УДК 631.81.095.337:546.73.001.4

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

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ

СТ СЭВ 3364—81

УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ

Методы определения содержания кобальта

Группа Л19

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общего кобальта:

фотометрический с применением 2-нитрозо-1-нафтола — при содержании кобальта от 0,0003 до 0,0015%;

атомно-абсорбционный — при содержании кобальта от 0,0006 до 0,003%;

фотометрический с применением нитрозо-R-соли — при содержании кобальта от 0,3 до 0,5%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание кобальта 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 2-НИТРОЗО-1-НАФТОЛА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса кобальта с 2-нитрозо-1-нафтолом и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 360—370 nm.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

gost.e-ecolog.ru

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

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) хлороформ, допускается применять изоамилацетат при pH-8;

4) натрий лимоннокислый, 40%-ный раствор;

5) кислоту серную, растворы 1+1 и $c\ (^1/_2H_2SO_4) = 0{,}001$ mol/dm³ (0,001 н);

6) кислоту соляную, растворы 1+1 и $c(HCl) = 2$ mol/dm³ (2 н),

7) водорода перекись, 3%-ный раствор;

8) 2-нитрозо-1-нафтол, раствор, готовят следующим образом: 1 g 2-нитрозо-1-нафтола, взвешенный с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в 100 cm³ ледяной уксусной кислоты и добавляют 1 g активированного угля. Перед применением раствор встряхивают и фильтруют. Допускается очищать водный раствор реактива путем извлечения изоамилацетатом при pH-8;

9) натрий сернокислый безводный;

10) натрия гидроокись, раствор $c(NaOH) = 2$ mol/dm³ (2 н);

11) кобальт, раствор основной, содержащий 1 mg кобальта в 1 cm³ раствора; готовят по п. 2.1.22 СТ СЭВ 810—77;

12) кобальт, раствор сравнения, содержащий 0,001 mg кобальта в 1 cm³ раствора; готовят следующим образом: 1 cm³ основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1 dm³ и доливают раствором серной кислоты концентрацией 0,001 mol/dm³ до метки. Раствор сравнения используют свежеприготовленным.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Для испытания отбирают 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 удобрениях 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, нагре-

вают до кипения и кипятят в течение нескольких минут, раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, доливают объем водой до метки, перемешивают и, при необходимости, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу средней плотности в сухую посуду — раствор А.

Отбирают 5 cm^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, доливают водой до метки и перемешивают — раствор В.

Одновременно таким же образом, используя 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 удобрениях органических веществ 5 g пробы взвешивают с погрешностью не более 0,001 g, переносят в стакан вместимостью 250 cm^3, смачивают водой, добавляют 10 cm^3 раствора серной кислоты 1+1 и упаривают до момента выделения густого белого дыма, охлаждают, добавляют 50 cm^3 воды, 5 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1 и, поступая далее, как указано в п. 2.3.3 настоящего стандарта СЭВ, получают раствор С.

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

Одновременно таким же образом, используя 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 стаканов вместимостью 100 cm^3 последовательно отбирают раствор сравнения в количестве 3; 6; 9; 12; 15 cm^3, что соответствует 0,003; 0,006; 0,009; 0,012; 0,015 mg кобальта, добавляют по 15 cm^3 раствора лимоннокислого натрия, доводят водой объем до 50 cm^3 и добавляют раствор соляной кислоты концентрацией 2 mol/dm^3 или раствор гидроокиси натрия концентрацией 2 mol/dm^3 до получения раствора с pH 3—4 по универсальной индикаторной бумаге.

Затем добавляют по 10 cm^3 раствора перекиси водорода, через 5 min по 1 cm^3 раствора 2-нитрозо-1-нафтола, перемешивают, нагревают до 90°С и оставляют при комнатной температуре на 30 min. Растворы переносят в делительные воронки вместимостью 125 cm^3, добавляют по 10 cm^3 хлороформа (изоамилацетата), энергично встряхивают в те-

чение 2 min и удаляют водный слой. Хлороформные (изоамилацетатные) экстракты дважды обрабатывают раствором соляной кислоты концентрацией 2 mol/dm³ порциями по 20 cm³, встряхивая при этом в течение 1 min и отбрасывая водные слои. Затем добавляют по 20 cm³ раствора гидроокиси натрия, встряхивают в течение 1 min и отбрасывают водные слои. Экстракты фильтруют в кюветы через вату с небольшим количеством безводного сернокислого натрия и измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору, не содержащему кобальта. На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс количество кобальта, содержащееся в растворах сравнения, в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

2.4. Проведение испытания

В сухой стакан вместимостью 100 cm³ отбирают 20 cm³ раствора А или С, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, добавляют 15 cm³ раствора лимоннокислого натрия, доводят водой объем раствора до 50 cm³ и добавляют раствор соляной кислоты концентрацией 2 mol/dm³ или раствор гидроокиси натрия концентрацией 2 mol/dm³ до получения раствора с pH 3—4 по универсальной индикаторной бумаге и далее испытание проводят в соответствии с п. 2.3.5. Оптическую плотность измеряют по отношению к хлороформу (изоамилацетату).

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

Одновременно проводят испытание контрольного раствора А′ или С′, приготовленного по пп. 2.3.3 или 2.3.4 таким же образом и с теми же реактивами, что и при испытании пробы удобрений.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Содержание кобальта (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100}{M \cdot 20 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100}{20}$ — 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 указывают 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 кобальтовым катодом при длине волны 240,7 nm атомами кобальта, 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 дистиллированную 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) кислоту серную, концентрированную, раствор 1+1 и раствор $c(\frac{1}{2}\ H_2SO_4) = 0{,}001$ mol/dm^3 (0,001 н).

3) кислоту соляную, раствор 1+1;

4) кобальт, основной раствор, содержащий 1 mg кобальта в 1 cm^3 раствора; готовят по п. 2.1.22 СТ СЭВ 810—77;

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

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. При подготовке к измерению в спектрофотометр вкладывают кобальтовую лампу, устанавливают монохроматор на длину волны 240,7 nm, включают и стабилизируют спектрофотометр. Далее устанавливают поток воздуха и ацетилена, регулируют чувствительность и щель для абсорбции кобальта.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в три мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают 3; 9; 15 $см^3$ раствора сравнения, что соответствует 0,03; 0,9; 0,15 мг кобальта, при отсутствии органических веществ добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты 1+1 или в случае присутствия органических веществ — 10 $см^3$ раствора серной кислоты 1+1 и 5 $см^3$ раствора соляной кислоты 1+1 и доводят объем водой до метки и перемешивают. В определенных по п. 3.3.1 оптимальных условиях измерения абсорбции кобальта устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя раствор, приготовленный тем же способом, но не содержащий кобальта, а затем измеряют абсорбцию растворов сравнения. По полученным значениям абсорбции строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание кобальта 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 устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя воду. Затем измеряют абсорбцию испытуемых растворов А или С и контрольных растворов А′ или С′, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4. После каждого измерения абсорбции испытуемого раствора спектрофотометр регулируют на нуль, фотометрируя воду. Для каждой серии измерений испытуемых растворов проверяют соответствующие точки градуировочного графика. На основании полученных значений абсорбции испытуемых и контрольных растворов по градуировочному графику определяют содержание кобальта в испытуемом и контрольном растворах в миллиграммах.

3.5. Обработка результатов

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

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

где M — масса навески испытуемой пробы, г;

M_1 — содержание кобальта в испытуемом растворе, определенное по градуировочному графику, мг;

M_2 — содержание кобальта в контрольном растворе, определенное по градуировочному графику, мг.

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

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ НИТРОЗО-R-СОЛИ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса кобальта с нитрозо-R-солью при pH 5,5 в среде ацетатного буфера и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 440 nm.

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) фотоколориметр или спектрофотометр с кюветой с соответствующей толщиной поглощающего свет слоя;

2) нитрозо-R-соль, 0,2%-ный раствор. Хранят раствор в бутылях из темного стекла;

3) кислоту серную, раствор $c(^1/_2H_2SO_4) = 0{,}001$ mol/dm³ (0,001 н).

4) кобальт, основной раствор, содержащий 1 mg кобальта в 1 cm³ раствора, готовят по п. 2.1. 22 СТ СЭВ 810—77;

5) кобальт, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg кобальта в 1 cm³ раствора, готовят соответствующим разбавлением основного раствора кобальта раствором серной кислоты концентрацией $c\ (^1/_2H_2SO_4) = 0{,}001$ mol/dm³;

6) раствор буферный с pH 5,5; готовят следующим образом: взвешивают 100 g уксуснокислого натрия с погрешностью не более 0,1 g, растворяют в 300 cm³ воды, прибавляя по каплям концентрированную соляную кислоту, доводят pH до 5,5 и добавляют воды до объема 500 cm³.

4.3. Подготовка к испытанию

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 25 cm³ отбирают 1; 2; 3; 4; 5 cm³ раствора сравнения, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 mg кобальта, добавляют по 5 cm³ буферного раствора, по 1,5 cm³ раствора нитрозо-R-соли, выдерживают в течение 1 min на кипящей водяной бане, охлаждают и доводят объем водой до метки. Затем измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору, не содержащему кобальта, и строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс количество кобальта в миллиграммах, содержащееся в растворах сравнения, а на оси ординат соответствующие им оптические плотности.

4.4. Проведение испытания

Из раствора В или Д, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, отбирают такую аликвотную часть, чтобы в ней содержалось 0,01—0,05 mg кобальта, помещают в мерную колбу

вместимостью 25 $см^3$ и далее испытание проводят, как указано в п. 4.3. Оптическую плотность измеряют по отношению к воде.

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

Одновременно проводят испытание контрольного раствора 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 пробы удобрения.

4.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot V \cdot 100}{M \cdot 5 \cdot V_1 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

V — вместимость мерной колбы, $см^3$;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, отобранный для определения, $см^3$.

4.5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми в абсолютных процентах указывают 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 — 14.130.05.2—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. к печ. 16.04 82 0,625 п. л. 0,55 уч.-изд. л. Тир. 860 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 663