

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ФГБОУ ВО «ИНГУШСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Агроинженерный факультет
Кафедра агрономии



ПРАКТИКУМ ПО АГРОХИМИИ
для обучающихся по направлению специальности
35.03.04 Агрономия

Магас, 2022

Авторы: доцент ИнГУ, к.б.н. Леймоева А.Ю., доцент ИнГУ, к.с/х.н. Хашагульгов У.А., доцент ИнГУ, к.б.н. Хашагульгова М.А.

Рецензенты:

Директор ФГБНУ «Ингушский НИСХ» к.с/х.н.
Базгиев М.А.

Ведущий научный сотрудник ФГУ «Станция агрохимической службы «Ингушская» к.с/х.н. Барахоев Х.М.

Методические указания для лабораторных занятий по агрохимии для студентов по направлению подготовки 35.03.04 Агрономия.

В методическом пособии изложены методы по определению физико-химических свойств почв и содержания элементов питания в них, а также химического состава растений и основных показателей качества растениеводческой продукции.

ВВЕДЕНИЕ

Для получения стабильного уровня урожайности сельскохозяйственных культур надлежащего качества специалисты агрономического профиля должны знать условия выращивания и пути их регулирования.

Из всех факторов, влияющих на растения, наиболее регулируемый – почва. Поэтому в субстратах, на которых планируют возделывание культур, необходимо знать их агрохимические и физикохимические показатели, используемые также при расчете доз мелиорантов, органических и минеральных удобрений, необходимых для нормального роста, развития растений и повышения (сохранения) плодородия почвы.

Специалисты сельского хозяйства стремятся не только получить определенный уровень урожайности культуры, но и качественную продукцию, характеризующуюся комплексом показателей, определяющих её ценность и назначение. Знание элементного состава растений позволяет определить потребность последних в элементах питания и провести при необходимости своевременную подкормку.

Прежде чем приступить к выполнению лабораторных работ, необходимо ознакомиться с правилами техники безопасности при работе в агрохимической лаборатории, внимательно изучить ход аналитической работы, химическую посуду, лабораторное оборудование и приборы, необходимые для выполнения данной работы, и с порядком записи в тетрадях. Работать в лаборатории нужно в халатах, а при выполнении некоторых работ и в перчатках.

Запись анализа в рабочей тетради проводить в следующей последовательности:

- принципа метода;
- оборудование, посуда, реактивы; - краткое описание хода работы;
- вычисление результатов (при необходимости построение калибровочного графика); - выводы.

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ В УЧЕБНОЙ АГРОХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Создание необходимых условий работы в учебных агрохимических лабораториях, строгое соблюдение правил техники безопасности и методики проведения анализа являются основной предпосылкой предупреждения несчастных случаев.

В агрохимических лабораториях не разрешается работать без спецодежды. В помещениях лаборатории запрещается курить, принимать пищу или хранить продукты питания, загромождать рабочие столы посторонними предметами, громко разговаривать или пользоваться радиоприборами. Любой шум отвлекает внимание работающего в лаборатории и может привести к ошибкам или несчастным случаям.

При работе с кислотами и щелочами необходимо соблюдать следующие правила. Растаривание (из бутылей в склянки) крепких кислот, щелочей и аммиака осуществляют с помощью сифонов, в защитных очках, резиновых перчатках, фартуке и сапогах. Концентрированные кислоты и другие летучие жидкости переливают только в вытяжном шкафу.

При использовании концентрированных кислот для приготовления растворов во избежание их разбрызгивания при нагревании приливают кислоту в воду, а не наоборот.

Гранулированную (твердую) щелочь растворяют в фарфоровой чашке при постоянном перемешивании и охлаждении. Особая

предосторожность необходима при работе с горячими кислотами и щелочами.

Пролитые кислоты смывают водой и нейтрализуют содой или мелом до прекращения вскипания.

Ядовитые вещества, едкие и летучие жидкости берут с помощью цилиндров или пипеток, снабженных специальным заборным устройством (резиновой грушей, шприцем).

Недопустимо использование открытых электронагревательных приборов, спиртовых и газовых горелок при работе с легковоспламеняющимися веществами. Запрещается хранение в лабораториях легковоспламеняющихся жидкостей (бензина, эфира, ацетона и др.) в количестве большем, чем необходимо для выполнения текущей работы. Хранят их в толстостенных склянках с притертыми пробками в вытяжных шкафах, удаленных от огня и обогрева. Категорически запрещается выливать легковоспламеняющиеся жидкости в канализацию. Отработанные жидкости собирают в специальную герметически закрывающуюся тару, а в дальнейшем в зависимости от их ценности либо регенерируют, либо сжигают в безопасном месте.

Запрещается оставлять без присмотра работающие приборы с легковоспламеняющимися и взрывоопасными веществами, газовые горелки, сетевые аналитические и электронагревательные приборы.

Правила первой помощи при работе в лаборатории следующие. При механических ранениях и порезах стеклом рану промывают 23%-ным раствором марганцовокислого калия или 3%-ным раствором перекиси водорода, края раны дезинфицируют спиртовым раствором йода, перевязывают стерильным бинтом. При глубоких порезах или ранениях кровотечение останавливают тампоном ваты, смоченным в 2-3%-ном растворе хлорида железа или перекиси водорода, и обращаются в лечебное учреждение. При сильном кровотечении до прихода врача накладывают резиновый жгут.

При тепловых ожогах пораженное место смачивают 3%-ным раствором питьевой соды или марганцовокислого калия, после чего смазывают мазью от ожогов и накладывают повязку. Лучшее средство для примочек - 96%-ный этиловый спирт. При тяжелых ожогах делают только примочки из марганцовокислого калия, накладывают сухую стерильную повязку и направляют на лечение к врачу.

При химических ожогах (кислотами, щелочами и другими едкими веществами) прежде всего ватным тампоном удаляют с пораженного места остатки (капли), промывают большим количеством воды и обрабатывают нейтрализующими веществами - 2-3%-ным раствором питьевой соды или бикарбоната аммония при поражении кислотой и 2%-ным раствором уксусной кислоты при поражении щелочью. Пораженные места смазывают мазью от ожогов или борным вазелином и накладывают повязку.

При попадании едких или ядовитых веществ в органы пищеварения немедленно вызывают рвоту с помощью пальцев или 1%-ного раствора медного купороса (нужно принять примерно одну столовую ложку раствора) или мыльной воды, промывают желудок пострадавшего водой и дают молоко, активированный уголь или крепкий чай.

При поражении электротоком немедленно обесточивают пострадавшего путем отключения рубильника или устранения контакта с ним при помощи любого изоляционного материала (резиновых перчаток, палки и т. п.) и тотчас же делают искусственное дыхание в течение 1-2 ч до прихода медицинского работника.

1. АНАЛИЗ РАСТЕНИЙ

В процессах жизнедеятельности растений в их органах создаются и накапливаются органические вещества - белки, жиры, углеводы. В зависимости от культуры и условий ее выращивания содержание этих веществ в урожаях подвержено значительным колебаниям. К питательной ценности растительной продукции, ее кормовым достоинствам и качеству предъявляются определенные требования. В связи с этим, для качественной оценки урожаев, возникает необходимость в проведении их анализа на содержание белков, сырого протеина, жира, крахмала, сухих веществ и др.

Анализ растений необходим также для изучения их питания, диагностики потребности в удобрениях, выполняя анализы

растений, можно более углубленно изучить взаимодействие между растением, почвой и удобрением, тем самым более продуктивно использовать туки.

1.1.Отбор образцов и подготовка их к химическому анализу

Исходный образец (первоначальная проба) берется небольшими порциями и обязательно во многих местах исследуемого объекта. Масса его устанавливается специальными правилами, инструкциями, стандартами. Доставленный в лабораторию исходный образец служит материалом для отбора средней пробы. Первоначальную пробу рассыпают или раскладывают тонким слоем на стекле или на чистом листе фанеры и из многих мест ее берут в стеклянную банку или картонную коробку небольшое количество материала.

Средняя проба после соответствующей подготовки является материалом аналитической пробы.

Масса аналитической пробы зависит от количества и методики проводимых исследований и колеблется от 50 до 100г растительного материала и от 200 до 1 кг почвы.

Отбирается аналитическая проба следующим образом: при помощи шпателя или ложки материал ровным, тонким слоем распределяется на листке глянцевой или пергаментной бумаги, делится диагоналями на четыре части. Два противоположных треугольника убираются, а оставшееся вещество вновь распределяется на листке бумаги. Так, поступают до тех пор, пока не останется количество вещества, необходимое для аналитической пробы.

Отобранная аналитическая проба переносится в стеклянную банку или пакет и хранится для следующих анализов.

1.2. Определение сухого вещества и влаги

Значение анализа. Анализируемый материал, находящийся в соприкосновении с воздухом, поглощает некоторое количество влаги из воздуха. Эта поглощенная вода называется гигроскопическая. При химическом анализе количественное содержание того или иного вещества рассчитывают на абсолютно сухое вещество. Поэтому перед проведением анализа определяют гигроскопическую влагу и, тем самым, находят содержание в нем сухого вещества.

Принцип метода. Определение сухого вещества и влаги проводится весовым методом.

Ход анализа. Берут чистый бюкс. Вес его устанавливают путем взвешивания на аналитических весах. Аналитическую пробу 2-5 г. равномерно распределяют по дну бюкса. Затем бюкс вместе с крышкой и пробой взвешивают. После взвешивания бюкс помещают в сушильный шкаф при температуре 100-105 °С на 4-6 часов. Высушенный образец переносят в эксикатор на 20-30 мин. и после этого взвешивают. Иногда 4-6 часов бывает недостаточно для высушивания и образец помещают в сушильный шкаф еще на 1-2 часа. После этого взвешивают повторно. Порядок записи результатов взвешивания и вычислений:

1. Название образца _____
2. Номер бюкса _____
3. Вес бюкса – а _____
4. Вес бюкса с исходной навеской – б _____
5. Навеска анализируемого вещества - в, $v = b - a$ _____
6. Вес бюкса с навеской после высушивания – с _____
7. Вес влаги - е, $e = b - c$ _____
8. Вес абсолютно сухого вещества - о, $o = c - a$ _____
9. Процент сухого вещества – х _____

$$x = (100 - y) / 100$$

Зная процент сухого вещества во взятой навеске, легко вычислить процент гигроскопической влаги (у):

$y = 100 - x$, где

у-процент гигроскопической влаги, х-процент сухого вещества.

Для вычисления количества тех или иных веществ в сухой пробе удобно пользоваться коэффициентом (поправкой на содержание воды), на который умножают количество данного вещества, полученного при анализе.

Коэффициент вычисляют по формуле:

$$K = (100 - y) / 100, \text{ где}$$

у - процент гигроскопической влаги.

1.3. Определение "сырой" золы сухим озолением

Значение анализа. Остаток, получаемый после сжигания кормов, называют "сырой" золой, поскольку в нем, кроме основных минеральных элементов, содержатся механические примеси (песок, глина и др.), несгоревшие частицы угля и другие неорганические примеси.

Содержание золы в растениях дает возможность учесть количественное наличие несгораемой части в различные периоды роста, проследить за динамикой золы в разных органах, определить в общей золе долю составляющих ее элементов.

В золе растительных материалов определяются такие питательные вещества, как фосфор, калий, кальций, магний и др.

Принцип метода. Сжигание растительной пробы в муфельной печи, в результате которого органические вещества сгорают с

образованием летучих соединений, а в золе в виде оксидов остаются содержащиеся в растениях элементы минерального питания. Зола при этом называют «сырой», так как в ней кроме оксидов могут содержаться соли угольной кислоты, обуглившиеся частицы органических веществ, механические примеси песка и глины.

Ход анализа. На аналитических весах взвешивают 1 г вещества в сухом тарированном тигле, после чего тигель помещают в муфельную печь на 0,5-1 час. Во избежание потерь фосфора, калия и др. тигель не следует нагревать сильнее темно-красного каления.

Окончив прокаливание и охладив тигель в эксикаторе, определяют вес взвешиванием тигля. Путем повторного прокаливания в течение 15-20 мин. и взвешивания убеждаются в полном сгорании органического вещества.

Вычисление результатов. Вычисление сырой золы производится по формуле:

$$x = (a \cdot 100) / n, \text{ где}$$

x - процент золы в растительном материале,

a - вес золы в граммах, n - навеска

материала в граммах, 1

100 - для выражения результатов анализа в процентах.

Таблица 1 - Примерное содержание золы и основных элементов питания в урожае важнейших культур, в % к сухому весу

Культуры	Вегетативная часть	Зола	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
пшеница озимая	зерно	11,28-2,79	2,80	0,85	0,85
	солома	4,86	0,45	0,20	0,90

пшеница яровая	зерно	1,26-3,04	3,00	0,85	0,60
	солома	3,48	0,67	0,20	0,75
кукуруза	зерно	1,23	1,91	0,57	0,37
	стебли	4,37	0,75	0,30	1,64
ячмень озимый	зерно	2,55	2,10	0,85	0,55
	солома	4,49	0,50	0,20	1,00
горох	зерно	2,63	4,50	1,00	1,25
	солома	3,91	1,40	0,35	0,50
подсолнечник	семена	3,30	2,23	1,30	0,75
	стебли	-	0,77	0,28	3,38
люцерна	сено	5,29	2,60	0,65	1,50

1.4. Определение азота, фосфора и калия в растениях (по методу Куркаева)

Значение анализа. Метод дает возможность определять содержание в растениях неорганических, резервных форм основных элементов питания — нитратного азота, фосфора и калия и на этой основе устанавливать степень потребности культур в удобрениях (подкормках).

Принцип метода. Вещество озоляют концентрированной серной кислотой и перекисью водорода или смесью серной и хлорной кислот. После озоления в полученном растворе определяют элементы объемным методом.

Ход работы. Сжигание. Навеску растительного материала 200 мг переносят в плоскодонную колбу емкостью 100 мл и приливают из бюретки 2мл концентрированной H_2SO_4 из капельницы 3 капли хлорной кислоты и осторожно перемешивают. В результате реакции навеска растворяется (если пергидроль слабее 30%, то реакция начинается только при нагревании).

Параллельно ведут "холостое сжигание" также, но без навески анализируемого вещества.

Далее ставят колбу на электрическую плитку и нагревают раствор до появления густых белых паров воды с сернистым газом. После этого снимают колбу с плитки, немного охлаждают, добавляют 0,5 мл пергидроля вновь нагревают. Операцию повторяют, приливая 1-2 капли пергидроля до тех пор, пока жидкость не станет бесцветной (на дне может быть небольшой осадок).

После охлаждения в колбу добавляют немного воды, перемешивают содержимое и переносят в мерную колбу на 100 мл, ополаскивают ее несколько раз и сливают жидкость в ту же колбу. Затем доливают водой до метки и перемешивают.

Определение азота. Отбирают из колбы 2 мл раствора и переносят в мерную колбу емкостью 50 мл. Доливают водой примерно до 40 мл, добавляют 2 мл раствора сегнетовой соли, перемешивают, затем приливают из бюретки при помешивании 2 мл реактива Несслера, доливают водой до метки и сразу тщательно перемешивают (при плохом перемешивании раствор будет мутным). Через 5 мин, раствор просматривают на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с рабочей длиной 20 мм

Для расчета результатов готовят калибровочную кривую. Берут 5 пронумерованных мерных колб емкостью 50 мл и добавляют в них возрастающее количество эталонного раствора на азот: 0, 3, 6, 9, 12 мл, что соответствует содержанию азота в мг на 50 мл: 0, 0,06, 0,12 0,18 0,24. Добавляют также по 2 мл раствора «холостого»

определения (чтобы выровнять состав с испытуемым). Далее поступают так же, как описано выше. По полученным данным строят график (время от времени он нуждается в проверке, можно по одной концентрации). По графику находят содержание азота в мг в колориметрируемом растворе, т.е. в 2 мл вытяжки. Количество азота в % вычисляет по формуле:

$$x=(c*V*100)/V_1, \text{ где}$$

x - содержание азота в %,

c - количество азота, найденное по графику в мг, V- общий объем раствора после сжигания в мл,

V₁ - общий объем раствора, взятого для окрашивания в мл, m - навеска, взятая для анализа в мг.

Таблица 1 - Коэффициент пересчета азота на белок

Семена	Коэффициент пересчета на белок
гречихи, кукурузы,	6,00
вики, фасоли бобов, гороха, пивоваренный ячменя	6,25
кормовой ячмень, пшеницы, риса	5,70
льна, конопли, подсолнечника	5,3
кунжута, клещевины	5,5

Определение фосфора. Отбирают из колбы с раствором после сжигания 2 мл раствора и переносят в мерную колбу емкостью 50 мл. Доливают водой примерно до 40 мл, добавляют из бюретки 2 мл молибденового реактива, перемешивают, доливают водой до

метки, добавляют 3 капли раствора хлористого олова и хорошо перемешивают. Затем через 5 мин. раствор просматривают на фотоколориметре с красным светофильтром в кювете с рабочей длиной 20 мм.

Для приготовления калибровочного графика берут 5 мерных колб ёмкостью 50 мл и добавляют возрастающее количество эталонного раствора $\text{KH}_2\text{P}_2\text{O}_4$, содержащего 0,01 мг P_2O_5 на 1 мл: 0, 2, 4, 6, 8 мл. Приливают 2 мл раствора "холостого" определения. Далее поступают как описано ранее.

По полученным данным строят калиброванный график, на котором находят содержание фосфора в колориметрируемом растворе. Количество фосфора в процентах вычисляют по той же формуле, которая приводится для расчета азота.

Определение калия. Раствор после сжигания просматривают на пламенном фотометре. Для определения калия готовят образцовые растворы

KCl , содержащие K_2O : 0, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08 мг/мл. В 5 плоскодонных колбах проводят «холостое» сжигание, содержимое переносят по отдельности в 5 мерных колб ёмкостью 100 мл, добавляют в них, соответственно: 0, 2, 4, 6, 8 мл эталонного раствора KCl , содержащего K_2O 1 мг/мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Для расчета результатов просматривают приготовленные образцовые растворы на пламенном фотометре. По полученным результатам вычерчивают калибровочный график. Содержание калия вычисляют по формуле:

$$x = (c \cdot V \cdot 100) / m, \text{ где}$$

x - количество калия в %,

c - найденное количество калия по графику в мг/мл,

V - объем раствора после сжигания навески в мл, m - навеска, взятая для анализа в мг.

1.5.Определение содержания «сырого» жира в семенах масличных культур методом обезжиренного остатка

Значение анализа. Растительные жиры – ценный продукт питания человека и животных, значительная часть жиров используется в промышленности, в том числе лакокрасочной. Растительные жиры, называемые обычно маслами, имеют жидкую консистенцию. Их делят на 3 группы: высыхающие (льняное, конопляное, маковое, ореховое); полувсыхающие (подсолнечное, соевое, хлопковое, сурепное); невымсыхающие (оливковое, арахисовое).

Принцип метода. Метод основан на способности растворения жира в органических растворителях, бензине и др. Используемые растворители извлекают из растительной пробы небольшое количество других веществ, поэтому извлекаемые жиры называются «сырыми». В навеске измельченных и высушенных семян растворяют жиры и удаляют их вместе с растворителем. По убыли в весе исследуемого образца судят о содержании в нем жира.

Задание. Определить содержание «сырого» жира в семенах льна, подсолнечника, рапса, сои и других масличных культур.

Ход работы. 1. Подготовить пакетики из обезжиренной фильтровальной бумаги. Пронумеровать его простым карандашом. Довести пакетики до постоянного веса (точность взвешивания до 0,001 г).

1. В фарфоровую ступку поместить около 1 г семян масличной культуры. Навеску растереть до однородной массы и отбросить (предварительное растирание семян проводится для пропитки ступки маслом).

2. В фарфоровую ступку поместить около 3 г семян масличной культуры. Навеску растереть до однородной массы и поместить в предварительно взвешенный и подготовленный бумажный пакетик (навеска измельченных семян в пакетики должна составлять 1-2 г).

3. Пакетик с навеской высушить в термостате при $t = 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ до постоянного веса (при высушивании происходит улетучивание избыточной влаги из растительной пробы), охладить в эксикаторе. Взвесить пакетик с навеской.

4. Пакетик с навеской поместить в рыхлый марлевый мешочек и опустить в банку с широким горлом и притертой пробкой из темного стекла. Залить содержимое банки на $\frac{3}{4}$ объема петролейным эфиром или авиабензином. (При наличии аппарата Сокслета обезжиривание проводят в течение 2-4 часов). Периодически мешочек с пакетиком встряхивают, растворитель сливают и заменяют новой порцией, в течение двух суток операцию повторяют 3-4 раза. Обезжиренный пакетик с растительной пробой поместить под тягу для испарения растворителя. Высушить пакетик до постоянного веса при $t = 100-105\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2-3 часов, после чего охладить в эксикаторе и взвесить.

Расчет результатов:

Массу «сырого» жира найти по разности масс пакетика с навеской до и после экстракции.

$$\text{Содержание сырого" жира, \%} = \frac{a \cdot 100}{n}$$

где a – масса «сырого» жира, г (масса пакетика с навеской до экстракции, доведенного до постоянной массы – масса пакетика с навеской после экстракции, г); n – масса пакетика с навеской до экстракции, г; 100 – пересчет в проценты. n – навеска растительного материала

1.5. Определение общей кислотности плодов и овощей

Значение анализа. Содержание органических кислот в свежих плодах и овощах имеет важное значение при их непосредственном использовании и консервировании.

Принцип метода. Органические кислоты извлекаются путем 30-минутного нагревания измельченной навески с дистиллированной водой на водяной бане при 800. Фильтрат путем титрования 0,1 нормальным раствором щелочи определяется общее количество кислот.

Ход анализа. Средняя проба плодов или овощей измельчается на кухонной терке и после тщательного перемешивания отвешивается на теххимических весах в тарированной фарфоровой чашке 10г мезги. Затем навеску смывают дистиллированной водой в мерную колбу Штифта емкостью 100мл. Объем жидкости в колбе доводят примерно до 50 мл. Колбу ставят на водяную баню и выдерживают ее 30 мин при 800, через каждые 5 минут взбалтывают содержимое колбы для лучшего взаимодействия.

После охлаждения жидкость в колбе доводят до черты дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют через сухой фильтр. Пипеткой берут 50мл фильтрата, переносят в коническую колбу емкостью 250 мл и титруют 0,1 нормальным раствором едкого натрия или калия. Конец титрования устанавливаю следующим образом: на синюю лакмусовую бумажку наносят каплю дистиллированной воды и недалеко от нее- каплю раствора из колбы для титрования. Титрование считается законченным, если окраска края пятна на бумаге от капли испытуемой жидкости совпадает с окраской пятна от капли дистиллированной воды. Пробу на лакмус делают с помощью стеклянной палочки. Вычисление результатов анализа:

$$X = \frac{a \cdot T \cdot 0,0067 \cdot 100}{N} \quad \%, \text{ где}$$

X-общая кислотность в процентах к сырому весу (указать название анализируемых плодов или овощей);

а-количество мл 0,1 нормальной щелочи, израсходованной на титрование 50 мл вытяжки;

T-поправка к титру щелочи;

N-навеска мезги, соответствующая 50 мл фильтра;

0,0067-коэффициент пересчета на яблочную кислоту.

1.7.Определение сахаров в овощах, ягодах и плодах по методу Бертрана

Значение анализа. Качество и пищевая ценность овощей, плодов и ягод определяются содержанием в них простых легкорастворимых углеводов, представленных дисахаридами (сахарозой) и моносахаридами (фруктозой и глюкозой). Соотношение между содержанием дисахаридов и моносахаридов колеблется в широких пределах и является характерным показателем для конкретных культур.

Изменение в содержании суммы сахаров и их отдельных компонентов наблюдается при определенных условиях минерального питания овощных, ягодных и плодовых культур, зоны выращивания и других агротехнических факторов.

Принцип метода. Метод Бертрана основан на способности альдегидной группы сахаров взаимодействовать с реактивом Фелинга и восстанавливать окись меди до закиси меди, выпадающей в виде осадка красного цвета. При пересчете меди на сахар пользуются эмпирическими таблицами, которые составлены при строго определенных условиях протекания реакции.

Ход анализа. 1.Приготовление вытяжки. Из средней пробы продукта берут навеску, величина которой зависит от предполагаемого содержания сахаров в материале. При исследовании фруктов или ягод навеска составляет 15--50 г мезги

(материала, измельченного на терке или мясорубке), варенья, повидла, джема -- 7--8 г. При исследовании продуктов, содержащих крахмал (например, клубней картофеля, незрелых яблок и груш), водную вытяжку не нагревают на водяной бане, а сахара извлекают холодной водой в течение 1 ч, часто взбалтывая колбу.

Навеску количественно переносят в мерную колбу на 250 мл, смывая ее дистиллированной водой. Объем навески и воды в колбе не должен превышать 130--150 мл. Колбу встряхивают, затем определяют реакцию содержимого (с помощью нейтральной лакмусовой бумаги или универсального индикатора). При исследовании фруктов и ягод реакция вытяжки обычно бывает кислой, поэтому ее доводят до нейтральной ($\text{pH} = 7$) осторожным добавлением 15%-ного раствора углекислого натрия (под контролем лакмуса или универсального индикатора), после чего колбу нагревают в течение 15--20 мин, на горячей водяной бане (80°C), часто встряхивая для перемешивания содержимого.

Колбу охлаждают и к вытяжке добавляют 7--15 мл раствора уксуснокислого свинца, взбалтывают и ставят на 5-10 мин. (для осаждения белков, пигментов, дубильных веществ, также обладающих восстанавливающими свойствами). Появление прозрачного слоя жидкости над осадком свидетельствует о полноте осаждения. Если полнота осаждения не была достигнута, в колбу добавляют (каплями) еще 1--5 мл раствора уксуснокислого свинца и взбалтывают. Для осаждения избытка уксуснокислого свинца в колбу приливают 18--20 мл насыщенного раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, взбалтывают и оставляют на 10--12 мин. для отстаивания. Проверяют полноту осаждения свинца, для чего по стенке колбы осторожно приливают 1--2 капли раствора фосфорнокислого натрия. Если в прозрачном слое жидкости над осадком уже не образуется мути, считают, что полнота осаждения достигнута. Колбу доливают до метки водой, взбалтывают и содержимое ее фильтруют через бумажный складчатый фильтр. В

фильтрате (его называют фильтрат А) определяют содержание редуцирующих сахаров. Надо так подобрать навеску продукта и разведение, чтобы концентрация сахаров в сахарном растворе составляла 100 мг.

Быстрого осаждения белковых, красящих и дубильных веществ (так называемых, органических несахаров) можно достигнуть обработкой вытяжки основным азотнокислым свинцом. К 100 мл вытяжки прибавляют 3--4 мл раствора едкого натра, взбалтывают и добавляют 4--6 мл раствора азотнокислого свинца. Осветление раствора происходит в течение 5--7 мин. Для освобождения от избытка свинца к вытяжке, нагретой до температуры 60° С, приливают 3-4 мл насыщенного раствора сернокислого натрия и нагревают на водяной бане при той же температуре 10 мин.

2. Проведение анализа: 20 см³ фильтрата А помещают в коническую колбу на 100 см³ и добавляют 20 см³ реактива Фелинга I и 20 см³ реактива Фелинга II. Содержимое колбы перемешивают и кипятят точно 3 минуты, время замечают с момента появления первых пузырьков. Горячую жидкость из колбы сливают на фильтрующий слой через воронку Бюхнера в колбу Бунзена при слабом отсасывании, стараясь осадок закиси меди не переносить на фильтр. Затем осадок в колбе промывают теплой водой и перерастворяют с помощью железоаммонийных квасцов (10...15см³), при этом часть сернокислого окисного железа квасцов восстанавливается в закисное:



Далее воронку Бюхнера с фильтрующим слоем переносят в чистую колбу Бунзена и содержимое колбы небольшими порциями сливают на фильтр. Осадок на фильтре размешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Осадок на фильтре не должен находиться на воздухе во избежание его окисления. Колбу и фильтр промывают теплой дистиллированной водой два раза.

Фильтрат сразу титруют 0,1 н раствором перманганата калия до появления розовой окраски (от последней капли), снова окисляющего закисное железо в окисное



Титр перманганата калия устанавливают по меди, что дает возможность сразу пересчитать количество пошедшего на титрование перманганата калия на эквивалентное количество меди (1 см³ 0,1 н. КМпО₄ соответствует 6,36 мг меди). Количество сахара, соответствующее данному количеству меди, находят по эмпирическим таблицам.

Количество сахара в процентах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{av \cdot 100}{v_1 m},$$

где a -- количество сахара в пробе (объем v); v -- объем вытяжки, полученный из навески; v_1 -- проба вытяжки (в см³), взятая на определение; m - масса навески материала, мг.

2 ОТБОР ПОЧВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ИХ К АНАЛИЗУ

Взятие почвенных образцов – очень важный момент и ему надо уделять серьезное внимание. Если образцы отобраны неправильно, то результаты анализов, как бы тщательно их не выполняли, могут привести к неправильным заключениям.

Обычно для агрохимической характеристики почв берут смешанный образец почвы на глубину пахотного слоя. Смешанный образец составляют из 5-10 индивидуальных почвенных проб,

взятых равномерно по всей площади участка размером от 5 до 10 га. На орошаемых землях пробы берут 1-5 га.

Размещение точек для отбора индивидуальных проб зависит от конфигурации поля. Если поле узкое и длинное, то пробы берут по средней линии вдоль поля через определенные расстояния. На квадратном поле пробы отбирают на пересекающихся диагоналях или применяют шахматное расположение точек.

Индивидуальные пробы берут буром или лопатой. Смешанный образец тщательно перемешивают на пленке или брезенте и уменьшают до 200-500г, затем пересыпают в чистый мешочек и кладут в него или помещают сверху картонную этикетку, написанную простым карандашом. В этикетке указывают наименование хозяйства, номер поля, номер образца, дата его взятия, фамилия отбиравшего образец. Доставленные с поля образцы почв нужно высыпать на плотную бумагу и размять руками все комья.

Потом, после высушивания, выбирают пинцетом посторонние включения (корки, насекомые, камни и т.д.) измельчают и просеивают через сито с отверстиями в 1 мм и вновь расстилают на бумаге для доведения до воздушно-сухого состояния. Из средней пробы берут аналитическую пробу, которую хранят в банках с притертой пробкой (до 200 г).

Образцы почв, предназначенные для определения в них нитратов и аммиака, не доводят до сухого состояния, а проводят анализ в свежем виде. Допускается использование сухих образцов.

2.1.Определение поглощательной способности почвы

Значение анализа. Поглощательная способность почвы – это важнейшее свойство почвы, которое необходимо учитывать в практике применения удобрений при определении сроков и способов их внесения.

Химическая поглотительная способность. Принцип метода. Фосфор при взаимодействии с трехокисью молибдена в присутствии хлористого олова образует молибденовую синь. Интенсивность окраски зависит от концентрации фосфора в анализируемом растворе. По изменению окраски раствора суперфосфата при пропускании его через почву судят о поглощении фосфора почвой.

Принцип метода. Катион аммония NH_4^+ с реактивом Несслера образует соединение, окрашенное в оранжевый цвет. Интенсивность окраски исследуемого раствора $(\text{NH}_4)\text{SO}_4$, сравнивают визуально с окраской этого раствора пропущенного через почву. По изменению окраски судят о поглощении катиона аммония почвой.

Кобальтнитрит натрия с катионами калия K^+ образует желтый осадок. По наличию желтого осадка судят о присутствии катионов калия в растворе. Сравнивая количество осадка в растворе KCl и при пропускании его через почву судят о поглощении калия почвой.

Ход анализа. Через почву во второй воронке профильтровать около 70 мл раствора. В две пробирки прилить соответственно 5 мл раствора сульфата аммония и фильтрата и добавить в каждую по 0,5 мл сегнетовой соли и 2 капли реактива Несслера. Сравнить окраску растворов и дать визуальную оценку содержания в них катионов аммония. В две пробирки прилить соответственно 5 мл раствора сульфата аммония и фильтрата и добавить по 5 капель насыщенного раствора щавелевокислого аммония. Сравнить содержимое пробирок. Объяснить причину различий, написать уравнение реакций. Через почву в третьей воронке пропустить 50-70 мл раствора KCl раствору и фильтрату хлористого калия помещенным в пробирки прилить по 2 капли кобальтнитрита натрия. Сравнить содержимое пробирок, объяснить причину

различий. Написать реакции взаимодействия KCl с различными типами почв. Сделать выводы об особенностях применения суперфосфата, сульфата аммония и хлористого калия в связи с их взаимодействием с почвой.

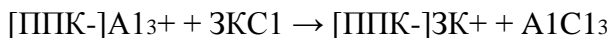
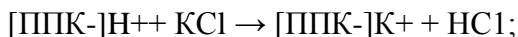
Ход анализа. Дно 3 воронок закрыть небольшим кусочком фильтровальной бумаги, смоченной в дистиллированной воде. Поместить в каждую воронку по 100 г почвы. Через почву в первой воронке профильтровать 50-70 мл раствора суперфосфата. В две пробирки прилить соответственно 5 мл раствора суперфосфата и 5 мл фильтрата. Прилить в каждую пробирку по 3 капли молибденового реактива и 1 каплю хлористого олова. Сравнить окраску растворов после реакции, дать визуальную оценку содержания фосфора в растворах. Объяснить изменение концентрации фосфора в фильтрате. Написать реакции химического поглощения фосфора различными типами почв.

Физико-химическая, или обменная поглотительная способность

2.2. Определение общей обменной кислотности

Принцип метода. При взаимодействии почвы с 1н KCl в раствор переходят ионы водорода.

Обменная кислотность— та часть потенциальной кислотности, которая обнаруживается при вытеснении из почвы ионов H^+ и Al^{3+} растворами нейтральной соли. Обычно для определения обменной кислотности почв используют 1н. раствор KCl ($pH \sim 6,0$):



Ход анализа. Берут навеску 20 г воздушно-сухой почвы, помещают в бутылку и приливают 50 мл 1н KCl . Затем бутылку закрывают пробкой, помещают в ротатор и взбалтывают 1 час, после чего содержимое бутылки фильтруют через складчатый

фильтр, 25 мл фильтрата переносят в колбу на 100 мл и кипятят в течение 5 мин для удаления CO_2 . Прибавляют 2 капли фенолфталеина и в горячем состоянии титруют 0,01н раствором щелочи. NaOH или KOH до слабо розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Результаты анализов рассчитывают по формуле:

$$H_0 = c \cdot V \cdot k \cdot 50 \cdot 100 \cdot 0,01 \cdot V \cdot T \cdot 10 \cdot 25 \cdot 20$$

где:

H_0 – обменная кислотность в мг-экв на 100 г почвы, V – количество 0,01 н щелочи, пошедшее на титрование, k – поправка к титру щелочи,

T – титр щелочи с учетом поправки,

C – нормальность щелочи (концентрация), 10 – коэффициент пересчета на 100 г почвы.

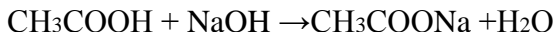
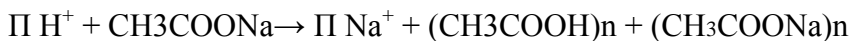
2.3. Определение гидролитической кислотности Нг

Обычно установление показателей обменной кислотности вполне достаточно для определения нуждемости почв в известковании и проведении соответствующих мероприятий. Однако возникают случаи, когда надо полностью установить содержание в почве катионов водорода и алюминия и провести их нейтрализацию. В связи с этим определяют гидролитическую кислотность.

Принцип метода. Основан на вытеснении из ППК катионов водорода и алюминия катионами натрия с помощью гидролитически щелочной соли CH_3COONa . И дальнейшем титровании образовавшейся уксусной кислоты CH_3COOH щелочью NaOH.

П H^+

П Na^+



По затраченной на титрование щелочи судят о величине гидролитической кислотности.

Таким образом, определение гидролитической кислотности - это установление одновременно еще и актуальной и обменной почвенной кислотности, что дает нам возможность провести полную нейтрализацию почвы.

Оборудование: технические весы; плоскодонная колба; фильтр; титровальная установка; мерный цилиндр; пипетки.

Реактивы:

1. дистиллированная вода;
2. 1н раствор уксуснокислого натрия CH_3COONa ; 3. 0,1н раствор NaOH ;

4. фенолфталеин. **Ход работы.** Навеску почвы 20 г помещают в плоскодонную колбу емкостью 250 - 300 мл и приливают в нее 50 мл 1 н раствора уксуснокислого натрия CH_3COONa . Содержимое колбы взбалтывают в течении 1 часа, затем фильтруют через сухой складчатый фильтр, перенося на него как можно больше почвы.

Первые мутные порции фильтрата отбрасывают, 25 мл фильтрата переносят пипеткой в коническую колбу, добавляют 2-3 кап капли фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором щелочи NaOH до появления не исчезающей в течении одной минуты слабозеленой окраски.

Расчет результатов анализа

$$\text{Нг} = \frac{a \cdot T \cdot 1,75 \cdot 100}{10 \cdot n}$$

где, Нг – гидролитическая кислотность мг·экв на 100 г почвы; а – количество 0,1 н щелочи, израсходованной на титрование; Т- поправка к титру щелочи

10 – для перехода от числа миллилитров 0,1 н щелочи к миллиэквивалентам (1 мл 0,1 н щелочи отвечает 0,1 мг·экв Н+ ионов) н – навеска почвы, соответствующая объему фильтрата, взятого для титрования.

100 – множитель для пересчета на 100 г почвы;

1,75 – коэффициент, поправка на неполноту вытеснения ионов водорода уксуснокислым натрием.

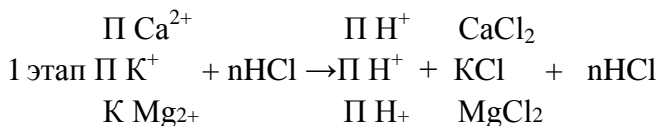
Форма записи

Определение гидролитической кислотности

Гидролитическая кислотность Нг мг·экв/100 г почвы	Норма на нейтрализацию 1ед Нг исходя из массы пахотного слоя, т/га	Количество д. в. СаСОз необходимого для нейтрализации и данной кислотности Нг, т/га	Количество известкового материала необходимого внести для нейтрализации с учетом показателя АДВ %, т/га

2.4. Определение суммы поглощенных оснований S, расчет емкости катионного обмена Т и степени насыщенности основаниями V

Принцип метода. Основан на обработке почвы титрованным раствором соляной кислоты НСІ. При этом часть расходуется на вытеснение поглощенных оснований из ППК. Оставшийся остаток кислоты находят методом титрования ее щелочью. Сумма поглощенных оснований эквивалентна количеству соляной кислоты израсходованной на их вытеснение, ее находят по разности между взятым количеством этой кислоты и ее остатком.



Оборудование: технические весы; электрическая плитка; плоскодонная колба; фильтр; титровальная установка; мерный цилиндр; пипетки.

Реактивы:

1. дистиллированная вода;
2. 0,1н раствор HCl; 3. 0,1н раствор

NaOH;

4. фенолфталеин.

Ход анализа. В коническую колбу емкостью 250-300 мл вносят образец почвы 20 г и приливают пипеткой 100 мл 0,1 н раствора соляной кислоты, содержимое колбы взбалтывают в течении 60 минут и оставляют на 24 часа, фильтруют через сухой складчатый фильтр, отбрасывая первые мутные порции фильтрата. Затем 50 мл фильтрата переносят в коническую колбу на 150-200 мл, нагревают на электрической плитке до кипения кипятят 3-5 минут горячий раствор титруют 0,1 н раствором щелочи в присутствии 2-3 капель фенолфталеина до исчезающей в течении 1 минуты слаборозовой окраски. Расчет результатов анализа.

$$S = (50 \times K_{\text{HCl}} - a \times K_{\text{NaOH}}) \times 10 \times 0,1$$

S – сумма поглощенных оснований мг·экв/100 г почвы; 50 – количество фильтрата, взятого, для титрования; K_{HCl} – поправка к титру HCl;

a – количество 0,1 н щелочи NaOH, пошедшей на тит-

рование избытка кислоты;

K_{NaOH} – поправка к титру щелочи

10 – для перевода на 100 г почвы (50 мл соответствуют 10 г почвы, для 100 г мы должны увеличить показатель на 10)

0,1 – для перевода в мг·экв, т. к. титрование проводилось 0,1 н раствором щелочи
Форма записи:

Определение суммы обменных оснований

Показатель Гидролитической кислотности Нг, мг·экв/100 почвы	Показатель суммы обменных основа- ний S, мг·экв/100 г почвы	Емкость катионного обмена ЕКО, мг·экв/100 г поч- вы	Насыщенность почв основаниями V, %

Расчет емкости катионного обмена Т и степени насыщенности основаниями V.

Содержание в ППК всех катионов способных к обмену называется емкостью катионного обмена (ЕКО) или Т и выражается в мг·экв/100 г почвы. ЕКО есть сумма, складывающаяся из показателей гидролитической кислотности Нг и суммы обменных оснований S.

$$T = S + H_g, \text{ мг·экв/100 г}$$

Насыщенность почв основаниями рассчитывают по следующей формуле:

$$V = S/T \cdot 100 \text{ или } V = S/(S + H_g) \cdot 100, \% \text{ где}$$

S – сумма поглощенных оснований

Нг – гидролитическая кислотность в почве мг·экв/100 г

Определение степени насыщенности почв основаниями позволяет решить вопрос о необходимости известкования. Так как этот показатель более точно характеризует место гидролитической кислотности в ППК. Дело в том, что не всегда при большой

величине гидролитической кислотности почва нуждается в известковании. Часто при большей абсолютной величине кислотности, ее относительное содержание в ППК значительно меньше, чем в почве с меньшей абсолютной кислотностью. Или при равных показателях кислотности насыщенность почв основаниями в одной почве может быть значительно выше, чем в другой.

Нуждаемость почв в известковании в зависимости от показателей насыщенности основаниями:

V 50% и ниже – нуждаемость в известковании сильная

51-70% - средняя

71-80% - слабая

Более 80% - не нуждаются

2. Известкование почв.

Определение качества известковых материалов

Теоретическая часть.

Для каждого вида растений существует наиболее благоприятная для условий его вегетации реакция среды. Значительная часть растений, используемых при озеленении предпочитают реакцию среды близкую к нейтральной (рН 5,8-7,0).

Кислая реакция среды почвы влияет негативно на растения по следующим причинам. В кислых почвах из-за повышенного содержания катионов водорода идет активное разрушение почвенных коллоидов, что снижает емкость поглощения, ухудшает ее структуру. Реакция среды неблагоприятна для жизнедеятельности микроорганизмов минерализаторов, что уменьшает минерализацию гумуса и соответственно количество доступных для растений форм элементов питания. Кроме этого катионы водорода и алюминия являются антагонистами катионов других элементов, что снижает их поступление в растения.

Поэтому при повышенной кислотности требуется проводить мероприятия по снижению кислотности. Основным приемом в данном случае является внесение известковых удобрений. При их внесении происходит нейтрализация катионов водорода и алюминия, и реакция почвенной среды становится мене кислой.

2.5. Вычисление емкости поглощения почвы

Принцип метода. Степень насыщенности основаниями показывает, какую часть всех поглощенных катионов составляют поглощенные основания. Выражают ее в процентах. При степени насыщенности меньше 100 % почву относят к группе ненасыщенных основаниями.

Вычисление степени насыщенности необходимо для определения потребности почв в известковании.

Цель работы: ознакомиться с расчетом степени насыщенности почвы основаниями.

Ход работы. Для вычисления степени насыщенности предложенных образцов почв основаниями необходимо знать величину гидролитической кислотности и сумму обменных оснований. Оба показателя определены методом титрования почвенного фильтрата щелочью в предыдущих работах. Эти результаты можно использовать в данной работе.

Сумма величин поглощенных оснований и гидролитической кислотности, выраженная в миллиграмм-эквивалентах на 100 г почвы, определяет общее количество катионов, которое может удержать данный тип почвы, и представляет собой емкость поглощения – Е.

$$E = S + Hг, \text{ где}$$

S – сумма поглощенных оснований, мг-экв/100 г;

Hг – гидролитическая кислотность, мг-экв/100 г.

Отношение суммы поглощенных оснований к емкости поглощения выраженное в процентах называется степенью насыщенности почв основаниями:

$$V = \frac{S}{S+H} \cdot 100$$

, где

V – степень насыщенности почвы основаниями (%);

S – сумма обменных оснований (мг-экв.);

Hr – гидролитическая кислотность (мг-экв.);

S+H – емкость поглощения кислых почв;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Задание: используя полученные результаты по определению суммы обменных оснований и гидролитической кислотности, проанализированных образцов почвы, рассчитайте степень насыщенности их основаниями. Полученные результаты запишите в таблицу 15, ранжируйте типы почв, сравните и сделайте выводы.

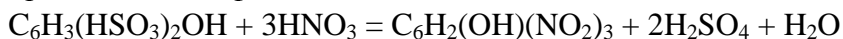
Таблица 15 - Степень насыщенности почв основаниями

Тип почв	Генетический горизонт	Глубина взятия почвенного образца, см	Сумма обменных оснований (S), мг-экв.	Гидролитическая кислотность (НГ), мгэкв.	Емкость поглощения (S+H)	Степень насыщенности почв основаниями (V), %	Ранг почв
----------	-----------------------	---------------------------------------	---------------------------------------	--	--------------------------	--	-----------

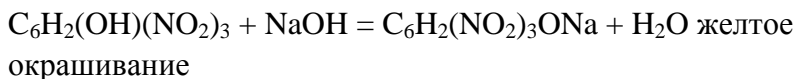
2.6. Определение нитратного азота в почве дисульфохеноловым методом Гранваль-Ляжу

Значение анализа. Содержание нитратов в почве служит показателем обеспеченности растений минеральным азотом и характеризует степень выраженности процесса нитрификации по наличию нитратного азота судят об окультуренности почвы, ее биологической активности. Нитраты обладают высокой подвижностью и при обильном атмосферном увлажнении или при поливах могут перемещаться с гравитационной влагой за пределы пахотного слоя.

Принцип метода. В основе лежит взаимодействие нитратов с дисульфохеноловой кислотой с образованием тринитрофенола (пикриновой кислоты), который при подщелачивании раствора дает окрашенное в желтый цвет нитросоединение в количестве, эквивалентном содержанию нитратов. Реакция при анализе протекает в две фазы:



дисульфохеноловая тринитрофенол кислота



Дисульфохеноловым методом определяют только азот нитратов и даже при большом содержании нитратов получают правильные результаты. Вместе с тем установлено, что на точность опыта влияют хлориды (занижают количество нитратов), аммиачные соли, кислотность почвенных вытяжек.

Ход работы. 10 г почвы переносят в посуду для взбалтывания, добавляют 50 мл 0,05% раствора K_2SO_4 , закрывают пробкой и взбалтывают 5 мин.

Фильтруют вытяжку, если первые порции мутные, их отбрасывают. 10 мл вытяжки переносят пипеткой в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку добавляют из бюретки 0,5 мл дисульфохеноловой кислоты,

тщательно растирают стеклянной палочкой и оставляют на 15 мин. Затем в чашечку приливают около 5 мл дистиллированной воды, опускают полоску лакмусовой (красной) бумаги и при помешивании нейтрализуют раствором щелочи до посинения лакмусовой бумаги и добавляют еще 2 капли щелочи (бумажку из чашечки выбрасывают). Затем переливают раствор в мерную колбу емкостью 50 мл, ополаскивают чашечку 2 раза и сливают туда же, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность определяют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с рабочей длиной 20 мм.

Расчет результатов. Готовят калибровочную кривую. Берут 5 пронумерованных фарфоровых чашек и приливают в них возрастающее количество эталонного раствора KNO_3 , содержащего N

0,01 мг/мл: 0, 1, 2, 4, 6, 8 мл. Выпаривают его на водяной бане досуха. Затем поступают так же, как описано выше. По полученным данным строят калибровочную кривую и находят содержание N в мг в колориметрируемом растворе. Вычисление результатов: $a \cdot b \cdot v \cdot 100$

$$X = \frac{\quad}{\text{г} \cdot \text{д}} = \text{или}$$

для кюветы 50- $X=0,1$ а

для к-ты 25- $x=0,2$ а мг на 100г почвы, где а- кол-во мл. найденное по калибровочному графику; б-кол-во мл. вытеснителя, взятое для взбалтывания; в- нормальность образцового раствора; г-навеска почвы, взятая для взбалтывания; д-к-во мл фильтрата, взятое для колориметрирования; 100- для пересчета результатов на 100г почвы.

2.7.Определение подвижного фосфора и обменного калия по методу Мачигина

Цель занятия: определить содержание подвижного фосфора и обменного калия по методу Мачигина. Выявить в какой мере исследуемая почва обеспечена подвижным фосфором и обменным калием.

Определение содержания подвижного фосфора по методу Б.П.Мачигина

Значение метода. Различные формы фосфора неодинаково доступны для питания растений, наиболее доступны одно и двухзамещенные фосфаты. Менее усвояемы фосфаты полуторных окислов и трехкальциевый фосфат. Фосфор, входящий в органические соединения, также малодоступен для растений.

Исследование почв на содержание в них доступного для растений фосфора и калия позволяет выявить степень нуждаемости их в фосфорных и калийных удобрениях.

Определение доступного для растений фосфора и калия выполняют в одной вытяжке. Существующие методы определения подвижного фосфора и калия в почве еще нельзя считать совершенными: все они дают лишь условные показания. Тем не менее, для удовлетворения практических запросов сельского хозяйства их можно успешно использовать.

Принцип метода. Метод основан на извлечении подвижных форм фосфора и калия из почвы 1%-ным раствором углекислого аммония при соотношении почвы и раствора 1:20 с последующим определением фосфора спектрофотометре и калия на пламенном фотометре.

Ход анализа. Среднюю пробу анализируемой почвы массой 5 г пересыпают в бутылку и приливают к ней 100 мл 1%-го углекислого аммония. Закрывают пробкой и взбалтывают на ротаторе 1 час. По окончании взбалтывания вытяжку фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу на 250 мл. Первые

мутные порции повторно переносят на этот же фильтр этой же вытяжке при помощи пламенного фотометра определяют калий.

Отбирают 15 мл фильтрата в мерные колбы емкостью 50 мл из термостойкого стекла, затем добавляют по 2 мл смеси серной кислоты и марганцевокислого калия. После этого ставят колбы на разогретую электрическую плитку и кипятят в течение 2 мин. (считая от начала кипения). Затем растворы охлаждают и приливают 36 мл Реактива Б, через 5 минут колориметрируют.

Готовят образцовый раствор для определения обменного калия в почве с помощью пламенного фотометра: берут 8 колб на 250 мл и помещают указанные в таблице объемы маточного раствора. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором (раствор углекислого аммония 1%).

Характеристики раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора	0	1,0	2,0	3,0	5,0	7,5	10	15

Из полученных растворов отбирают растворы сравнения по 15 мл в мерные колбы на 50 мл из термостойкого стекла. Также, как и в исследуемые вытяжки почвенных образцов добавляют по 2 мл смеси серной кислоты и марганцевокислого калия. После этого ставим колбы на разогретую электрическую плитку, и кипятят в течение 2 мин (считая от начала кипения). Затем растворы охлаждают и приливают 36 мл Реактива Б, через 5 минут колориметрируют.

По полученным данным строят калибровочный график, количество P_2O_5 в мг на кг почвы определяют по калибровочной кривой и по формуле:

$$P = \frac{a \cdot V \cdot 1000}{b \times c},$$

$b \times c$

где P – содержание P_2O_5 в почве, мг/кг;

– концентрация P_2O_5 в испытуемом растворе, найденная по калибровочной кривой, мг/кг;

V – объем реагента, прилитого к почве, мл;

b – объем фильтрата, взятый для анализа, мл; c – навеска почвы, г;

1000 – для пересчета на 1 кг почвы.

Окрашивающий раствор для определения фосфора с окислением органического вещества. Реактив А: $(6,0 \pm 0,1)$ г молибденово-кислого аммония (ГОСТ 3765) и $(0,145 \pm 0,01)$ г сурьмяновиннокислого калия растворяют соответственно в 200 и 100 см³ воды при слабом нагревании. Охлажденные растворы приливают к 500 см³ раствора серной кислоты (ГОСТ 4204) концентрации 5 моль/дм³ (140 см³ H₂SO₄ уд. вес 1,84, растворить в дистиллированной воде в колбе объемом 1 дм³). Тщательно перемешать и довести объем до суммарного раствора дистиллированной водой до 1 дм³. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Реактив В: $(2,5 \pm 0,1)$ г аскорбиновой кислоты растворяют в 220 см³ реактива А и доводят объем водой до 1 дм³. Раствор готовят день проведения анализа.

Подведение итогов занятия. Сравнивая полученные в агрохимическом анализе данные с группировкой почв (таблица 7), определяется его количество (кг) на 1 га и устанавливается, к какой группе по обеспеченности данным элементом относится испытуемый образец.

Таблица 1 - Группировка почв по содержанию подвижного фосфора

Класс	Обеспеченность	Содержание P_2O_5 , мг/кг
-------	----------------	-----------------------------

1	очень низкая	менее 10
2	Низкая	11-15
3	средняя	16-20
	---	21-25
	---	26-30
4	повышенная	31-45
5	высокая	46-60
6	очень высокая	более 60

Определение содержания обменного калия в почве по методу Б.П. Мачигина

Значение анализа. О степени обеспеченности почвы элементом судят по содержанию в ней этих форм элемента. Обменный калий извлекают из почвы солевыми вытяжками, вытесняя калий ионом аммония. В углеаммонийную вытяжку переходят и водорастворимые соединения. Поскольку водорастворимых соединений калия в почве мало – они большого значения в питании растений не имеют.

Принцип метода. Метод основан на измерении интенсивности излучения элементов в пламени. Калий в вытяжках определяют пламенно-фотометрическим методом.

Ход анализа. Калий определяют на пламенном фотометре, непосредственно распыляя вытяжки из почв в пламя. Используют светофильтр, пропускающий аналитические линии калия.

Готовим образцовый раствор для определения обменного калия в почве с помощью пламенного фотометра: берем 8 колб на 250 мл и помещаем указанные в таблице объемы маточного раствора. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором (раствор углекислого аммония 1%).

Характеристики раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора	0	1,0	2,0	3,0	5,0	7,5	10	15

Образцовые растворы анализируют на пламенном фотометре. Подведение итогов занятия: сравнивая полученные в агрохимическом анализе данные с группировкой почв, определяется обеспеченность почвы обменным калием в мг/кг (табл. 8).

Таблица 8 - Группировка почв по содержанию обменного калия

Класс	Обеспеченность	Содержание K_2O , мг/кг
1	очень низкая	менее 100
2	низкая	101-200
3	средняя	201-300
4	повышенная	301-400
5	высокая	401-600
6	очень высокая	более 600

2.8. Определение аммиачного азота в почве по методу Конева

Принцип метода. Аммиак в почве находится в связанном состоянии в виде различных солей, растворенных в почвенной воде и в поглощенном состоянии.

В поглощенном состоянии его всегда больше, чем в растворенном, поэтому для определения аммиака используют

солевые вытяжки, которые извлекают аммиак из поглощенного комплекса почвы.

Ход анализа. Навеска почвы 5 г помещается в молочную бутылку, приливается 150 мл 0,05 н. раствора NaCl, бутылка закрывается и в ротаторе взбалтывается 30 минут. Затем суспензия фильтруется через складчатый фильтр.

Из фильтра взять 50 мл в мерную колбу на 100 мл, добавить 20 мл дистиллированной воды, прилить 2 мл 50% сегнетовой соли, 2 мл реактива Несслера, довести водой до метки и проколориметрировать на ФЭКе.

Вычисление результатов:

$$X = \frac{a \cdot b \cdot v \cdot 100}{g \cdot d} \quad \text{=или}$$

или для к-ты 50- $X=0,3 \cdot a$, для к-ты 25- $X=0,6 \cdot a$ мг на 100г почвы, где

a - кол-во мл, найденное по калибровочному графику;
 b - к-во мл вытеснителя, взятое для взбалтывания; v - нормальность образцового р-ра; g - навеска почвы, взятая для взбалтывания; d - к-во мл фильтрата, взятое для колориметрирования;
100 - для пересчета результатов на 100 г почвы.

2.9. Определение в почве усвояемой растениями фосфорной кислоты

Основная масса фосфора в почве сосредоточена в соединениях труднорастворимых и неусвояемых растениями. Поэтому для усиления фосфатного питания растений необходимо внесение удобрений. Но для правильного использования этого фактора повышения урожайности с.-х. культур невозможно обойтись без учета обеспеченности самой почвы доступными растениям формами фосфора.

Известно, что растения в состоянии использовать не только воднорастворимые, но и растворимые в слабых кислотах фосфорнокислые соли. Поэтому предложен ряд методов для определения их количественно от всех других форм.

Определение усвояемой растениями фосфорной кислоты по Е. Труогу

На черноземных почвах (некарбонатных) был испытан и дал хорошие результаты метод определения доступной растениям фосфорной кислоты путем обработки почвы 0,002 н. раствором H_2SO_4 . Чтобы обеспечить некоторое постоянство воздействия реактива на почву, необходимо добавить к нему $(NH_4)_2SO_4$ -это создает буферный раствор с рН около 3.

Ход анализа. Взять 1 г почвы и 200 мл 0,002 н.раствора H_2SO_4 , поместить в молочную бутылку, закрыть пробкой, взболтать на ротаторе 30 мин и отфильтровать.

Из фильтрата берут 50 мл в мерную колбу на 100 мл, добавить 2 мл молибденового реактива, 3 капли раствора хлористого олова, довести дистиллированной водой до метки, хорошо перемешать и проколориметрировать на ФЭКе.

$$\frac{a \cdot b \cdot v \cdot 100}{г \cdot д} X =$$

или для к-ты 50- $X=4 \cdot a$,

для к-ты 25- $X=8 \cdot a$ мг на 100г почвы, где

a - кол-во мл, найденное по калибровочному

графику; б - к-во мл вытеснителя, взятое для

взбалтывания; в - нормальность образцового р-ра;

г - к-во мл фильтрата, взятое для колориметрирования; д

- навеска почвы, взятая для взбалтывания;

100 -коэффициент для пересчета результатов на 100 г почвы.

Таблица

Обеспеченность культур доступными фосфатами по содержанию их в вытяжке Труога (мг P_2O_5 на 100 г почвы)

Обеспеченность	Зерновые и зернобобовые	Корнеплоды, картофель	Овощные культуры
Очень низкая	<3	<7	<12
Низкая	3-7	7-12	12-18
Средняя	7-12	12-18	18-25
Высокая	>12	>18	>25

2.10. Агрохимическое картирование почв

Для правильного применения удобрений в каждом хозяйстве, особенно в зоне интенсивного применения удобрений и известкования, необходимо иметь крупномасштабные почвенноагрохимические карты.

Агрохимические карты составляют на основании специальных обследований, сопровождаемых взятием большого количества почвенных образцов.

На агрохимические карты наносятся контуры, показывающие изменение тех или иных агрохимических веществ (т.е. кислотности, содержания питательных веществ). Эти карты служат основой для правильного размещения удобрений в хозяйстве с учетом всех свойств почв, предшествующей истории землепользования и состава культур.

Количество почвенных образцов, необходимое для составления агрохимических карт, определяется конкретными почвенными условиями и должно быть тем больше, чем сложнее почвенный покров, чем интенсивнее было применение удобрений в предшествующие годы. В зоне нечерноземных почв желательно, чтобы один образец характеризовал площадь не более 2-5 га.

Техника взятия смешанных агрохимических образцов описана ранее.

Места взятия почвенных образцов наносят точно на план землепользования, для чего делают промеры от пунктов взятия образца, отмечая на плане косым крестом и номером, соответствующим порядковому номеру образца.

В смешанных почвенных образцах, соответствующим образом подготовленных, определяют рН солевой вытяжки, содержание подвижных форм фосфора, калия, азота. Данные агрохимических анализов переносятся на место взятия образца. Для каждого показателя (рН, содержание N, P, K), составляют отдельную карту, что облегчает их чтение.

На карте выделяют контуры, объединяющие почвы с одинаковыми агрохимическими свойствами (одной группой кислотности или с одинаковой степенью обеспеченности питательными веществами), и эти контуры закрашивают определенным цветом.

При проведении границ между контурами различных агрохимических свойств необходимо по возможности придерживаться хозяйственных границ-полей севооборота, бригадных участков и т.д. Однако возможно и разделение поля, желательно прямыми линиями, на несколько частей, если агрохимические свойства отдельных участков резко отличны.

Каждая агрохимическая карта должна сопровождаться объяснительной запиской и рекомендациями по рациональному использованию удобрения. Результаты анализов группируют по шести классам.

Таблица

Классы	Условный цвет по картограмме	рНКС1	P2O5 мг на 100 г почвы по Кирсанову	K2O, мг на 100 г почвы по Пейве
--------	------------------------------	-------	-------------------------------------	---------------------------------

1	Красный	<4,5	<3	<3
2	Оранжевый	-	3-8	3-7
3	Желтый	4,6-5,0	8-15	7-10
4	Зеленый	5,1-5,5	15-20	10-15
5	Голубой	5,6-6,0	20-30	15-20
6	Синий	>6,0	>30	>20

3.АНАЛИЗ УДОБРЕНИЙ

При изучении этого раздела студент должен приобрести навыки по качественному распознаванию и научиться определять процентное содержание того или иного питательного элемента (NPK) в удобрениях, так как при длительных перевозках и, особенно, при неправильном хранении происходит изменение содержания действующего вещества.

3.1. Распознавание удобрений по качественным реакциям

Значение анализа. В сельском хозяйстве применяется много видов удобрений. Большое сходство их, загрязнение при транспортировке и хранении часто затрудняют их распознавание в производственных условиях. Отсюда возникает необходимость быстрого качественного аналитического определения минеральных удобрений.

Ниже приводятся основные признаки и качественные реакции, по которым различают минеральные удобрения.

Техника определения минеральных удобрений. Прежде всего внимательно осматривают удобрение, определяют цвет, запах, влажность и т.д. Затем щепотку удобрения в 1-2 г помещают в пробирку и туда же добавляют 10 - 45 мл дистиллированной воды. Содержимое пробирки хорошо встряхивают от руки. Наблюдают за

растворимостью удобрений и отмечают ее (как и другие свойства исследуемого вещества) в тетради, которую следует разграфить по форме приведенной ниже (таблица).

По растворимости удобрения можно условно разделить на две группы: хорошо растворимые и трудно растворимые.

Если удобрение растворилось полностью, то его разливают поровну в три пробирки и используют, соответственно, для реакции со щелочью, хлористым барием и азотнокислым серебром.

Реакция со щелочью. Имеет целью установить, выделяется ли при этом аммиак, наличие запаха аммиака свидетельствует, что это вещество содержится в анализируемом удобрении.

Реакция с хлористым барием. Открывает присутствие в удобрении сульфат-иона. При наличии сульфат-иона образуется осадок BaSO_4 , растворимый в слабой соляной или уксусной кислотах.

Реакция с азотнокислым серебром. Служит для открытия ионов хлора и фосфорной кислоты. Хлористое серебро выпадает в осадок в виде белого осадка, который сворачивается при встряхивании. Фосфорнокислое серебро окрашено в желтый, цвет.

Азотнокислое серебро реагирует также и с анионом серной кислоты, при этом тоже выпадает осадок тяжелый (не растворяющийся) белый, однако гораздо меньшего объема, чем от прибавления хлористого бария негашеной и гашеной известью, азотнокислое серебро дает бурый осадок закиси серебра, который растворим в уксусной кислоте.

Щелочи или кислоты берутся в объеме в два раза меньше. Чем раствор удобрения, BaCl_2 и AgNO_3 приливают 2-3 капли.

На раскаленный уголь (или электрическую плитку) насыпают немножко сухого и не крупно кристаллического удобрения и наблюдают за быстротой сгорания, цветом пламени и дыма, его запахом и осадком после сгорания.

Для расплавления сухого удобрения его осторожно нагревают в ложке или на шпателе.

Хлористый барий или азотнокислое серебро осторожно приливают в прозрачную жидкость над нерастворимым осадком удобрения в пробирке.

Для систематического качественного анализа каждого удобрения поступают согласно указаниям таблицы определителя, а все реакции записываются в тетрадь.

Определитель минеральных удобрений.

1. Удобрение в воде полностью или почти полностью растворимо, см. 2. - Удобрение в воде не растворимо, см.

2. Раствор удобрения с раствором щелочи при подогревании выделяет аммиак, см. 3.

- Раствор удобрения не выделяет аммиак, см.6.

3. Раствор удобрения с раствором азотнокислого серебра образует осадок (нерастворимый в слабой азотной кислоте), см.4.

- Раствор удобрения осадка не образует, но может дать муть, см.5.

4. Цвет осадка белый. Сухое удобрение белого или желтого цвета, на раскаленном угле не трещит, выделяет белый дым, запах аммиака и соляной кислоты – хлористый аммоний - NH_4Cl .

- Цвет осадка желтый - аммофос и диаммофос - $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ и $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

5. Раствор удобрения с раствором хлористого бария образует белый осадок (не растворимый в кислотах). Сухое удобрение на раскаленном угле не плавится и вспышки не дает, но выделяет запах аммиака – сульфат аммония - $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

- Раствор удобрения осадка не образует, но может дать муть, на раскаленном угле быстро плавится, кипит, дает белый дым и запах аммиака - аммиачная селитра - NH_4NO_3

6. Раствор удобрения с раствором азотнокислого серебра образует белый творожистый осадок, не растворимый в слабой азотной кислоте, см.7.

- Раствор удобрения осадка не образует, но может дать муть, см.9.

7. Удобрение крупнокристаллическое, розового цвета, имеет примесь красных кристаллов - сильвинит - KCl , $NaCl$ и примеси. - Удобрение мелкокристаллическое, см.8.

8. Кристаллы белого или красного цвета, удобрение сухое - хлористый калий - KCl .

- Кристаллы грязноватые, удобрение сыроватое, напоминающее неочищенную поваренную соль – калийные соли - $KCl+NaCl$ и примеси.

9. Раствор удобрения с раствором щавелевокислого аммония образует белый осадок, на раскаленном угле плавится, ярко раскаляется и сгорает, оставляя белый налет извести - известковая селитра - $Ca(NO_3)_2$

- Раствор удобрения осадка не образует, но может дать муть, см.10.

10. Сухое удобрение на раскаленном угле выделяет резкий запах аммиака - мочевины - $CO(NH_2)_2$.

- Сухое удобрение при подогревании аммиака не выделяет, см.11.

11. Раствор удобрения с раствором хлористого бария образует белый осадок (не растворимый в уксусной и слабо соляной кислотах) – сернокислый калий - K_2SO_4 .

- Раствор удобрения осадка с $BaCl_2$ не образует, см.12.

12. Кристаллы удобрения влажные, на раскаленном угле вспыхивает и с шипением сгорает, цвет пламени желтый - натриевая селитра - $NaNO_3$.

- Кристаллы удобрения мелкие, сухие, на раскаленном угле вспыхивает с шипением сгорает, цвет пламени фиолетовый - калийная селитра - KNO_3

13. При добавлении соляной или уксусной кислоты к сухому удобрению наблюдается вскипание, см.14.

- При добавлении соляной или уксусной кислоты вскипания не наблюдается, см.15.

14. Удобрение имеет вид белого или грязноватого порошка известняка или мергеля - CaCO_3 .

- Удобрение имеет вид серого пылящего порошка с кусочками угля - печная зола.

15. Цвет сухого удобрения белый, см.16. - Удобрение иного цвета, см.17.

16. При приливании к сухому удобрению азотнокислого серебра появляется желтая окраска - преципитат - $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

- Пожелтение не наблюдается - гипс - $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

17. Удобрение светло-серого или серого цвета, см.18. Удобрение иного цвета, см.21.

18. Удобрение имеет кислую реакцию (проба лакмусовой бумаги) - суперфосфат - $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. -Реакция удобрения не кислая, см.19.

19.Сухое удобрение на раскаленном угле быстро темнеет и издает запах жженного рога- костяная мука - преобладает $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ -примеси.

-Удобрение на угле не изменяется, см.20.

20.Удобрение в виде голубовато-серого, тонкого, плохо смачивающегося порошка, похожего на толченное стекло - апатитовый концентрат - $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{FCl})_2$ - примеси.

-Удобрение в виде серо-коричневого землистого порошка, размол тонкий - фосфоритная мука - преобладает $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ — примеси.

21. Удобрение почти черного цвета, имеет вид тонкого пылеватого порошка - цианамид кальция - CaCN_2 -примеси.

Удобрение темно-коричневого цвета, тяжелый порошок томасшлак - $\text{Ca}_4\text{P}_2\text{O}_3$ или $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \times \text{CaO}$ - примеси.

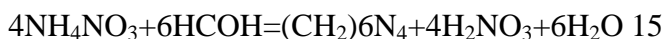
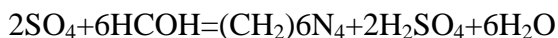
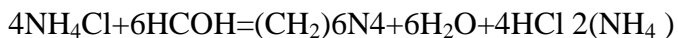
Удобрение темно-серого цвета, водная вытяжка дает реакцию с хлористым барием и муть от прибавления азотнокислого серебра - калимаг - $\text{K}_2\text{SO}_4 \times 2\text{MgSO}_4$ –примеси.

3.2. Количественный анализ удобрений

Наряду с качественным анализом очень важно знать содержание действующего вещества в удобрениях. Действующим веществом называется процентное содержание питательного вещества в удобрении, которое определяется с помощью количественного анализа. По этому показателю рассчитываются нормы минеральных туков под различные сельскохозяйственные культуры, а также переводят все удобрения в стандартные туки. За стандартные туки приняты для азотных удобрений сульфат аммония с содержанием 20,5% азота, для фосфорных- простой суперфосфат с содержанием 18,7% P_2O_5 и для калийных-калийная соль с содержанием 41,6% K_2O .

3.3.Определение в удобрениях аммиачного азота формалиновым методом

Определение основано на количественном связывании аммиака с помощью формалина в органическое соединение гексаметиленetetрамин ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$). Аммиачные удобрения в нейтральной среде при взаимодействии с формалином (водным раствором формальдегида - HCON) образуют минеральную кислоту в количестве, эквивалентном количеству аммиачного азота в анализируемой навеске удобрения. Например:



По количеству образовавшейся кислоты, которая учитывается титрованием щёлочью (NaOH или KOH) определяется процент азота в удобрении. **Ход анализа**

1. Растереть в фарфоровой ступке 30 – 40 г исследуемого удобрения.
2. На технических весах взять навеску 10 г, перенести в стакан ёмкостью 150 – 200 мл и растворить в небольшом количестве (50-100 мл) дистиллированной воды.
3. Отфильтровать раствор через воронку диаметром 8 – 10 см с обычным бумажным фильтром в мерную колбу объёмом 250 мл, довести водой до метки, закрыть пробкой, взболтать.
4. Взять пипеткой 10 мл фильтрата в химический стакан на 100 – 150 мл, прибавить 2 – 3 капли индикатора метилоранж. Если появится розовая окраска, указывающая на кислую реакцию раствора, следует нейтрализовать кислотность, прибавляя по каплям 0.1 н. раствор щёлочи до появления жёлтой окраски.
5. В другой химический стакан объёмом 100 – 150 мл прилить цилиндром 10 мл 20 %-го раствора формалина.
6. Так же, как и в испытуемом растворе, проверить реакцию реактива и, если нужно, нейтрализовать кислотность 0.1 н. раствором щёлочи до жёлтой окраски.
7. Влить раствор формалина в стакан с испытуемым раствором и перемешать.
8. Реакция протекает моментально, от образовавшейся кислоты окраска раствора от жёлтой переходит в розовую.
9. Прибавить к раствору 2 – 3 капли фенолфталеина и титровать 0.5 н. раствором щёлочи до второго изменения окраски - от жёлтой (после розовой) к малиновой.

Примечание. Внимательно следить за изменением окраски, так как от присутствия индикаторов (метилоранжа, фенолфталеина) цвет раствора при 16 титровании изменяется дважды: 1 – из розового в жёлтый при pH 6.2 по метилоранжу; 2 – из желтого в малиновый при pH-8.2 по фенолфталеину.

Расчёт (%) = $\frac{a}{N} \cdot \frac{P}{100} \cdot 100$ где: а – количество щелочи пошедшей на титрование, мл; Нщ - нормальность щелочи; Р – разведение 200/10=20; 100 - для выражения данных в процентах; 0,014 - мг экв азота; Н - навеска удобрения, г. Таблица 4

Форма записи	Удобрение	Навеска, г	Разведение	Нормальность щелочи	Кол-во щелочи, мл	% азота	Реактивы, индикаторы:
Метилоранж	(0,5 г растворить в 100 мл дистиллированной воды).						
Фенолфталеин	(1,0 г растворить в 100 мл этилового спирта).						

0,1 н. раствор щелочи (в капельнице), готовят из фиксанала или 5,6 г КОН или 4 г NaOH растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 литра. 0,5 н. раствор щёлочи (КОН или NaOH), готовят из фиксанала или 28,06 г КОН или 20.0 г NaOH растворить в дистиллированной воде и довести объём до 1 литра. Нормальность щёлочи устанавливают с точностью 0,0001 н. 20 %-й раствор формалина

3.4. Определение усвояемой фосфорной кислоты в фосфорных удобрениях

Принцип определения основан на извлечении лимоннокислым аммонием фосфорной кислоты, растворимой в слабых кислотах. Одновременно извлекается и воднорастворимая фосфорная кислота, поэтому усвояемой содержится всегда больше, чем воднорастворимой. **Ход определения**

1. Берут навеску фосфорного удобрения 2 - 5 г в ступку и растирают. Приливают 25 мл дистиллированной воды и вновь растирают.
2. Отстоявшуюся жидкость фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу на 250 мл, в которую предварительно налито 5 – 6 мл 20% HCl.
3. Остаток удобрения растирают в ступке еще 3 раза, приливая каждый раз 20 – 25 мл дистиллированной воды и перенося жидкость на фильтр декантацией.
4. Затем осадок полностью переносят на фильтр и промывают на фильтре до тех пор, пока не наберется около 200 мл фильтрата. Колбу доводят дистиллированной водой до метки и

перемешивают содержимое (колба №1). 5. Фильтр с осадком переносят в другую мерную колбу (№2) на 250 мл и приливают 100 мл раствора лимоннокислого аммония, закрывают и взбалтывают до распада фильтра на кусочки. 6. Затем колбу №2 погружают на 30 минут в водяную баню с температурой 60°C, причем через каждые 10 минут содержимое колбы перемешивают. 7. По истечении 30 минут колбу остужают под краном, доводят до метки и тщательно перемешивают. 8. Содержимое колбы №2 фильтруют через плотный фильтр в колбу №3, отбрасывая первые мутные порции фильтрата. 9. Для определения усвояемой P_2O_5 из колб №1 и №3 берут в стакан по 50 мл фильтрата, вносят туда 30 мл 20% HCl и кипятят 20 минут. 10. После охлаждения прибавляют в стакан 25 мл раствора лимоннокислого аммония, тщательно перемешивают и нейтрализуют разбавленным аммиаком по индикатору фенолфталеину (2 – 3 капли) с переходом окраски из прозрачного в розоватый. 11. Осаждают фосфорную кислоту, внося в стакан 20 – 30 мл щелочной магниальной смеси. 12. Затем прибавляют 10 мл концентрированного NH_4OH (или 25 мл 10% NH_4OH) и содержимое стакана перемешивают в течение 30 минут (или оставляют на 16 часов). 13. По истечении 30 минут (или 16 часов) содержимое стакана фильтруют через плотный беззольный фильтр и промывают осадок 2,5% раствором NH_4OH (около 100 мл). 14. Фильтр с осадком переносят в тигель (предварительно доведенный до постоянной массы), высушивают, прокаливают в муфеле до постоянной массы и взвешивают. Если осадок черный, то необходимо после остывания тигля прилить несколько капель концентрированной HNO_3 , выпарить и прокалить. Процент усвояемой фосфорной кислоты определяется по формуле: $\%P_2O_5 = \frac{a}{0,6379 \cdot 500} \cdot 100\%$ где: a – масса $Mg_2P_2O_7$, г; 0,6379 г P_2O_5 в 1 г $Mg_2P_2O_7$; 500 (250 + 250) – объем раствора удобрения (разведение); n – навеска, г; 100 – объем фильтрата, взятый для анализа (50+50), мл

3.5. Определение влажности удобрений

Принцип метода основан на высушивании навески удобрения в сушильном шкафу при температуре 100-105 до постоянного веса. Хлористый аммоний, диаммофос, аммонизированный суперфосфат и преципитат должны высушиваться при температуре 60-70.

Ход анализа. Отвешивают на аналитических весах 3-5г удобрения в предварительно высушенный и доведенный до постоянного веса стеклянный бюкс и помещают в сушильный шкаф.

Сушку навесок производят в течение 4-6 часов открытых бюксах, затем охлаждают в эксикаторе, закрывают крышками и взвешивают. Сушку повторяют в течении двух часов, бюксы охлаждают и взвешивают. Если после второй сушки не наблюдается заметного отклонения веса, то вещество высушено до постоянного веса.

Вычисление результатов. Содержание влаги в удобрениях рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a * 100}{N}, \text{ где}$$

X- процент влаги в удобрении;

a-усушка навески в г; n-

навеска удобрения в г.

3.6.Определение азота в мочеvine формалиновым методом

Принцип метода. При нагревании с серной кислотой мочеина подвергается гидролизу с образованием аммиака и угольной кислоты. $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{CO}_3$ Угольная

кислота разлагается на CO_2 и H_2O . Аммиак связывается с серной кислотой в сульфат аммония: $2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 10 Избыток серной кислоты осторожно нейтрализуют щелочью. Далее ход анализа аналогичен определению азота в сульфате аммония. Ход анализа. 1 г мочевины – $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ переносят в плоскодонную колбу из тугоплавкого стекла. Смывают приставшие к горлу колбы частицы небольшим количеством дистиллированной воды и добавляют 5 мл концентрированной H_2SO_4 . Содержимое колбы кипятят в вытяжном шкафу до прекращения бурного выделения CO_2 , а затем до появления белых паров сернистого ангидрида. Охладив колбу, приливают в нее 50 мл дистиллированной воды и 2-3 капли метилрота. Нейтрализуют кислоту в колбе 5.0 н NaOH до перехода окраски в золотисто-желтую. Последующим добавлением по каплям 0.5 н H_2SO_4 добавляются появления слабозеленой окраски. К нейтрализованному раствору прибавляют 20 мл 40 %-ного формалина и 2-4 капли фенолфталеина. Выделившуюся кислоту титруют до появления через желтую розовой окраски. Расчет содержания азота (в %) производится по формуле: $m \cdot V \cdot n \cdot N \cdot 0.014 \cdot 100 \% \times \times \times =$, где V – объем NaOH, пошедший на титрование, мл; n – молярная концентрация NaOH, ммоль/мл; 0.014 – молярная масса азота, г/ммоль; m – навеска удобрения, г; 100 – для выражения результата в %.

Форма записи результатов Название NaOH удобрения
Навеска, г мл Н N,% Реактивы: 1) концентрированная H_2SO_4 ; 2) 5.0 н NaOH (200 г NaOH на 1 л раствора); 3) 0.5 н H_2SO_4 (14 мл конц. H_2SO_4 на 1 л раствора); 4) 40 %-ный раствор формалина; 5) 1.0 н NaOH (40 г. NaOH на 1 л раствора).

3.7. Определение аммиачного азота в навозе по И.Ромашкевичу колориметрическим методом

Принцип метода. Аммиак вытесняется из навоза и одновременно связывается 0.05 н соляной кислотой ($\text{NH}_3 + \text{HCl} = \text{NH}_4\text{Cl}$). В полученной вытяжке производится колориметрическое определение NH_4^+ , основанное на взаимодействии солей аммония с реактивом Несслера с образованием комплексной соли желтого цвета (йодистого меркураммония): $\text{NH}_4\text{Cl} + 4\text{KOH} + 2\text{K}_2(\text{HgI}_4) = \text{HgONHg}(\text{NH}_4)\text{I} + 7\text{KI} + \text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O}$. Присутствующие в растворе катионы кальция, магния и др. ионы с реактивом Несслера дают нерастворимые осадки и вызывают помутнение раствора. Поэтому к испытуемому раствору добавляют сегнетовую соль (калий-натрий виннокислый, $\text{KООС}(\text{СНОН})_2\text{COONa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), которая связывает ионы в недиссоциирующие соединения. Ход анализа: на технических весах берут навеску навоза 10 г и переносят в 500 мл колбу с широким горлом. Туда же приливают 250 мл 0.05 н HCl и встряхивают на ротаторе в течение 30 минут. Затем содержимое колбы фильтруют. Для получения прозрачного фильтрата необходимо сразу перенести как можно больше твердых частиц навоза. Из отфильтрованной вытяжки берут 5 мл в мерную колбу на 100 мл, прибавляют 4 мл 25 %-ного раствора сегнетовой соли, доводят общий объем жидкости водой до 80-90 мл, приливают 2 мл реактива Несслера и доводят до черты. Хорошо перемешивают. Одновременно готовят образцовые растворы. В мерные колбы на 100 мл помещают 1; 2; 5; 8; 10; 15 мл рабочего раствора хлористого аммония, приливают дистиллированной воды, 4 мл сегнетовой соли и 2 мл реактива Несслера, доводят объем до метки. Хорошо перемешивают. Через 15 минут растворы просматривают на ФЭКе при синем светофильтре. Содержание аммонийного азота (в %) рассчитывают по формуле: $A \cdot 100 \cdot V \cdot 20 \% \text{N} = \text{-----}$
-, $m \cdot 1000 \cdot V_1$ где a – количество азота по графику, мг/100 мл; V – общий объем раствора, мл ; V_1 – объем раствора, взятый для

окрашивания, мл ; m – навеска, г; 1000 – перевод мг в г. Реактивы. 1) 0.05 н HCl (4.1 мл конц HCl на 1 л раствора); 2) 25 %-ный раствор сегнетовой соли; 3) реактив Несслера; 4) образцовый раствор NH_4Cl : 0.7405 х.ч. NH_4Cl растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Затем 20 мл этого раствора переносят в мерную колбу и вновь доводят до 1 л. В 1 мл последнего образцового раствора содержится 0.005 мг NH_4^+ . Все реактивы готовят на дистиллированной воде, не содержащей аммиака.

Форма записи 1

Количество образц. р-ра, мл	1	2	5	8	10	15	Конц. образц. р-ра, мг/100 мл
0.005	0.01	0.025	0.04	0.05	0.075	Отсчет по ФЭКу	

Форма записи 2

Удобрение	Навеска, г	Отсчет по ФЭКу, D NH_4^+ , мг/100 мл)	%

Содержание

Введение

...2

Основные правила техники безопасности в учебной агрохимической лаборатории. 3

1. АНАЛИЗ РАСТЕНИЙ

1.1. Отбор образцов и подготовка их к химическому анализу 5

1.2. Определение сухого вещества и влаги 6

1.3. Определение "сырой" золы сухим озолением 7

1.4. Определение азота, фосфора и калия в растениях (по методу Куркаева) 9

1.5. Определение содержания «сырого» жира в семенах масличных культур методом обезжиренного остатка 11

1.6. Определение общей кислотности плодов и овощей 13

1.7.Определение сахаров в овощах, ягодах и плодах по методу Бертрана 14

2 ОТБОР ПОЧВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ИХ К АНАЛИЗУ

2.1.Определение поглотительной способности почвы 16

2. 2.Определение общей обменной кислотности 18

2.3. Определение гидролитической кислотности Нг.18

2.4. Определеление суммы поглощенных оснований S , расчет емкости катионоого обмена T и степени насыщенности основаниями V 20

2. 5.Вычисление емкости поглощения почвы 23

2.6. Определение нитратного азота в почве дисульфифеноловым методом Гранваль-Ляжу 24

2. 7.Определение подвижного фосфора и обменного калия по методу Мачигина 26

2.8. Определение аммиачного азота в почве по методу Конева

30

2.9. Определение в почве усвояемой растениями фосфорной кислоты 31

2.10. Агрохимическое картирование почв 32

АНАЛИЗ УДОБРЕНИЙ

3.1. Распознавание удобрений по качественным реакциям 34

3.2. Количественный анализ удобрений 37

3. 3.Определение в удобрениях аммиачного азота
формалиновым методом 38

3.4. Определение усвояемой фосфорной кислоты в
фосфорных удобрениях 39

3.5. Определение влажности удобрений 40

3. 6.Определение азота в мочеvine формалиновым
методом 41

3.7. определение аммиачного азота в навозе по
И.Ромашкевичу колориметрическим методом 41

