УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ ДЛЯ ВЫСШИХ

СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**Л. Н. АЛЕКСАНДРОВА, О. А. НАЙДЕНОВА**

**ЛАБОРАТОРНО-ПРАКТИЧЕСКИЕ**

**ЗАНЯТИЯ ПО ПОЧВОВЕДЕНИЮ**

Издание 3-е, переработанное и дополненное

Допущено Главным управлением

выс­шего и среднего сельскохозяйственного

образования Министерства сельского

хо­зяйства СССР в качестве учебного пособия

для студентов агрономических факультетов

сельскохозяйственных вузов

ЛЕНИНГРАД «КОЛОС»

ЛЕНИНГРАДСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ • 1976

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ**

**МИНЕРАЛЬНЫХ ФОСФАТОВ ПОЧВЫ**

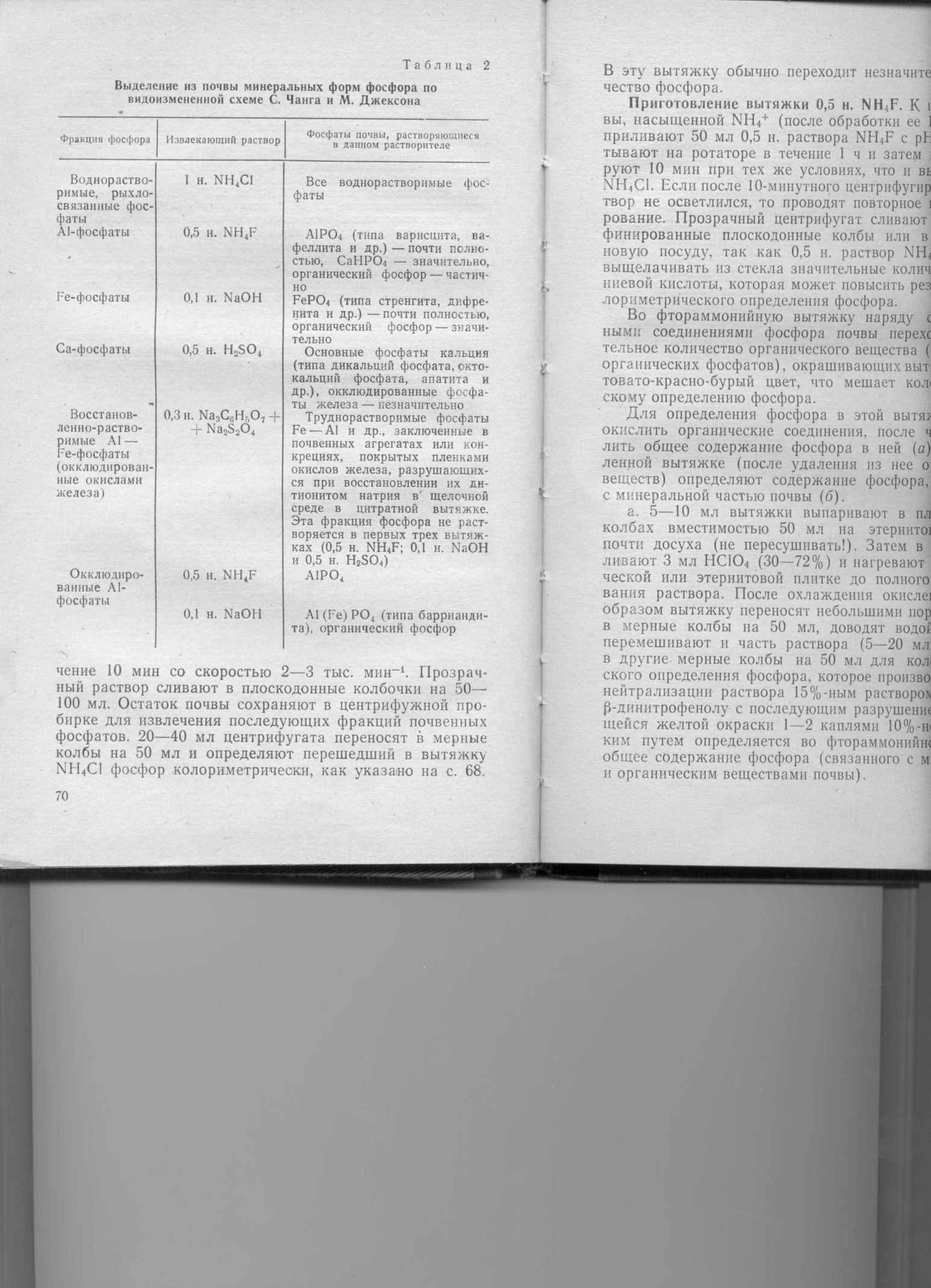
**ПО МЕТОДУ С. ЧАНГА И М. ДЖЕКСОНА.**

**ВАРИАНТ Д. Л. АСКИНАЗИ, К. Е. ГИНЗБУРГА**

**И Л. С. ЛЕБЕДЕВОЙ**

**Общие положения**. В последнее время большое вни­мание уделяется методу фракционирования почвенных фосфатов. Общая схема заключается в последователь­ной обработке одной навески почвы. В табл. 2 приводит­ся схема извлечения из почвы различных форм фосфо­ра по видоизмененному методу С. Чанга и М. Джек­сона.

**Приготовление вытяжки 1 н. NH4C1**. Навески почвы в 1 г помещают в 80—100-миллилитровые центрифуж­ные пробирки, заливают 50 мл 1 н. раствора NH4C1, за­крывают пробками и взбалтывают в течение 30 мин на ротаторе. После этого суспензию центрифугируют в течение 10 мин. со скоростью 2-3 тыс. мин. -1 Прозрачный раствор сливают в плоскодонные колбочки на 50-100 мл. Остаток почвы сохраняют в центрифужной пробирке для извлечения последующих фракций почвенных фосфатов. 20-40 мл. центрифугата переносят в мерные колбы на 50 мл. и определяют перешедший в вытяжку NH4Cl фосфор колорометрически, как указано на с. 68.



В эту вытяжку обычно переходит незначительное коли­чество фосфора.

**Приготовление вытяжки 0**,5 **н.** **NH4F**. К навеске поч­вы, насыщенной NH4+ (после обработки ее 1 н. NH4C1), приливают 50 мл 0,5 н. раствора NH4F с рН 8,5, взбал­тывают на ротаторе в течение 1 ч и затем центрифуги­руют 10 мин при тех же условиях, что и вытяжку 1 н. NH4C1. Если после 10-минутного центрифугирования рас­твор не осветлился, то проводят повторное центрифуги­рование. Прозрачный центрифугат сливают в пропара- финированные плоскодонные колбы или в полиэтиле­новую посуду, так как 0,5 н. раствор NH4F способен выщелачивать из стекла значительные количества крем­ниевой кислоты, которая может повысить результаты ко­лориметрического определения фосфора.

Во фтораммонийную вытяжку наряду с минераль­ными соединениями фосфора почвы переходит значи­тельное количество органического вещества (в том числе органических фосфатов), окрашивающих вытяжку в желтовато-красно-бурый цвет, что мешает колориметриче­скому определению фосфора.

Для определения фосфора в этой вытяжке следует окислить органические соединения, после чего опреде­лить общее содержание фосфора в ней *(а)*; в неокис- ленной вытяжке (после удаления из нее органических веществ) определяют содержание фосфора, связанного с минеральной частью почвы (б).

а. 5—10 мл вытяжки выпаривают в плоскодонных колбах вместимостью 50 мл на этернитовой плитке почти досуха (не пересушивать!). Затем в колбы при­ливают 3 мл НС104 (30—72%) и нагревают на электри­ческой или этернитовой плитке до полного обесцвечи­вания раствора. После охлаждения окисленную таким образом вытяжку переносят небольшими порциями воды в мерные колбы на 50 мл, доводят водой до метки, перемешивают и часть раствора (5—20 мл) переносят в другие мерные колбы на 50 мл для колориметриче­ского определения фосфора, которое производится после нейтрализации раствора 15%-ным раствором NH4OH по (3-динитрофенолу с последующим разрушением образую­щейся желтой окраски 1—2 каплями 10%-нойНС1**.** Та­ким путем определяется во фтораммонийной вытяжке общее содержание фосфора (связанного с минеральным и органическим веществами почвы).

б. В другой части оставшейся фтораммонийной вы­тяжки определяют фосфор, связанный только с мине­ральной частью почвы. Для этого к прозрачной вытяжке добавляют 10—15 капель концентрированной НС1 для коагуляции органических веществ, дают раствору по­стоять 15 мин, а затем для полного обесцвечивания вытяжки добавляют 0,15—0,2 г активированного угля. Смеси дают постоять еще 15 мин и фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Далее берут 5—20 мл полученного прозрачного фильтрата в мерные колбы на 50 мл для колориметрического определения фос­фора. При этом определенную часть испытуемого рас­твора вливают в мерные колбы, в которые предвари­тельно добавлено около 10 мл дистиллированной воды и 10 мл 0,8 М Н3ВО3 для связывания иона фтора в обратный комплекс — NH4(BF4), так как F мешает колориметрическому определению фосфора. После этого в эти же колбы добавляют 2 мл раствора молибдата аммония, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и колориметрируют (см. с. 68).

Шкалу образцовых растворов фосфатов готовят с до­бавлением исходного раствора 0,5 н. NH4F и 0,8 М Н3ВО3 в таком же количестве, какое берется для опре­деления испытуемого раствора.

Фосфор органических соединений, извлеченных фто­ристым аммонием, можно определить по разности меж­ду общим содержанием фосфора в вытяжке (а) и фос­фором минеральных соединений (б), т. е. по а — б.

**Приготовление вытяжки 0,1 н. NaOH.** В центрифуж­ные пробирки с остатком почвы после обработки рас­твором NH4F приливают дважды по 25 мл насыщенного раствора NaCl (для удаления из почвы остатков ме­ханически задержанного раствора фторидной вытяжки), взбалтывают по 10—20 мин и центрифугируют. Центрифугат сливают и выбрасывают.

Оставшуюся в центрифужной пробирке почву обра­батывают 50 мл 0,1 н. NaOH, взбалтывают на рота­торе в течение 17 ч при комнатной температуре, после чего суспензию центрифугируют 10 мин до прозрачного состояния.

В прозрачной вытяжке определяют следующее.

1. Общее содержание фосфора в вытяжке. Для этого 10 мл щелочного фильтрата выпаривают и далее обра­батывают хлорной кислотой, как было описано выше при определении общего содержания фосфора в вытяж­ке NH4F.

2. «Минеральный» фосфор. К оставшейся части фильтрата добавляют 10—15 капель концентрированной H2S04, спустя 10—15 мин добавляют активированный уголь (0,15—0,20 г) и оставляют стоять еще в тече­ние 15 мин. После этого смесь фильтруют через плот­ные фильтры. Помещают 5—20 мл прозрачного филь­трата в мерные колбы на 50 мл, разбавляют дистил­лированной водой до 30—35 мл, затем нейтрализуют раствор по |3-динитрофенолу, как описано выше, и коло- риметрируют.

Фосфор органических соединений, извлеченный рас­твором NaOH, определяется по разности между содер­жанием общего фосфора и фосфора минеральных соеди­нений в этой вытяжке (1—2).

Когда в почве желательно установить содержание только минеральных форм фосфатов, определение об­щего и органического фосфора в вытяжках 0,5 н. NH4F и 0,1 н. NaOH опускается.

**Приготовление вытяжки 0,5 н. H2S04**. Остаток почвы после щелочной вытяжки вновь дважды промывают насыщенным раствором NaCl (порциями по 25 мл),как описано выше, а затем взбалтывают с 50 мл 0,5 н. H2S04 на ротаторе в течение 1 ч. Суспензию центрифу­гируют в течение 10 мин; 5—20 мл прозрачного цен- трифугата переносят в мерные колбы вместимостью 50 мл, нейтрализуют по |3-динитрофенолу и колоримет- рируют.

На почвах, богатых подвижными формами железа, в вытяжку 0,5 н. H2S04 могут переходить значительные их количества и окрашивать раствор в желтый цвет. В этих случаях следует обратить внимание на то, чтобы в испытуемом растворе, взятом для колориметрирова- ния, не содержалось Fe3+ в количествах, мешающих определению фосфора (т. е. не более 1,8 мг Fe3+ в 50 мл раствора). При повышенном содержании железа на­блюдается быстрое обесцвечивание голубой окраски фосфорно-молибденовой сини и появление зеленых от­тенков окрашенных растворов. В этих случаях в испы­туемом растворе перед колориметрированием осаждают железо.

**Приготовление дитионит-цитратной вытяжки.** После сернокислотной вытяжки почву также промывают (дважды по 25 мл) насыщенным раствором NaCl. К про­мытому остатку почвы в центрифужную пробирку при­ливают 40 мл 0,3 М раствора цитрата натрия (Na3С6Н507) и 5 мл 1 М NaHC03, погружают их в во­дяную баню и нагревают в течение 10 мин при 80° С, после этого к суспензии добавляют 1 г гидросульфита натрия (Na2S204), быстро перемешивают стеклянной палочкой, выдерживают на водяной бане еще 15 мин и центрифугируют, как описано выше. Прозрачный рас­твор осторожно сливают в мерные колбы на 100 мл. Остаток почвы в пробирке дважды промывают (по 25 мл) насыщенным раствором NaCl и обе порции про­мывных вод сливают в те же мерные колбы на 100 мл, присоединяя их таким образом к основной части вытяж­ки. Затем растворы в этих же колбах доводят до мет­ки дистиллированной водой, перемешивают. Для раз­рушения цитратов и осаждения железа берут из каждой колбы 20 мл раствора и переносят в плоскодонные колбы на 100 мл; туда же приливают 12 мл концен­трированной НС1 и 24 мл 5%-ного раствора КМn04. Колбы оставляют стоять в течение 30 мин, затем их нагревают на этернитовой плитке до исчезновения бурых хлопьев МnОг. После этого раствор упаривают до объ­ема 20—25 мл, охлаждают и переносят в другие мерные колбы на 100 мл, промывая горлышко и стенки колбы небольшими порциями дистиллированной воды так, что­бы общий объем раствора не превышал 50—60 мл, и осаждают железо по Уоррен-Пью, как описано выше. После разрушения цитратов и удаления железа 20— 40 мл фильтрата переносят в мерные колбы на 50 мл, нейтрализуют его по |B-динитрофенолу и затем колориметрируют.

При необходимости в оставшейся части дитионитцитратной вытяжки определяют железо.

Для предотвращения развития микроорганизмов в дитионит-цитратную вытяжку добавляют 1—2 капли толуола или кристаллик тимола.

**Приготовление вытяжек (повторных) 0**,5 **н. NH4F и 0,1 н. NaOH.** В полученном после вышеописанных извле­чений остатке почвы, дважды промытом насыщенным раствором NaCl, сначала извлекают окклюдированные А1-фосфаты повторной обработкой почвы 50 мл 0,5 н. NH4F точно по прописи, описанной выше. После после­дующего промывания почвы насыщенным раствором NaCl (вновь дважды по 25 мл) и ее обработки 50 мл 0,1 н. NaOH извлекают окклюдированный Al(FePO4).

Эти две повторные вытяжки (0,5 н. NH4F и 0,1 н. NaOH) обычно извлекают из остатка почвы незначитель­ное количество А1- и Fe-фосфатов. После последней вы­тяжки (0,1 н. NaOH) остаток почвы вновь дважды про­мывают 25 мл насыщенного раствора NaCl и опреде­ляют в нем общее количество оставшегося фосфора. Для этого из центрифужной пробирки остаток почвы дистил­лированной водой количественно переносят в плоско­донные колбочки на 100 мл жаростойкого стекла, выпа­ривают почти досуха, избегая пересушивания, затем до­бавляют 8 мл концентрированной H2SO4 и 0,5 мл НС104 (50—72%); остаток почвы сжигают на электрической плитке, как описано выше при определении валового азота в почвах (ом.с. 16—17). В тех случаях, когда почву обрабатывают только первыми четырьмя последова­тельными вытяжками (1 н. NH4C1; 0,5 н. NH4F; 0,1 н. NaOH и 0,5 н. H2S04) общее содержание фосфора опре­деляют в остатке почвы, после последней вытяжки (0,5 н. H2S04), предварительно промыв его дважды раство­ром NaCl. Отдельно в исходном образце почвы опреде­ляют валовое содержание фосфора таким же методом, т. е. в смеси концентрированной H2S04 и НС104 (50-72%).

Полученные в результате последовательных обрабо­ток почвы данные содержания фосфора в отдельных вы­тяжках рекомендуется пересчитать в миллиграммы Р2О5 на 100 г почвы и в проценты от валового содержания фосфора в почве. Кроме того, желательно подсчитать количество фосфора, содержащегося в почве в минераль­ной форме, часть органического фосфора, перешедшего в вытяжки 0,5 н. NH4F и 0,1 н. NaOH, и общее количе­ство фосфора, извлеченного последовательными вы­тяжками.

Реактивы. 1. 1 н. раствор NH4C1 — 53,5 г на 1 л воды.

1. 0,5 н. раствор NH4F— 18,5 г на 1 л воды.
2. 0,5 н. раствор H2S04.
3. 0,3 н. Na-цптрат — 88 г Na3C6H507 • 2Н20 на 1 л воды.
4. 1 н. раствор NaHCOs — 84 г на 1л воды.
5. Na2S204 — дитионит, или гидросульфит (1 г соли на одно опре­деление) .
6. 5%-ный раствор КМn04 — 50 г растворяют в 1л горячей

воды.

1. 10%-ный раствор K4[Fe(CN)6] —100 г на 1 л воды.
2. 10%-ный растврр MnS04— 100 г на 1 л воды.

10. 2 н. раствор H2SO4 и концентрированная H2S04.

11. 30—72%-ный раствор НС104.

12. Насыщенный раствор NaCl — 400 г в 1 л воды.

13. 0,8 М раствор Н3В03 — 50 г в 1 л горячей воды.

14. 0,1 н. раствор NaOH.

15. Активированный уголь очищенный.