

3

$\frac{05-7}{262}$

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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



Москва ФГНУ «Росинформагротех» 2004

3 $\frac{05-7}{262}$

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



2005146152

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 см³ по ГОСТ 25336 для минерализации растительного материала;

колбы мерные термостойкие вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770 для минерализации растительного материала;

колбы конические стеклянные вместимостью 50-100 см³ 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 см³ 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 серноокислый, 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 N¹, N¹, N¹, N¹, — 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 см³ дистиллированной воды наливают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 500 см³, помещают на плитку и нагревают

до 60-70°C . 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°C. 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/см³

0,443 г сернокислого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 100-105°C, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора , приготовленного по п. 3.2, и добавляют из бюретки по 1 см³ 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 см³ 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 \varnothing 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 см³ из термостойкого стекла в случае использования для этой цели плитки с термостойким покрытием или с песчаной баней.

К пробам добавляют по 2 см³ 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°C, отклонение температуры от установившегося значения в рабочей камере нагревателя не более $\pm 10^\circ\text{C}$. 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 см³ 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 см³, осторожно смывая дистиллированной 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 см³ и помещают в чистые, сухие конические колбы вместимостью 50-100 см³. К ним приливают по 10 см дистиллированной воды, перемешивают с пробой. Затем добавляют по 1 см³ осаждающего раствора с желатином, приготовленного по п. 3.1, и снова содержащее 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 см³.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию серы в растворах сравнения в пересчете на 100 см³ минерализата, по оси ординат — соответствующие им показания фотозлектроколориметра. По градуировочному графику находят содержание серы в мг в 100 см³ минерализата.

Если объем анализируемой пробы менее 10 см³, 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

$$X = \frac{(a - b)100}{n 1000},$$

где a — содержание серы в 100 см³ минерализата, найденное по графику, мг S;

b — содержание серы в 100 см³ 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:

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

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

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

$$D = 0,21 \text{ Хатт} + 0,023,$$

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

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