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 НИТРАТОВ**

**Принцип метода.** Нитраты извлекают из почвы ди­стиллированной водой или 0,1 н. КС1 и определяют ко­лориметрически по методу Грандваля-Ляжу или В. Б. Замятиной.

**Метод Грандваля-Ляжу.** При взаимодействии нитра­тов с дисульфофеноловой кислотой в щелочной среде об­разуются производные, окрашенные в желтый цвет. Вна­чале образуются тринитрофенолы:

C6H3OH(HSO3)2 + 3HNO3=

дисульфофеноловая кислота

= С6Н2ОН(NO)з + 2H2S04 + Н20,

Тринитрофенол

а после прибавления щелочи — нитропроизводные, окра­шенные в желтый цвет:

C6H20H(N02)3 + КОН = C6H2(N02)3. OK + н2о.

Определению мешают хлориды и аммиачные соли.

Навеску свежей почвы, соответствующую 10—50 г су­хой почвы, помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 мл и заливают 5-кратным количеством дистил­лированной воды с учетом воды, уже содержащейся в свежей почве. Содержимое колбы взбалтывают 3 мин и немедленно фильтруют через плотный складчатый фильтр, перенося на него хорошо взмученную суспензию почвы. Первые мутные порции фильтрата переносят об­ратно на фильтр и после окончания фильтрации немед­ленно приступают к определению. Определение нитратов возможно только из бесцветной и прозрачной вытяжки, не содержащей хлоридов и аммонийных солей. Если вы­тяжка окрашена или мутна, к ней прибавляют 5—10 мл 13%-ного раствора A12(S04)3.18H20 и дают отстояться образовавшемуся осадку. Для работы берут прозрачный раствор. Если вытяжка содержит хлориды, к ней при­бавляют несколько капель 5%-ного раствора Ag2S04, на­гревают до кипения и отфильтровывают выпавший оса­док AgCL При наличии аммонийных солей к вытяжке прибавляют несколько капель 10%-ного раствора K2SO4.

Из подготовленной тем или иным способом вытяжки берут для анализа пипеткой 50 мл и выпаривают досуха в фарфоровой чашке в водяной бане. Одновременно в других фарфоровых чашках выпаривают 10 и 20 мл об­разцового раствора KN03 (или NaN03). После выпари­вания чашки охлаждают и в каждую прибавляют точно по 1 мл дисульфофеноловой кислоты. Сухой остаток водной вытяжки, содержащийся в чашках, тщательно растирают небольшими стеклянными палочками с ди­сульфофеноловой кислотой, следя за тем, чтобы смочить и обработать последней не только дно чашки, но и ее бо­ковые стенки. Не вынимая палочек, чашки оставляют на 10 мин, после чего в каждую из них приливают около 15 мл дистиллированной воды и вновь хорошо переме­шивают содержимое, а затем кислый раствор в чашках нейтрализуют 2%-ным раствором КОН или NaOH, при­ливая последний по каплям до появления неисчезающей желтой окраски. Окрашенные растворы переносят в мер­ные колбы на 50 или 100 мл, ополаскивают несколько раз дистиллированной водой чашки и палочки, перенося эту воду в мерные колбы. Доводят объем растворов до черты, перемешивают и немедленно колориметрируют.

При работе на ФЭК-М по градуированной кривой на­ходят концентрацию N03-, соответствующую измерен­ному значению оптической плотности, и вычисляют со­держание NO3 миллиграммах на 1 кг сухой почвы по аналогичной формуле, которая приводится на с. 85 для вычисления аммиачного азота. Если при колориметриро- вании применялось дополнительное разведение, необхо­димо внести на него поправку.

Реактивы. 1. Дисульфофеноловая кислота — 3 г чистого фенола помещают в колбу вместимостью 100 мл, приливают 20 мл H2S04 (плотность 1,84), закрывают корковой пробкой, в которую вставлена длинная стеклянная трубка, служащая холодильником. Конец трубки должен находиться на уровне нижней поверх­ности пробки. Содержимое колбы хорошо перемешивают и колбу опускают в кипящую водяную баню на 6 ч. Хранят раствор в склянке из коричневого стекла и отмеривают его пипеткой с пре­дохранителем.

1. 20%-ный раствор КОН или NaOH.
2. Образцовый раствор нитратов: 0,1631 г химически чистого KN03 растворяют в дистиллированной воде и разводят до 1 л в мерной колбе. После перемешивания берут 100 мл этого раствора и вновь разводят до 1 л в мерной колбе. 1 мл разбавленного раствора содержит 0,01 мг NO3 .

**Метод В. Б. Замятиной**. При взаимодействии нитра­тов с индигокармином в присутствии H2SO4 происходит обесцвечивание последнего, степень которого пропорцио­нальна содержанию нитратов.

Вытяжку приготавливают так, как описано выше, или с 0,1 н. раствором КС1 (при отношении 1 : 2,5 на 20 г почвы берут 50 мл 0,1 н. раствора КС1 и взбалтывании в течение 5 мин). К 5 мл вытяжки из микробюретки при­ливают 1,25 мл индигокармина, 5 мл концентрированной H2S04, содержимое тщательно перемешивают и охлаж­дают при комнатной температуре. После охлаждения приливают 39 мл Н20 и через 20 мин колориметрируют на фотоэлектроколориметре.

Для приготовления градуировочной кривой берут 9 колбочек на 100 мл; в нулевую колбочку приливают 5 мл 0,1 н. раствора КС1, а в остальные по 5 мл стан­дартных растворов № 1,2, 3, 4, 5, 6, 7, 8. В каждую кол­бочку приливают по 1,25 мл индигокармина из микробю­ретки и осторожно вливают по 5 мл концентрированной H2S04. После охлаждения до комнатной температуры приливают 39 мл Н2О, перемешивают и колориметри­руют на фотоколориметре (см. с. 76—80).

По градуировочной кривой находят концентрацию азота, соответствующую измененному значению опти­ческой плотности, а вычисление нитратного азота в миллиграммах на 1 кг сухой почвы ведут по формуле, приведенной на с. 85.

Реактивы. 1. Образцовый раствор KNO3: 0,722 г химически чистого KN03 растворяют в 1 л 0,1 н. КС1 — основной раствор, содержащий 0,1 мг азота в 1 мл.

2. Рабочие растворы готовят в колбах на 500 мл:

№ рабоче­го раствора 1 2 3 4 5 6 7 8

Взято ос­новного рас­твора, мл 5 10 15 20 25 30 35 40

Концент­рация азота,

мг в 1 мл 0,001 0,002 0,003 0,004 0,005 0,006 0,007 0,008

* 1. 0,1 н. раствор КС1: 7,5 г КС1 на 1 л Н20.
  2. Раствор индигокармина: 4 г индигокармина растворяют в 400 г теплой воды (50—60° С), после охлаждения объем доводят до 500 мл (раствор А). 90 мл раствора А разводят до 500 мл — рабочий раствор; его готовят ежедневно перед работой.
  3. H2S04 плотностью 1,84, свободная от нитратов. Для испы­тания H2SO4 на чистоту берут 50 мл кислоты, разбавляют 1 : 1 и добавляют раствор индигокармина; если индиго дает устойчивую голубую окраску, кислота пригодна для анализа.