



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя
Агропрома СССР

Г.А.Романенко

12 июня 1988 г.

ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

"МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Определение бора в растениях и кормах растительного
происхождения"

ОСТ 10.154-88

Директор Центрального института
агрохимического обслуживания
сельского хозяйства (ЦИАХО)

Руководитель разработки,
зам.директора по научной работе

Старший научный сотрудник

Старший научный сотрудник



Л.М.Державин

С.Г.Самохвалов

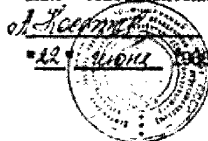
А.А.Титова

Н.А.Целякова

СОГЛАСОВАНО

Заместитель Председателя
ВНУ "Совхозсельхозхимия"

А.Ф.Косенко



12 июня 1988 г.

СССР
ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение бора в растениях и
кормах растительного происхождения

ОСТ 10.154-88

Издание официальное

Москва

УДК 626.086.546.27.06

Группа С19

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Определение бора в растениях и
кормах растительного происхождения

ОСТ 13.154-88

ОКСТУ 9296

Срок действия с 01.01.89
до 31.12.90

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения бора в растениях и кормах растительного происхождения при агрохимическом обслуживании сельскохозяйственного производства.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб кормов растительного происхождения - по ГОСТ 27262-87, ГОСТ 13586.3-83, ГОСТ 13979.0-86, ГОСТ 7194-81, ГОСТ 1721-85, ГОСТ 1722-85, растительных проб с полевых опытов - по ОСТ 10 106-87.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С АЗОМЕТИНОМ АН

2.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения бора с азометином АН растворов зола растительных мате-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

С. 2 ОСТ 10.154-88

риалов и растворов сравнения с известной концентрацией бора.

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

2.2.1. Для подготовки проб к анализу и их озоления применяют: весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104-80;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5°C;

центрифугу;

измельчитель проб растений ИРР-2, соломорезку ИСР-1;

мельницу лабораторную МРП-2;

сито с круглыми отверстиями диаметром 1 мм, изготовленное из стали или алюминия;

ступку фарфоровую с пестиком;

банки пластмассовые вместимостью 250 см³ с плотно закрывающимися крышками;

печь муфельную по ГОСТ 13474-79;

щипцы для тиглей муфельные;

баню водяную или плитку электрическую с регулятором нагрева;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147-80;

стекла часовые;

палочки стеклянные опалавленные;

воронки стеклянные лабораторные диаметром 56 мм по ГОСТ 25336-82;

пробирки градуированные со шрифтом вместимостью 10 см³ ХСЗ или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

дозаторы агрессивных жидкостей с погрешностью дозирования не более 2% или бюретки 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 см³ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объеме 1 и 2 см³;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+1, 1+7 по объему;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

2.2.2. Для определения бора в растворе соли применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 400-440 нм;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;

пробирки градуированные со шкафом вместимостью 10 см³ ХС3 или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

шприц-дозатор с погрешностью дозирования не более 1%, выполненный из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 см³ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 см³ раствора соли и растворов сравнения;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 2%, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 50 см³ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 4 и 5 см³;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 см³ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 см³ по ГОСТ 20292-74;

колбы мерные 2-го класса точности с притертыми пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

бумагу индикаторную универсальную для определения рН 1,0-10,0;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+4 по объему;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллиро-

С.4 ГОСТ Ю.154-80

ванной водой 1+40 по объему;

кислоту аскорбиновую по ГОСТ 4815-76, ч.д.а.;

Аш-кислоты моноватриевую соль (1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты моноватриевую соль, 1,5-водную);

альдегид салициловый по ГОСТ 9666-74, ч.д.а.;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78, х.ч. или ч.д.а.;

этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты динатриевую соль, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 16652-73, ч.д.а.;

натрия гидроксид по ГОСТ 24363-80, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 10%;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

кислоту борную по ГОСТ 9666-75, х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Подготовка растительного материала

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1-3 см, корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60-65°C до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают помпичами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленные к анализу пробы хранят в пластмассовых банках с крышками в сухом месте.

2.3.2. Синтез азометина Ам

18,0 г моноватриевой соли Ам-кислоты растворяют при осторожном нагревании (45–50°C) в 1000 см³ дистиллированной воды и фильтруют раствор в коническую колбу вместимостью 2–3 дм³. Раствор в колбе нейтрализуют раствором гидроокиси калия до pH 7 (примерно 30 см³) по универсальной индикаторной бумаге. Прибавляют по каплям концентрированную соляную кислоту, непрерывно перемешивая раствор, до получения pH 2–3 (примерно 4 см³). Затем небольшими порциями (3–5 см³) прибавляют 20 см³ салицилальдегида, помещают колбу с раствором в водяную баню, нагретую до 60–65°C, и выдерживают при этой температуре в течение 15–20 мин, периодически перемешивая раствор. Затем колбу с теплым раствором помещают на механический встряхиватель и взбалтывают в течение 1 ч. Колбу с раствором оставляют на ночь при комнатной температуре для полного выделения азометина Ам. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают пять раз этиловым спиртом порциями по 20–25 см³ и высушивают при температуре 100–110°C в течение 3 ч. Полученный продукт оранжевого цвета хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте.

2.3.3. Приготовление раствора азометина Ам с массовой долей 0,9%

0,900 г азометина Ам и 2,0 г аскорбиновой кислоты растворяют в дистиллированной воде при осторожном нагревании на водяной бане. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки дистиллированной водой. Хранят раствор в холодильнике не более двух недель. Если при хранении раствор мутнеет, то перед анализом его подогревают на водяной бане до просветления.

2.3.4. Приготовление буферного маскирующего раствора

500,0 г уксуснокислого аммония и 10,0 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1000 см³. К полученному

раствору приливают разбавленную 1+4 серную кислоту до pH 5,2±0,2.

2.3.5. Приготовление смешанного окрашивающего раствора

Смешивают раствор азометина Ам и буферный маскирующий раствор в отношении 1:1. Раствор готовят в день проведения анализа.

2.3.6. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 1 мг/см³ (раствор А)

5,720 г борной кислоты (H_3BO_3) растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см³ в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более 1 года.

2.3.7. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/см³ (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 5 см³ раствора А, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Раствор хранят не более 1 мес.

2.3.8. Приготовление растворов сравнения

В девять мерных колб вместимостью 50 см³ из бюретки наливают указанные в табл. I объемы раствора Б, доливают до метки разбавленной 1+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы используют для градуировки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Озоление растительного материала и растворение золы

Пробы растительного материала массой 2 г взвешивают с погрешностью не более 0,02 г и помещают в тигли. Тигли ставят в холодную муфельную печь, повышают температуру до 250–300°C и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°C и выдерживают пробы при этой температуре в течение 3 ч. После охлаждения золу смачивают дистиллированной водой, приливают дозатором или из бюретки 1 см³ разбавленной 1+1 соляной кислоты и упаривают досуха на кипящей водяной бане или электрической плитке,

Таблица I

Номер раствора сравне- ния	Объем раствора Б, см ³	Массовая концентра- ция бора в растворе сравнения, мкг/см ³	Массовая концентрация бора в растворе сравне- ния в пересчете на мас- совую долю в раститель- ном материале, мгн ⁻¹ (мг/кг)
1	0	0	0
2	0,5	0,5	2,5
3	1,0	1,0	5
4	2,0	2,0	10
5	3,0	3,0	15
6	4,0	4,0	20
7	5,0	5,0	25
8	8,0	8,0	40
9	10,0	10,0	50

не допуская разбрызгивания и прокаливания остатка.

К остаткам в тиглях дозатором или из бюретки приливают по 2 см³ разбавленной 1+7 соляной кислоты, накрывают тигли часовыми стеклами и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. Содержимое тиглей с помощью палочек, не фильтрун, переносят через воронки в пробирки вместимостью 10 см³. Ополаскивают тигли, палочки и воронки дистиллированной водой и доводят объемы растворов в пробирках до меток. Содержимое пробирок перемешивают и оставляют до следующего дня для отстаивания или центрифугируют.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия пробы растительного материала.

2.4.2. Определение бора в растворе золи

Из растворов золи растительных материалов и растворов сравнения шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 1 см³ и помещают в

сухие пробирки, установленные в штатив. Дозаторами или из бюреток приливают по 5 см³ дистиллированной воды, по 4 см³ смешанного окрашивающего раствора, перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 2 ч. Окраска растворов устойчива более 24 ч. Растворы фотометрируют в кюветках с толщиной просветляемого слоя 10-20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор, при длине волны 420 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 400-440 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значения оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности девятого раствора сравнения, раствор золь разбавляют дистиллированной водой и повторяют анализ. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации бора в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн⁻¹ (мг/кг), указанные в табл. I, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации бора в растворах золь и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн⁻¹ (мг/кг).

2.5.2. Массовую долю бора в воздушно-сухом растительном материале (X) в млн⁻¹ вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_T),$$

где K - коэффициент, учитывающий разбавление раствора золь и раствора, полученного в контрольном опыте; при анализе неразбавленных растворов $K=1$, при разбавлении в 2 раза $K=2$ и т.д.;
 C - массовая концентрация бора в растворе золь в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн⁻¹;

C_1 — среднее арифметическое значений массовой концентрации бора, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, мгн^{-1} .

Значение результата контрольного опыта не должно превышать $1/3$ от массовой доли бора в растительном материале.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии стандартных образцов для контроля и достаточной точности контрольных анализов при проведении внешнего и внутрилабораторного контроля. В этом случае выборочный контроль сходности параллельных определений проводят в соответствии с утвержденными нормативно-техническими документами по внутрилабораторному контролю.

2.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 32% при массовой доле бора от 0,8 до 3,0 мгн^{-1} , 20% — при массовой доле св. 3,0 до 10,0 мгн^{-1} и 11% — при массовой доле свыше 10,0 мгн^{-1} .

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С ХИНАЛИЗАРИНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения бора с хинализарином растворов золи растительных материалов и растворов сравнения с известной концентрацией бора.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы, растворы

3.2.1. Для подготовки проб к анализу и их освоения — по п.2.2.1.

С.10 ОСТ 10.154-83

3.2.2. Для определения бора в растворе соли применяют;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 590-625 нм;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;

коды мерные 2-го класса точности с прилифованными пробками вместимостью 50, 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

пробирки градуированные со шкафом вместимостью 10 см³ ХС3 или ХС2 по ГОСТ 25336-82;

штатив для пробирок;

шприц-дозатор с погрешностью дозирования не более 1%, выполненный из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов и не загрязняющих их бором, или пипетку 2-го класса точности вместимостью 1 см³ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 см³ раствора соли и растворов сравнения;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 см³ и бюретку с красным 2-го класса точности вместимостью 5 и 100 см³ по ГОСТ 20292-74;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, плотностью 1,84 г/см³, х.ч., или ч.д.а.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленную дистиллированной водой 1+40 по объему;

кислоту борную по ГОСТ 9656-75, х.ч.;

хлоризарин (1,2,5,8-тетраоксантахион), ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие технические и метрологические характеристики.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Подготовка растительного материала

Готовят по п.2.3.1.

3.3.2. Приготовление запасного раствора хинализарина

0,150 г хинализарина растворяют в серной кислоте (пл.1,84 г/см³) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте до 1 года.

3.3.3. Приготовление рабочего раствора хинализарина

10 см³ запасного раствора хинализарина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой (пл.1,84 г/см³) и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте до 2 мес.

3.3.4. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 1 мг/см³ (раствор А)

Готовят по п.2.3.6.

3.3.5. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/см³ (раствор Б)

Готовят по п.2.3.7.

3.3.6. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 50 см³ из бюретки наливают указанные в табл.2 объемы раствора Б, доливают до метки разбавленной

Таблица 2

Номер сравне- ния	Объем раствора: Б, см ³	Массовая концентра- ция бора в растворе: сравнения, мкг/см ³	Массовая концентрация бора в ра- створе: в растворе: в растворе: сравнения в пересчете на массовую долю бора в растительном ма- териале, мгн ⁻¹ (мг/кг)
1	0	0	0
2	0,5	0,5	2,5
3	1,0	1,0	5
4	2,0	2,0	10
5	3,0	3,0	15
6	4,0	4,0	20
7	5,0	5,0	25

1+40 соляной кислотой и перемешивают. Растворы используют для градуировки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Озоление растительного материала и растворение зола

Проводят по п.2.4.1.

3.4.2. Определение бора в растворе зола

Из растворов зола растительных материалов и растворов сравнения шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по 1 см^3 и помещают в сухие пробирки, установленные в штатив. Из бюретки приливают по 9 см^3 рабочего раствора хинализарина, закрывают пробирки пробками, перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 30 мин в темном месте. Затем растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 20 мм относительно первого раствора сравнения, не содержащего бор при длине волны 620 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 590-625 нм. Допускается фотометрирование растворов в пробирках при наличии соответствующих приставок к приборам. Пробирки, используемые для фотометрирования, должны быть одного размера, без дефектов стекла, и при заполнении одним и тем же раствором должны показывать одинаковую оптическую плотность. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности седьмого раствора сравнения, раствор зола разбавляют дистиллированной водой и повторяют анализ. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации бора в растворах сравнения в пересчете на массовые доли

в растительном материале в мг^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$), указанные в табл.2, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации бора в растворах золи и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в мг^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$).

3.5.2. Массовую долю бора в воздушно-сухом растительном материале вычисляют по п.2.5.2.

3.5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 34% при массовой доле бора от 0,8 до 3,0 мг^{-1} , 23% - при массовой доле св. 3,0 до 10,0 мг^{-1} и 13% при массовой доле св. 10,0 мг^{-1} .

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным агропромышленным комитетом СССР

Зам.председателя Г.А.Романенко

2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИАХО)

С.Г.Самохвалов, канд.с.-х. наук (руководитель темы),

А.А.Титова, канд. биол.наук, Н.А.Целикова

3. ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства "Союзсельхозхимия"
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН Центральным государственным фондом стандартов и технических условий за № от 1988 г.
5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение ИТД, на который дана ссылка		:	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
1		:	2
ГОСТ	1721-85		1.
ГОСТ	1722-85		1.
ГОСТ	1770-74		2.2.2., 3.2.2.
ГОСТ	3117-78		2.2.2.
ГОСТ	3118-77		2.2.1., 2.2.2., 3.2.2.
ГОСТ	4204-77		2.2.2., 3.2.2.
ГОСТ	4815-76		2.2.2.
ГОСТ	6709-72		2.2.1., 2.2.2., 3.2.2.
ГОСТ	7194-81		1.
ГОСТ	9147-80		2.2.1.
ГОСТ	9656-75		2.2.2., 3.2.2.
ГОСТ	9866-74		2.2.2.
ГОСТ	10652-73		2.2.2.
ГОСТ	13474-79		2.2.1.
ГОСТ	13586.3-83		1.

1		:	2
FOCT	I3979.0-86		I.
FOCT	I8300-87		2.2.2.
FOCT	20292-74		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
FOCT	24104-80		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
FOCT	24363-80		2.2.2.
FOCT	25336-82		2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
FOCT	27262-87		I.
OCT	IO 106-87		I.