;

13) азот.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Для приготовления испытуемого раствора в чашке из термостойкого стекла взвешивают с погрешностью не более 0,001 g такое количество пробы, приготовленной по п. 2.3.1., чтобы в нем содержание цинка составило 0,5—10 mg. Затем добавляют 10—20 cm³ воды, 10 cm³ серной кислоты и выпаривают на песчаной бане до появления густого белого дыма, охлаждают и растворяют остаток в воде (около 15 cm³), добавляют 5 cm³ азотной кислоты и вновь выпаривают до появления густого белого дыма. Добавляют 15 cm³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Операцию повторяют дважды. Затем добавляют 1 cm³ 10%-ного раствора соляной кислоты, выпаривают, приливают 15—20 cm³ воды и кипятят до растворения осадка, количест-

венно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки.

В случае присутствия нитратов выпаривание с азотной кислотой не проводят.

Если в удобрении содержится медь и ее количество более, чем в 10 раз превышает содержание цинка, то медь удаляют осаждением сероводородом из подкисленного соляной кислотой раствора 1+4, мутный раствор фильтруют через плотную фильтровальную бумагу, фильтр промывают водой, а избыток сероводорода удаляют кипячением. Фильтрат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки. Отбирают 10 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ аммиачного раствора и доводят объем водой до метки.

Примечание. В случае испытания жидкого удобрения перед определением взвешенную пробу осторожно выпаривают и далее поступают, как описано выше

4.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ отбирают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ раствора сравнения, что соответствует 0,05; 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,0 mg цинка, добавляют по 50 $см^3$ аммиачного смешанного раствора и доводят объем водой до метки. 10 $см^3$ приготовленного раствора помещают в полярографическую ячейку над ртутью, продувают азотом в течение 10 min для удаления кислорода, вставляют капельный ртутный электрод и полярографируют с начальным потенциалом IV, снимая полярограмму каждого раствора и измеряя высоту полярографических волн. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание цинка в миллиграммах, а на оси ординат — высоту полярографической волны в миллиметрах.

4.4. Проведение испытания

10 $см^3$ испытуемого раствора, приготовленного по п. 4.3.1, помещают в полярографическую ячейку и далее испытание проводят по п. 4.3.2. По полученному значению высоты полярографической волны на градуировочном графике определяют содержание цинка в испытуемом растворе в миллиграммах.

4.5. *Обработка результатов*

4.5.1. Содержание цинка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{M_1 \cdot 100}{M \cdot 1000 \cdot 10} \cdot 100, \qquad (3)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

M_1 — содержание цинка в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

$\frac{100}{10}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

4.5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождения между которыми в абсолютных процентах устанавливают в стандарте СЭВ на конкретный вид удобрения

Конец

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ

При отсутствии соответствующих стандартов СЭВ используют нормативно-технические или другие документы в соответствии с национальными законодательствами стран—членов СЭВ участниц Конвенции

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 Автор — делегация ПНР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области химической промышленности

2. Тема 14 130 05.6—77

3. Стандарт СЭВ утвержден на 50 м заседании ПКС

4. Сроки начала применения стандарта СЭВ

Страны—члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно правовых отношениях по экономическому и научно техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1984 г	Январь 1984 г
ВНР	Январь 1984 г	Январь 1985 г
СРВ		
ГДР	Январь 1983 г	Январь 1984 г
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1983 г	Январь 1984 г
СРР	—	—
СССР	Июль 1983 г	—
ЧССР	Июль 1983 г	Январь 1984 г

5. Срок первой проверки — 1990 г, периодичность проверки — 5 лет

Сдано в наб 01 03 82 Подп в печ 22 04 82 0,625 п л 0 53 уч -изд л Тир 860 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д 557, Новопресненский пер , д 3.
типография Издательства стандартов, ул Миндаугo. 12/14 Зак 1480

gost.e-ecolog.ru