УДК 631.81.095.337:546.14.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ Методы определения содержания бора	СТ СЭВ 3363—81 Группа Л19

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общего бора:

титриметрический и фотометрический с применением карминовой кислоты — при содержании бора от 0,03 до 2,0%;

фотометрический с применением азометина Н — при содержании бора от 0,01 до 0,008%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание бора 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 сжиганием, а аммонийные соли — кипячением с гидроокисью натрия.

Примечание. В случае определения содержания бора фотометрическим методом с применением азометина Н удаление аммонийных солей не требуется.

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

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании гидроокисью натрия выделившейся в присутствии маннита борной кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

2.2.1. При проведении испытания применяют реактивы лификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллиро ную воду.

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

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

gost.e-ecolog.ru

2.2.2. Для проведения испытания применяют:

1) pH-метр со стеклянным и каломельным электродами;

2) сито с квадратными отверстиями с размером стороны не более 0,25 mm или с круглыми отверстиями диаметром не более 0,3 mm;

3) свинец азотнокислый, 10%-ный раствор;

4) метиловый красный, 0,1%-ный спиртовой раствор; готовят по п. 2.1.24 СТ СЭВ 809—77;

5) кислоту соляную, растворы 1+1 и $c(HCl)=0{,}5$ mol/dm^3 (0,5 н);

6) натрия гидроокись, растворы $c(NaOH)=0{,}05$ mol/dm^3 (0,05 н) и $c(NaOH)=2$ mol/dm^3 (2 н);

7) фенолфталеин, 0,1%-ный спиртовой раствор; готовят по п. 2.1.42 СТ СЭВ 809—77;

8) маннит;

9) кальция окись;

10) бумагу индикаторную универсальную.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Для испытания пробу массой 50—100 g растирают в ступке и просеивают через сито. Отбирают и взвешивают с погрешностью не более 0,001 g навеску массой около 2 g — при содержании бора более 0,1% и около 5 g — при содержании бора менее 0,1%.

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 подготовленную навеску пробы помещают в стакан вместимостью 400 cm^3, растворяют в 200 cm^3 воды, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина, подщелачивают раствором гидроокиси натрия концентрацией 2 mol/dm^3 и кипятят до полного удаления аммонийных солей (полноту удаления проверяют универсальной индикаторной бумагой, помещенной над кипящим раствором). Если красное окрашивание раствора исчезло, то вновь добавляют раствор гидроокиси натрия до получения щелочной реакции и кипятят далее до полного удаления аммонийных солей, поддерживая постоянный объем раствора добавлением воды. После полного удаления аммонийных солей раствор охлаждают, добавляют 5 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1 и перемешивают.

Примечание. Если в удобрении содержится марганец, то в ходе кипячения осаждается коричнево-бурый осадок двуокиси марганца.

2.3.4. При наличии органических веществ навеску пробы, подготовленную по п. 2.3.1 настоящего стандарта СЭВ, помещают в чашку для выпаривания, добавляют 0,2 g окиси кальция на каждые 0,1 грамм пробы, смачивают водой, тщательно перемеши-

вают, выпаривают досуха, осторожно прокаливают при температуре 450°С в течение 3 h. Остаток охлаждают, смачивают 10 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1, нагревают на водяной бане под часовым стеклом в течение 15 min, переносят в стакан вместимостью 400 cm^3, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина, разбавляют водой до объема 100 cm^3 и перемешивают.

2.4. Проведение испытания

Раствор, приготовленный по пп. 2.3.3 или 2.3.4, нагревают до кипения, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия концентрацией 2 mol/dm^3, оставляют на кипящей водяной бане на 5 min, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 cm^3, доводят объем водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности в сухую посуду, отбрасывая первые 10—20 cm^3 фильтрата. 100 cm^3 фильтрата отбирают в стакан вместимостью 250 cm^3, добавляют несколько капель раствора метилового красного, подкисляют раствором соляной кислоты концентрацией 0,5 mol/dm^3, и добавляют раствор гидроокиси натрия концетрацией 0,05 mol/dm^3, доводя pH раствора до 6,3 по pH-метру. Затем добавляют 5 g маннита и титруют раствором гидроокиси натрия концентрацией 0,05 mol/dm^3 до получения pH раствора 6,3 по pH-метру. Дальнейшее добавление маннита не должно изменять pH раствора.

Примечание Если удобрение содержит фосфаты, то на каждые 12%, P_2O_5 к раствору, приготовленному по пп. 2.3.3 или 2.3.4, перед испытанием добавляют 20 cm^3 раствора азотнокислого свинца при навеске 2 g и 50 cm^3 — при навеске 5g.

2.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{0,000541 \cdot V \; 250}{M \cdot 100} \cdot 100, \qquad (1)$$

где V — количество раствора гидроокиси натрия точной концентрации 0,05 mol/dm^3, израсходованное на титрование после добавления маннита, cm^3;

M — масса навески испытуемой пробы, g;

0,000541 — количество бора, соответствующее 1 cm^3 раствора гидроокиси натрия точной концентрации 0,05 mol/dm^3, g;

$\frac{250}{100}$ — 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. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ КАРМИНОВОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса бора с карминовой кислотой и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 625 nm.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

3.2.2. Для проведения испытания применяют:

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

2) кислоту соляную, концентрированную;

3) кислоту серную, раствор 1; готовят следующим образом: к 160 cm^3 воды осторожно приливают 840 cm^3 концентрированной серной кислоты и перемешивают;

4) кислоту серную, раствор 2; готовят следующим образом: к 80 cm^3 воды осторожно приливают 920 cm^3 концентрированной серной кислоты и перемешивают;

5) кислоту фосфорную, раствор; готовят следующим образом: к 1 cm^3 85%-ного раствора фосфорной кислоты приливают 99 cm^3 воды и перемешивают;

6) кислоту карминовую, раствор; готовят следующим образом: 0,025 g карминовой кислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в 100 cm^3 концентрированной серной кислоты и тщательно перемешивают. Раствор используют на следующий день;

7) бор, основной раствор, содержащий 1 mg бора в 1 cm^3 раствора; готовят по п. 2.1.6 СТ СЭВ 810—77;

8) бор, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg бора в 1 cm^3 раствора; готовят следующим образом: 10 cm^3 основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm^3 и доводят объем водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным;

9) гидразин сернокислый.

3.3. Подготовка к испытанию

Для построения градуировочного графика в кварцевые тигли помещают 1; 3; 5; 10 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,01; 0,03; 0,05; 0,10 mg бора, добавляют по 1 cm^3 раствора фосфорной кислоты, выпаривают досуха при температуре 150—180°С, охлаждают, добавляют одну каплю соляной кислоты, 5 cm^3 раствора 1 серной кислоты, по истечении 5 min 5 cm^3 раствора карминовой кислоты и оставляют на 1 h в эксикаторе с раствором 2 серной кислоты. По истечении

времени измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему бора. На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание бора в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

3.4. Проведение испытания

В кварцевый тигель отбирают такое количество фильтрата испытуемого раствора, приготовленного по п. 2.3, чтобы в нем содержалось не более 0,1 mg бора, добавляют 1 cm^3 раствора фосфорной кислоты, выпаривают досуха при температуре 150—180°С, охлаждают, прибавляют одну каплю соляной кислоты, 5 cm^3 раствора 1 серной кислоты и по истечении 5 min 5 cm^3 раствора карминовой кислоты, а затем оставляют на 1 h в эксикаторе с раствором 2 серной кислоты. По истечении времени измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к воде и по градуировочному графику находят содержание бора в миллиграммах.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без испытуемой пробы.

Примечание. Если в испытуемом растворе содержится более 0,5% железа, то после выпаривания добавляют кристаллик сернокислого гидразина и далее испытание проводят, как указано выше.

3.5. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 250}{M \cdot V_1 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (2)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

V_1 — количество испытуемого раствора, отобранное для испытания, cm^3.

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. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АЗОМЕТИНА Н

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса бора с азометином Н при pH (5,2±0,2) и фотометрическом измерении оптической плотности комплекса при длине волны 410 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. Все растворы хранят в полиэтиленовых бутылях.

4.2.2. Для проведения испытания применяют:

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

2) электромешалку;

3) азометин Н [2-оксибензол-имино-8-нафтол-3,6-дисульфоновая кислота] ($C_{17}H_{13}O_8NS$); готовят следующим образом: *18 g 1-амино-8-нафтол-3, 6-дисульфоновой кислоты* (Н кислоты) взвешивают с погрешностью не более 0,1 g, растворяют в 1 dm^3 воды при температуре около 50°С, теплый раствор фильтруют в колбу вместимостью 2 dm^3, нейтрализуют по каплям раствором гидроокиси калия по универсальной индикаторной бумаге, подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH 1,5—3,0, прибавляют по каплям 20 cm^3 салицилового альдегида, перемешивая электромешалкой. Затем энергично перемешивают при температуре 50°С в течение 1 h и дают отстояться в течение ночи. После этого выпавший оранжевый осадок азометина Н отфильтровывают, промывают тремя порциями этилового спирта объемом 30 cm^3 каждая, а затем двумя порциями по 20 cm^3 раствора диэтилового эфира, слабогигроскопичный осадок сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 90—150°С и хранят в эксикаторе над хлористым кальцием. Реактив устойчив в течение нескольких месяцев.

Раствор азометина Н готовят следующим образом: 0,600 g азометина Н и 2,000 g аскорбиновой кислоты, взвешенные с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в воде, нагревая на водяной бане до температуры 35—40°С, охлаждают и разбавляют водой до объема 100 cm^3. Раствор используют свежеприготовленным;

4) кислоту соляную, концентрированную и раствор $c(HCl) = 7$ mol/dm^3 (7н.);

5) альдегид салициловый, 97%-ный;

6) спирт этиловый, 96%-ный;

7) кислоту аскорбиновую;

8) калия гидроокись, 10%-ный раствор;

9) раствор буферный; готовят следующим образом: 500 cm^3 раствора уксуснокислого аммония и 80 cm^3 раствора серной кислоты перемешивают;

10) аммоний уксуснокислый, 50%-ный раствор;

11) кислоту серную, раствор 1+4;

12) соль динатриевую этилендиаминтетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА) по СТ СЭВ 393—76, раствор с (ди-Na-ЭДТА)-0,05 mol/dm^3, готовят следующим образом: 18,612 g ди-Na-ЭДТА, взвешенных с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 dm^3 и доводят объем водой до метки;

13) бор, основной раствор, содержащий 1 mg бора в 1 cm^3 раствора; готовят по п. 2.1.6 СТ СЭВ 810—77;

14) бор, раствор сравнения, содержащий 0,1 mg бора в 1 cm^3 раствора; готовят следующим образом: 100 cm^3 основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm^3 и добавляют объем водой до метки;

15) диэтиловый эфир.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Все растворы при испытании должны иметь температуру (20±1)°C.

4.3.2. Для приготовления испытуемого раствора 10 g пробы взвешивают с погрешностью не более 0,1 g, переносят в стакан вместимостью 400 cm^3, добавляют около 100 cm^3 воды, 10 cm^3 раствора соляной кислоты концентрацией 7 mol/dm^3, нагревают до кипения и кипятят около 5 min. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 cm^3, доводят объем водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухую фильтровальную бумагу средней плотности в сухую посуду.

Одновременно готовят контрольный раствор, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы.

4.3.3. Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 500 cm^3 отбирают 10; 25; 40; 60; 80 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 1; 2,5; 4; 6; 8 mg бора, доводят объем водой до метки и перемешивают.

По 10 cm^3 полученных растворов переносят в пять мерных колб вместимостью 100 cm^3, разбавляют водой до объема 40 cm^3, добавляют 10 cm^3 буферного раствора, 5 cm^3 раствора ди-Na-ЭДТА, перемешивают, добавляют 20 cm^3 раствора азометина Н, доводят объем водой до метки и перемешивают. Раствор выдерживают в течение не менее 3 h в темном месте

при температуре (20±2)°С и измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему бора.

Объем раствора сравнения в колбе 500 см³, см³	Соответствующая масса бора, мг	Масса бора в 10 см³ приготовленного раствора сравнения, мг
10	1	0,02
25	2,5	0,05
40	4,0	0,08
60	6,0	0,12
80	8,0	0,16

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание бора в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

4.4. Проведение испытания

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 5 см³ *испытуемого раствора, приготовленного по п. 4.3.2, разбавляют* водой до объема 40 см³ и далее испытание проводят, как указано в п. 4.3.3. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к воде и по градуировочному графику находят содержание бора в миллиграммах.

Одновременно тем же способом, используя те же реактивы, проводят определение содержания бора в контрольной пробе, отбирая 5 см³ раствора, приготовленного по п. 4.3.2.

4.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 250}{M \cdot 5 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, г;

M_1 — содержание бора в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, мг;

M_2 — содержание бора в контрольном растворе, найденное по градуировочному графику, мг;

$\frac{250}{5}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

4.5.2. 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 14.130.05.1—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 0,58 уч изд л. Тир 860 Цена 3 коп

Отпечатано в «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва Новопресненский пер , 3
Калужская типография стандартов, ул Московская 256 Зак 664

gost.e-ecolog.ru