УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя
Агропрома СССР

_____ Г.А.Романенко

"22" 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 (ЦИНАО) — Л.М.Державин

Руководитель разработки, зам.директора по научной работе — С.Г.Самохвалов

Старший научный сотрудник — А.А.Титова

Старший научный сотрудник — Н.А.Целикова

СОГЛАСОВАНО

Заместитель Председателя
ВПНО "Союзсельхозхимия" — А.Ф.Косенко

"22" 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

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ АГРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Определение бора в растениях и кормах растительного происхождения
ОКСТУ 9296

ОСТ 10.154-88

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 золы растительных мате-

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°С;

центрифугу;

измельчитель проб растений ИПР-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 $см^3$ 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 оплавленные;

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

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 $см^3$ ХС3 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 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объеме 1 и 2 $см^3$;

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 золы 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 шлифом вместимостью 10 $см^3$ 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 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 $см^3$ раствора золы 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 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для дозирования растворов в объемах 4 и 5 $см^3$;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ и бюретку с краном 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

колбы мерные 2-го класса точности с притертыми пробками вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

бумагу индикаторную универсальную для определения pH 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-

ванной водой 1+40 по объему;

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

Ан-кислоты мононатриевую соль (1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты мононатриевую 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 10652-73, ч.д.а.;

калия гидроокись 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 9656-75, 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°С до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами 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 Ан

18,0 г мононатриевой соли Ан-кислоты растворяют при осторожном нагревании (45-50°С) 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°С, 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 Ан. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают пять раз этиловым спиртом порциями по 20-25 см³ и высушивают при температуре 100-110°С в течение 3 ч. Полученный продукт оранжевого цвета хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте.

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

0,900 г азометина Ан 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 Ан 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/см^3 (раствор А)

5,720 г борной кислоты(H_3BO_3) растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см^3 в мерной колбе и перемешивают. Раствор хранят не более 1 года.

2.3.7. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/ см^3 (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 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 см^3 из бюретки наливают указанные в табл.1 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°С и обугливают образцы до прекращения выделения дыма. Затем повышают температуру до (525±25)°С и выдерживают пробы при этой температуре в течение 3 ч. После охлаждения золу смачивают дистиллированной водой, приливают дозатором или из бюретки 1 см^3 разбавленной 1+1 соляной кислоты и упаривают досуха на кипящей водяной бане или электрической плитке,

Таблица I

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, $см^3$	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, $мкг/см^3$	Массовая концентрация бора в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $мкг^{-1}$ (мг/кг)
I	0	0	0
2	0,5	0,5	2,5
3	I,0	I,0	5
4	2,0	2,0	I0
5	3,0	3,0	I5
6	4,0	4,0	20
7	5,0	5,0	25
8	8,0	8,0	40
9	I0,0	I0,0	50

не допуская разбрызгивания и прокаливания остатка.

К остаткам в тиглях дозатором или из бюретки приливают по 2 $см^3$ разбавленной I+7 соляной кислоты, накрывают тигли часовыми стеклами и выдерживают на кипящей водяной бане в течение I5 мин. Содержимое тиглей с помощью палочек, не фильтруя, переносят через воронки в пробирки вместимостью I0 $см^3$. 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 золы

Из растворов золы растительных материалов и растворов сравнения шприц-дозатором или пипеткой берут пробы по I $см^3$ и помещают в

сухие пробирки, установленные в штатив. Дозаторами или из бюреток приливают по 5 $см^3$ дистиллированной воды, по 4 $см^3$ смешанного окрашивающего раствора, перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 2 ч. Окраска растворов устойчива более 24 ч. Растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого 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 значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности девятого раствора сравнения, раствор золы 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 $мкг^{-1}$ (мг/кг), указанные в табл.1, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации бора в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в $мкг^{-1}$ (мг/кг).

2.5.2. Массовую долю бора в воздушно-сухом растительном материале (X) в $мкг^{-1}$ вычисляют по формуле

$$X = K(C - C_1),$$

где K - коэффициент, учитывающий разбавление раствора золы 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 золы в пересчете на массовую долю в растительном материале, $мкг^{-1}$;

C_I - среднее арифметическое значений массовой концентрации бора, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, $мкг^{-1}$.

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 сходимости 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 $мкг^{-1}$, 20% - при массовой доле св. 3,0 до 10,0 $мкг^{-1}$ и 11% - при массовой доле свыше 10,0 $мкг^{-1}$.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРА С ХИНАЛИЗАРИНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на сравнении оптической плотности комплексного соединения бора с хинализарином растворов золы 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 озоления - по п.2.2.1.

3.2.2. Для определения бора в растворе золы 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;

колбы мерные 2-го класса точности с притертыми пробками вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 $см^3$ 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 $см^3$ по ГОСТ 20292-74 для отбора 1 $см^3$ раствора золы и растворов сравнения;

пипетку 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ и бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 5 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, плотностью 1,84 г/$см^3$, 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.;

хинализарин (1,2,5,8-тетраоксиантрахинон), ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

Примечание. 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/см^3) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, 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 см^3 запасного раствора хинализарина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой (пл.1,84 г/см^3) 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/см^3 (раствор А)

Готовят по п.2.3.6.

3.3.5. Приготовление раствора бора с массовой концентрацией 50 мкг/см^3 (раствор Б)

Готовят по п.2.3.7.

3.3.6. Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 из бюретки наливают указанные в табл.2 объемы раствора Б,доливают до метки разбавленной

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см^3	Массовая концентрация бора в растворе сравнения, мкг/см^3	Массовая концентрация бора в растворе сравнения в пересчете на массовую долю растительном материале, мкг$^{-1}$ (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 золы

Проводят по п.2.4.1.

3.4.2. Определение бора в растворе золы

Из растворов золы 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 золы 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 мкг$^{-1}$ (мг/кг), указанные в табл.2, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят массовые концентрации бора в растворах золы и растворах, полученных в контрольном опыте, в пересчете на массовые доли в растительном материале в мкг$^{-1}$ (мг/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 мкг$^{-1}$, 23% - при массовой доле св. 3,0 до 10,0 мкг$^{-1}$ и 13% при массовой доле св. 10,0 мкг$^{-1}$.

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 (ЦИНАО)

   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 НТД, 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
ГОСТ 13979.0-86	1.
ГОСТ 16300-87	2.2.2.
ГОСТ 20292-74	2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 24104-80	2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 24363-80	2.2.2.
ГОСТ 25336-82	2.2.1.,2.2.2.,3.2.2.
ГОСТ 27262-87	1.
ОСТ 10 106-87	1.