УДК 631.81.095.337 : 546.77.001.4

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

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 3367—81
	УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ Методы определения содержания молибдена	Группа Л19

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общего молибдена:

фотометрический с применением тиоцианата калия — при содержании молибдена менее 0,01% и от 0,01 до 0,1%;

атомно-абсорбционный — при содержании молибдена от 0,01 до 0,1%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание молибдена 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 ТИОЦИАНАТА КАЛИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса молибдена с тиоцианатом калия и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 470 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 0,3 mm;

3) спирт изоамиловый или смесь метилизобутилкетона и изоамилацетата 2+1;

4) олово хлористое, 10%-ный раствор в растворе соляной кислоты 1+9;

5) кислоту лимонную, 20%-ный раствор;

6) кислоту соляную концентрированную и растворы 1+1 и 1+9;

7) кислоту серную, растворы $c\ (^1/_2H_2SO_4) = 1$ mol/dm³ (1 н) и 1+1;

8) калия или аммония тиоцианат, 10%-ный раствор;

9) квасцы железо-аммонийные $Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, 0,5%-ный раствор, в растворе серной кислоты 1 mol/dm³;

10) молибден, основной раствор, содержащий 1 mg молибдена в 1 cm³ раствора; готовят по п. 2.1.30 СТ СЭВ 810—77;

11) молибден, раствор сравнения 1, содержащий 0,01 mg молибдена в 1 cm³ раствора; готовят следующим образом: 5 cm³ основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 500 cm³ и доводят объем водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным;

12) молибден, раствор сравнения 2, содержащий 0,002 mg молибдена в 1 cm³ раствора, готовят следующим образом: 100 cm³ раствора сравнения 1 отбирают в мерную колбу вместимостью 500 cm³ и доводят объем водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным;

13) натрий сернокислый безводный.

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 cm³, добавляют 50 cm³ воды, 20 cm³ раствора соляной кислоты 1+1, нагревают до кипения и кипятят в течение нескольких минут, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm³, доводят объем водой до метки, перемешивают и при

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′ — эквивалент 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 1+1 и упаривают до момента выделения густого белого 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. При испытании удобрения, содержащего менее 0,01% молибдена, для построения градуировочного графика в шесть делительных воронок отбирают по 20 $см^3$ воды и 1, 2, 3, 4, 5, 10 $см^3$ раствора сравнения 2, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,020 mg молибдена; разбавляют водой до объема 50 $см^3$, добавляют по 5 $см^3$ соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 2 $см^3$ раствора железо-аммонийных квасцов, 5 $см^3$ раствора тиоцианата калия и, перемешивая, 5 $см^3$ раствора хлористого олова. Через 5 min экстрагируют каждый раствор двумя порциями изоамилового спирта по 10 $см^3$ каждая. Экстракты изоамилового спирта объединяют, промывают двумя порциями раствора хлористого олова по 10 $см^3$ каждая, переносят в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ и доливают объем изоамиловым спиртом до метки. Полученные растворы фильтруют через вату, на которой помещено небольшое количество безводного сернокислого натрия, в кюветы и через 2 min, но не позднее чем через 2 h измеряют оптическую плотность по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему молибдена.

На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание молибдена в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.3.6. При испытании удобрения, содержащего от 0,01 до 0,1% молибдена, для построения градуировочного графика в шесть делительных воронок отбирают по 20 $см^3$ воды и 1, 2, 3, 4, 5, 6 $см^3$ раствора сравнения 1, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 mg молибдена, разбавляют водой до объема 30 $см^3$, добавляют по 5 $см^3$ соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 2 $см^3$ раствора железо-аммонийных квасцов, 5 $см^3$ раствора тиоцианата калия и, перемешивая, 5 $см^3$ раствора хлористого олова. Через 5 min экстрагируют каждый из полученных растворов двумя порциями изоамилового спирта по 10 $см^3$ каждая. Экстракты изоамилового спирта объединяют, промывают двумя порциями раствора хлористого олова по 10 $см^3$ каждая, переносят их в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, доводят объем изоамиловым спиртом до метки. Полученные растворы фильтруют через вату, на которой помещено небольшое количество безводного сернокислого натрия, в кюветы и через 2 min, но не позднее чем через 2 h измеряют оптическую плотность по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему молибдена.

На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание молибдена в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.4. Проведение испытания

2.4.1. При испытании удобрения, содержащего менее 0,01% молибдена для проведения испытания, отбирают в делительную воронку такое количество любого раствора, приготовленного по пп. 2.3.3 или 2.3.4, чтобы оно содержало 0,002—0,02 mg молибдена, разбавляют водой до объема 50 $см^3$ и далее проводят испытание по п. 2.3.5. Оптическую плотность измеряют по отношению к изоамиловому спирту.

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

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

2.4.2. При испытании удобрения, содержащего от 0,01 до 0,1% молибдена, для проведения испытания отбирают в делительную воронку такое количество любого раствора, при-

готовленного по пп. 2.3.3 или 2.3.4, чтобы оно содержало 0,01—0,06 mg молибдена, разбавляют водой до объема 50 cm^3 и далее проводят испытание по п. 2.3.6. Оптическую плотность измеряют по отношению к изоамиловому спирту. На основании полученного значения оптической плотности по градуировочному графику определяют содержание молибдена в испытуемом растворе в миллиграммах.

Одновременно проводят испытание любых контрольных растворов, 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 молибдена (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

f — фактор разбавления испытуемого раствора, равный:

$\frac{100}{V}$ — для растворов А и С;

$\frac{100 \cdot 100}{5 \cdot V}$ — для растворов В и Д;

V — объем испытуемого раствора, отобранный для испытания, cm^3.

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 молибденовым катодом при длине волны 313,3 nm атомами молибдена, образующимися при распылении в ацетилено-воздушном пламени испытуемого раствора.

Примечание. Допускается применять закись азота вместо воздуха.

3 2 Аппаратура, реактивы и растворы

3 2 1 При проведении испытания применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду, дважды перегнанную (бидистиллят) по п 2 2 6 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) молибден, основной раствор, содержащий 1 mg молибдена в 1 cm^3 раствора, готовят по п 2 1 30 СТ СЭВ 810—77,

3) молибден, раствор сравнения, содержащий 0,1 mg молибдена в 1 cm^3 раствора, готовят следующим образом 10 cm^3 основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 и доводят объем водой до метки,

4) кислоту соляную, раствор 1+1

5) кислоту серную, раствор 1+1

3 3 Подготовка к испытанию

3 3 1 При подготовке к измерению вкладывают в спектрофотометр молибденовую лампу, устанавливают монохроматор на длину волны 313,3 nm, включают и стабилизируют Далее устанавливают поток воздуха и ацетилена, регулируют чувствительность и щель для абсорбции молибдена

3 3 2 Для подготовки испытуемого раствора 50 cm^3 раствора А или С, приготовленных по пп 2 3 3 или 2 3 4, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 и доводят объем водой до метки

Одновременно таким же образом готовят контрольный раствор А′ или С′, приготовленный по пп 2 3 3 или 2 3 4, отбирая 50 cm^3

3 3 3 Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 cm^3 отбирают 2,5, 5,0, 10,0, 15,0, 25,0 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,25, 0,50, 1,00, 1,50, 2,50 mg молибдена, при отсутствии органических веществ добавляют 10 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1 или в случае присутствия органических веществ — 5 cm^3 раствора серной кислоты 1+1 и 2,5 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 измерения абсорбции молибдена устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя раствор, приготов-

ленный тем же способом, но не содержащий молибдена, а затем измеряют абсорбцию растворов сравнения. По полученным значениям абсорбции строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание молибдена в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие 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 испытуемого и контрольного растворов проверяют соответствующие точки градуировочного графика. На основании полученных значений абсорбции испытуемого и контрольного растворов по градуировочному графику определяют содержание молибдена в миллиграммах.

3.5. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100}{M \cdot 1000 \cdot 50} \cdot 100, \qquad (2)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100}{50}$ — 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.

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 14.130.05.5—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 0,5 п. л. 0,49 уч-изд л Тир. 860 Цена 3 коп.

...та» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
...типография Издательства стандартов, ул. Миндаугс, 12/14 Зак. 1481

gost.e-ecolog.ru