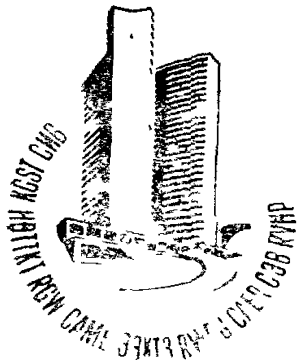

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ
СТ СЭВ 3365–81

УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

Цена 3 коп.

1984

линия скидки

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 марта 1983 г. № 1543 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 3365—81 «Удобрения с микроэлементами. Методы определения содержания меди»

введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР

в договорно-правовых отношениях по сотрудничеству

с 01.07.83

УДК 631.81.095.337:546.56.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ Методы определения содержания меди	СТ СЭВ 3365—81 Группа Л19

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общей меди:

фотометрический с применением N, N-диэтилдитиокарбамата натрия — при содержании меди от 0,02 до 0,4%;

атомно-абсорбционный — при содержании меди от 0,1 до 0,5%;

полярографический — при содержании меди от 0,02 до 0,10%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание меди 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 N, N-ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТА НАТРИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса меди с N, N-диэтилдитиокарбаматом натрия, экстракции его четыреххлористым углеродом или хлороформом и фотометрическом измерении оптической плотности экстракта при длине волны 436 nm.

Примечание. Допускается применять N, N-диэтилдитиокарбамат свинца.

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.

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

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) аммиак, 10%-ный раствор, готовят по п. 2.4 СТ СЭВ 435—77;

4) тимоловый синий, щелочной раствор индикатора; готовят по п. 2.1.35 СТ СЭВ 809—77;

5) углерод четыреххлористый, бидистиллированный;

6) хлороформ;

7) натрия N, N-диэтилдитиокарбамат раствор; готовят следующим образом: 1 g N, N-диэтилдитиокарбамата натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки. В случае помутнения раствор фильтруют. Хранят раствор в холодильнике в бутыли из темного стекла. Раствор устойчив в течение 7 дней;

8) кислоту серную, растворы 1+1 и c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 2 mol/dm^3 (2 н);

9) соль динатриевую этилендиаминтетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА), лимоннокислый раствор; готовят следующим образом: 20 g лимоннокислого аммония и 5 g ди-Na-ЭДТА, взвешенные с погрешностью не более 0,1 g, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки. С целью очистки раствора добавляют 0,1 $см^3$ раствора N, N-диэтилдитиокарбамата натрия и экстрагируют четыреххлористым углеродом или хлороформом. Экстрагирование проводят дважды;

10) медь, основной раствор, содержащий 0,1 mg меди в 1 $см^3$ раствора; готовят следующим образом: 0,393 g сернокислой меди, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, взвешенные с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в 100 $см^3$ раствора серной кислоты концентрацией 2 mol/dm^3 в мерной колбе вместимостью 1 dm^3 и доводят объем водой до метки;

11) медь, раствор сравнения, содержащий 0,002 mg меди в 1 $см^3$ раствора; готовят следующим образом: 5 $см^3$ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят объем до метки раствором серной кислоты, концентрацией 2 mol/dm^3. Раствор готовят перед употреблением;

12) кислоту соляную, раствор 1+1.

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 cm^3, добавляют 50 cm^3 воды, 20 cm^3 раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение нескольких минут, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, доводят 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, 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 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 и, поступая далее, как указано в п. 2.3.3, 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, применяя те же растворы 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 восемь делительных воронок вместимостью 100 cm^3 последовательно отбирают по 10 cm^3 лимоннокислого раствора ди-Na-ЭДТА, раствор сравнения и раствор серной кислоты концентрацией 2 mol/dm^3 в количествах, указанных в таблице.

Количество раствора сравнения, cm^3	Соответствующая масса меди, mg	Количество раствора серной кислоты, cm^3
0	0	25
1	0,002	24
2,5	0,005	22,5
5	0,010	20
10	0,020	15
15	0,030	10
20	0,040	5
25	0,050	0

В воронки добавляют по 2 капли раствора тимолового синего и раствора аммиака до получения зеленого или голубовато-зеленого окрашивания растворов. Растворы охлаждают и добавляют по 1 $см^3$ раствора N, N-диэтилдитиокарбамата натрия и 15 $см^3$ четыреххлористого углерода или хлороформа, содержимое энергично встряхивают в течение 2 min и оставляют стоять до расслоения жидкости. Затем помещают в трубку делительных воронок кусочек ваты и выпускают органический слой в сухие кюветы. Необходимо избегать избыточного освещения растворов. Немедленно измеряют оптическую плотность экстрактов по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему меди. На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание меди в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.4. Проведение испытания

В делительную воронку отбирают 5 $см^3$ раствора В или Д, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, добавляют 10 $см^3$ лимоннокислого раствора ди-Na-ЭДТА, 2 капли раствора тимолового синего и далее проводят испытание, как указано в п. 2.3.5. Оптическую плотность измеряют по отношению к хлороформу. На основании полученного значения оптической плотности по градуировочному графику определяют содержание меди в испытуемом растворе в миллиграммах.

Одновременно проводят испытание контрольных растворов 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.

2.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(M_1 - M_2) \cdot 100 \cdot 100}{M \cdot 5 \cdot 5 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100 \cdot 100}{5 \cdot 5}$ — 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 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 медным катодом при длине волны 324,8 nm атомами меди, 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, растворы 1+1 и c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,001 mol/dm³ (0,001 н);

3) кислоту соляную, раствор 1+1;

4) медь, основной раствор, содержащий 1 mg меди в 1 cm³ раствора; готовят по п. 2.1.29 СТ СЭВ 810—77;

5) медь, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg меди в 1 cm³; готовят следующим образом: 10 cm³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm³ и доводят объем до метки раствором серной кислоты концентрацией 0,001 mol/dm³. Раствор используют свежеприготовленным.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. При подготовке к измерению вкладывают в спектрофотометр медную лампу, устанавливают монохроматор на длину волны 324,8 nm, включают и стабилизируют. Далее устанавливают поток воздуха и ацетилена, регулируют чувствительность и щель для абсорбции меди.

3.3.2. Для подготовки испытуемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 cm³ отбирают 2 cm³ раствора А или С, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, и доводят объем водой до метки.

Одновременно таким же образом готовят контрольный раствор А′ или С′, приготовленные по пп. 2.3.3 или 2.3.4.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в три мерные колбы вместимостью 100 cm³ отбирают 10; 25; 50 cm³ раствора сравнения, что соответствует 0,10; 0,25; 0,50 mg меди, при отсутствии органических веществ добавляют 0,4 cm³ раствора соляной кислоты 1+1 или в случае присутствия органических веществ—0,2 cm³

раствора серной кислоты 1+1 и 0,1 $см^3$ 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 меди устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя раствор, приготовленный тем же способом, но не содержащий меди, а затем измеряют абсорбцию растворов сравнения.

По полученным значениям абсорбции строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание меди в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения абсорбции.

3.4. Проведение испытания

В определенных по п. 3.3.1 оптимальных условиях измерения абсорбции меди 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 меди в миллиграммах.

3.5. Обработка результатов

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

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

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100}{2}$ — 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.

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на получении в определенных условиях полярографической волны, высота которой пропорциональна содержанию меди в испытуемой пробе.

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) полярограф с капельным ртутным электродом;

2) кислоту серную, концентрированную и раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = =0,001 mol/dm³ (0,001 н);

3) медь, основной раствор, содержащий 1 mg меди в 1 cm³ раствора, готовят по п. 2.1.29 СТ СЭВ 810—77;

4) медь, раствор сравнения, содержащий 0,1 mg меди в 1 cm³ раствора, готовят следующим образом: 10 cm³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 cm³ и доводят объем до метки раствором серной кислоты концентрацией 0,001 mol/dm³;

5) фосфаты, раствор, содержащий 5 g P_2O_5 в 1 dm³, готовят следующим образом: 9,58 g однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 100—105°С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 g, переносят в мерную колбу вместимостью 1 dm³ и доводят объем водой до метки;

6) ртуть металлическая;

7) азот.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Для приготовления испытуемого раствора в чашке из термостойкого стекла или фарфора взвешивают с погрешностью не более 0,001 g такую навеску пробы, приготовленной по п. 2.3.1, чтобы содержание меди в ней составляло 2—10 mg, добавляют 5—10 cm³ концентрированной серной кислоты, выпаривают на песочной бане до появления густого белого дыма, растворяют остаток в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm³ и доводят объем водой до метки.

Примечание. В случае испытания жидкого удобрения отмеренное количество осторожно выпаривают и далее поступают, как описано выше.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 cm³ отбирают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 cm³ раствора сравнения, что соответствует 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 mg меди, добавляют по 20 cm³ фосфатного раствора и доводят объем водой до метки. Отбирают 25 cm³ приготовленного раствора, помещают в полярографическую ячейку над ртутью, продувают азотом в течение 10 min для удаления кислорода, вставляют капельный ртутный электрод и полярографируют с начальным потенциалом 0V, снимая полярограмму каждого раствора и измеряя высоту полярографических волн. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание меди в миллиграммах, а на оси ординат — высоту полярографической волны в миллиметрах.

4.4. Проведение испытания

Отбирают 20 $см^3$ испытуемого раствора, приготовленного по п. 4.3.1, в колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ фосфатного раствора и доводят объем водой до метки. Из этого раствора отбирают 25 $см^3$ и далее поступают как в п. 4.3.2. По полученному значению высоты полярографической волны на градуировочном графике определяют содержание меди в испытуемом растворе в миллиграммах.

4.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{M_1 \cdot 100}{M \cdot 20 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

$\frac{100}{20}$ — 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 3—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.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб. 14.09.83 Подп. к печ. 18.01.84 0,75 п. л. 0,75 усл. кр.-отт.
0,50 уч.-изд. л. Тир. 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1110