УДК 631.81.095.337 : 546.711.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 3366—81
	УДОБРЕНИЯ С МИКРОЭЛЕМЕНТАМИ **Методы определения содержания марганца**	Группа Л19

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

Настоящий стандарт СЭВ устанавливает методы определения содержания общего марганца:

фотометрический — при содержании марганца от 0,1 до 0,5%;

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

полярографический — при содержании марганца от 0,05 до 0,30%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При испытании удобрений, в которых содержание марганца 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

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении марганца (II) до марганца (VII), окрашенного в малиновый цвет, и фотометрическом измерении оптической плотности раствора при длине волны 526 nm.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

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

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) кислоту ортофосфорную концентрированную;

4) кислоту серную, концентрированную и раствор 1+1;

5) калий йоднокислый (мета) (KJO_4);

6) марганец, раствор сравнения, содержащий 0,1 mg марганца в 1 cm^3 раствора, готовят по п. 2.1.28 СТ СЭВ 810—77;

7) кислоту соляную, раствор 1+1.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Для испытания отбирают 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.

Одновременно таким же образом, применяя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы готовят контрольный раствор А′ — эквивалент раствора А.

2.3.4. При наличии в удобрении органических веществ 5g 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.

Одновременно таким же образом, применяя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы, готовят контрольный раствор С′ — эквивалент раствора С.

2.3.5. Для построения градуировочного графика в четыре стакана вместимостью 100 cm^3 отбирают поочередно 2; 5; 10; 15 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 mg марганца, разбавляют водой до объема 50 cm^3, добавляют 2 cm^3 ортофосфорной кислоты, 5 cm^3 концентрирован-

ной серной кислоты, 0,5 g йоднокислого калия, взвешенного с погрешностью 0,05 g, перемешивают, нагревают почти до кипения и выдерживают при 90°С в течение 30 min. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, доводят объем водой до метки и измеряют оптическую плотность по отношению к раствору, приготовленному тем же способом, но не содержащему марганца. На основании полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание марганца в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

2.4. Проведение испытания

5 cm^3 раствора А или С, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, отбирают в стакан вместимостью 100 cm^3, выпаривают досуха при слабом нагревании, охлаждают, добавляют 10 cm^3 воды, 2 cm^3 ортофосфорной кислоты, 5 cm^3 концентрированной серной кислоты, раствор нагревают до растворения остатка и появления густого белого дыма. Затем раствор охлаждают, добавляют 50 cm^3 воды, 0,5 g йоднокислого калия и проводят испытание, как указано в п. 2.3.5. Оптическую плотность измеряют по отношению к воде. Одновременно проводят испытание контрольного раствора А′ или С′, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4, таким же образом и с теми же реактивами, что и при испытании.

2.5. Обработка результатов

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

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

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100}{5}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

2.5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождения 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 марганцевым катодом при длине волны 279,5 nm атомами марганца, 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) атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа;

2) кислоту соляную, раствор 1+1;

3) марганец, основной раствор, содержащий 1 mg марганца в 1 cm^3 раствора; готовят по п. 2.1.27 СТ СЭВ 810—77.

Примечание. Допускается приготовление основного раствора следующим образом: 1,000 g металлического марганца, взвешенного с погрешностью не более 0,001 g, растворяют в 20 cm^3 раствора соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 dm^3 и доводят объем водой до метки;

4. марганец, раствор сравнения, содержащий 0,01 mg марганца в 1 cm^3 раствора; готовят следующим образом: 10 cm^3 основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1 dm^3 и доводят объем водой до метки. Раствор сравнения используют свежеприготовленным;

5) кислоту серную концентрированную и раствор 1+1.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. При подготовке к измерению вкладывают в спектрофотометр марганцевую лампу, устанавливают монохроматор на длину волны 279,5 nm, включают и стабилизируют. Далее устанавливают поток воздуха и ацетилена, регулируют чувствительность и щель для абсорбции марганца.

3.3.2. Для приготовления испытуемого раствора 2 cm^3 раствора А или С, приготовленных по пп. 2.3.3 и 2.3.4, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 и доводят объем водой до метки. Одновременно таким же образом готовят контрольный раствор, отбирая 2 cm^3 раствора А′ или С′, приготовленных по пп. 2.3.3 или 2.3.4.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в три мерные колбы вместимостью 100 cm^3 отбирают 10; 25; 50 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,10; 0,25; 0,50 mg

марганца, при отсутствии органических веществ добавляют 0,4 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1 или в случае присутствия органических веществ — 0,2 cm^3 раствора серной кислоты 1+1 и 0,1 cm^3 раствора соляной кислоты 1+1, и доводят водой до метки. Растворы устойчивы в течение 7 дней. В определенных по п. 3.3.1 оптимальных условиях измерения абсорбции марганца устанавливают нуль абсорбции, фотометрируя раствор, приготовленный тем же способом, но не содержащий марганца, а затем измеряют абсорбцию растворов сравнения. По полученным значениям абсорбции строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание марганца в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения абсорбции.

3.4. Проведение испытания

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

3.5. Обработка результатов

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

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

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

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

$\frac{100}{2}$ — фактор разбавления испытуемого раствора.

3.5.2. За результат испытания принимают среднее арфметическое 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 марганца 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) азот;

3) калия гидроокись, 10%-ный раствор;

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

5) кислоту лимонную, 10%-ный раствор;

6) калий цианистый, раствор c (KCN) = 2mol/dm³ (2 н);

7) фосфаты, раствор, содержащий 5 g P_2O_5 в 1 dm³ раствора, готовят следующим образом: 9,58 g фосфорнокислого калия однозамещенного KH_2PO_4, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—105°C и взвешенного с погрешностью не более 0,01 g, помещают в мерную колбу вместимостью 1 dm³ и доводят объем водой до метки;

8) кислоту серную концентрированную;

9) марганец, основной раствор, содержащий 1 mg марганца в 1 cm³; готовят по п. 2.1.27 СТ СЭВ 810—77;

10) марганец, раствор сравнения, содержащий 0,1 mg марганца в 1 cm³ раствора; готовят следующим образом: 10 cm³ основного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm³ и доводят объем водой до метки.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Для приготовления испытуемого раствора в платиновой чашке взвешивают с погрешностью не более 0,001 g такую массу пробы, подготовленной по п. 2.3.1, чтобы содержание марганца в ней составило 5—30 mg, добавляют 5—10 cm³ серной кислоты, выпаривают на песочной бане до появления густого белого дыма. Эту операцию повторяют дважды. Затем пробу растворяют в 50 cm³ воды, 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.

10 cm³ полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 100 cm³, добавляют 10 cm³ раствора лимонной кислоты, 2—3 капли раствора метилового красного, подщелачивают раствором гидроокиси калия и доводят объем водой до метки.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 cm^3 отбирают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 cm^3 раствора сравнения, что соответствует 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 mg марганца, добавляют по 50 cm^3 раствора фосфатов, 10 cm^3 раствора лимонной кислоты, 2—3 капли раствора метилового красного, подщелачивают раствором гидроокиси калия и доводят объем водой до метки.

10 cm^3 полученного раствора вносят в полярографический сосуд, помещают над ртутью, добавляют 10 cm^3 раствора цианистого калия, продувают азотом в течение 10 min для удаления кислорода, вставляют капельный ртутный электрод и полярографируют с начальным потенциалом 0,4 V, снимая полярограмму каждого раствора и измеряя высоту полярографических волн. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание марганца в маллиграммах, а на оси ординат — высоту полярографической волны в миллиметрах.

4.4. Проведение испытания

10 cm^3 испытуемого раствора, приготовленного по п. 4.3.1, помещают в полярографический сосуд и далее испытание проводят, как указано в п. 4.3.2. По полученному значению высоты полярографической волны на градуировочном графике определяют содержание марганца в испытуемом растворе в миллиграммах.

4.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{M_1 \cdot 100}{M \cdot 10 \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где M — масса навески испытуемой пробы, g;

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

$\frac{100}{10}$ — 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 4—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 в печ 16 04 82 0 5 п л 0,51 уч изд л Тир 860 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва Д 557, Новопресненский пер , д 3
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул Миндауго, 12/14 Зак 1482