МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР

ВСЕСОЮЗНОЕ ПРОИЗВОДСТВЕННО-НАУЧНОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ ПО АГРОХИМИЧЕСКОМУ ОБСЛУЖИВАНИЮ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА "СОЮЗСЕЛЬХОЗХИМИЯ"

ЦЕНТРАЛЬНЫЙ ИНСТИТУТ АГРОХИМИЧЕСКОГО ОБСЛУЖИВАНИЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА (ЦИНАО)

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Министра
сельского хозяйства СССР,
Председатель объединения
"Союзсельхозхимия"

_____ Н.Ф.Татарчук

"__11__" _апреля_ 1985 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению щелочногидролизуемого азота в почве по методу Корнфилда

Москва - 1985

gost.e-ecolog.ru

В методических указаниях приведена методика определения щелочногидролизуемого азота в почве по методу Корнфилда. Методические указания предназначены для специалистов проектно-изыскательских станций химизации, зональных агрохимических лабораторий и их филиалов, хозяйственных и межхозяйственных лабораторий, научных учреждений и производственных организаций, выполняющих анализы по определению щелочногидролизуемого азота по Корнфилду.

Методические указания разработаны канд.с.-х. наук С.Г.Самохваловым, канд. с.-х.наук В.Г.Прижуковой, Л.И.Молхановой.

Редакционная коллегия:

Л.М.Державин (гл.редактор), С.Г.Самохвалов (зам.гл.редактора), Р.И.Ежов, Е.Н.Ефремов, Ю.М.Логинов, М.А.Флоринский, А.Ф.Хлыстова.

© Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства МСХ СССР (ЦИНАО), 1985 г.

В В Е Д Е Н И Е

Подвижный щелочногидролизуемый азот, определяемый по методу Корнфилда, является по существу легкогидролизуемым азотом почвы и характеризует содержание потенциально доступного для растений азота. Метод довольно широко используется для прогнозирования доз азотных удобрений под различные сельскохозяйственные культуры [I] . Метод связан с минерализацией органического азота и зависит от условий, обеспечивающих биологические процессы.

Корнфилдом предложен 48 часовой гидролиз почвы при оптимальных условиях температуры и влажности [2 - 4] .

Исследования ряда авторов [5, 6] и наши данные показали, что между содержанием азота, полученным при проведении 48- и 24-часового гидролиза, имеется тесная корреляция, коэффициент корреляции составляет 0,98, уравнение регрессии имеет вид $y = -1,8 + 0,83x$, где y - мг/кг N , полученного при 24-часовом, а x - мг/кг N , полученного при 48-часовом гидролизе почвы. Такая тесная корреляционная зависимость дает возможность сократить продолжительность гидролиза до 24 часов, что значительно ускоряет анализ. Исходя из этого в настоящих методических указаниях предлагается ускоренный вариант.

I. Сущность метода.

Определение щелочногидролизуемого азота по Корнфилду основано на гидролизе органических соединений почвы раствором гидроокиси натрия $c(NaOH) = I$ моль/дм^3 (I н.). Выделившийся аммиак (с учетом обменного аммония) определяют микродиффузным методом с использованием модифицированных литых чашек Конвея. Аммиак при этом поглощается раствором борной кислоты и оттитровывается серной кислотой.

2. Отбор пробы почвы для анализа.

Пробы почвы, поступившие на анализ, доводят до воздушно-сухого состояния, измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 2 мм и хранят в полиэтиленовых пакетах или герметично закрываемых емкостях.

При отборе навески для анализа пробу почвы высыпают на ровную поверхность, хорошо перемешивают, распределяют тонким слоем толщиной не более I см и отбирают навеску для анализа из 5 разных мест.

3. Аппаратура, материалы, реактивы.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200,0 г, по ГОСТ 24104-80Е, или аналогичные.

Весы лабораторные 4-го класса точности с наименьшим пределом взвешивания 500 г , по ГОСТ 24104-80Е, или аналогичные.

Чашки Конвея с крышками, которые имеют шлифованные поверхности. (Схема чашки и крышки представлена на рисунке).

Термостат биологический с терморегулятором.

Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

Шприц-дозатор вместимостью 2 $см^3$ или пипетка вместимостью 2 $см^3$ по ГОСТ 20292-74.

Бюретка вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 20292-74.

Микробюретка градуированная вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

Капельница для индикатора.

Мешалка магнитная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4323-77, ч.д.а.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Кислота борная по ГОСТ 9656-75.

Метиловый красный по ГОСТ 5853-51, спиртовой раствор с массовой долей 0,4%.

Метиловый голубой, спиртовой раствор с массовой долей 0,2%.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

Кислота серная стандарт-титр, с концентрацией (I/2 H_2SO_4)= =0,I моль/$дм^3$ (0,I н.).

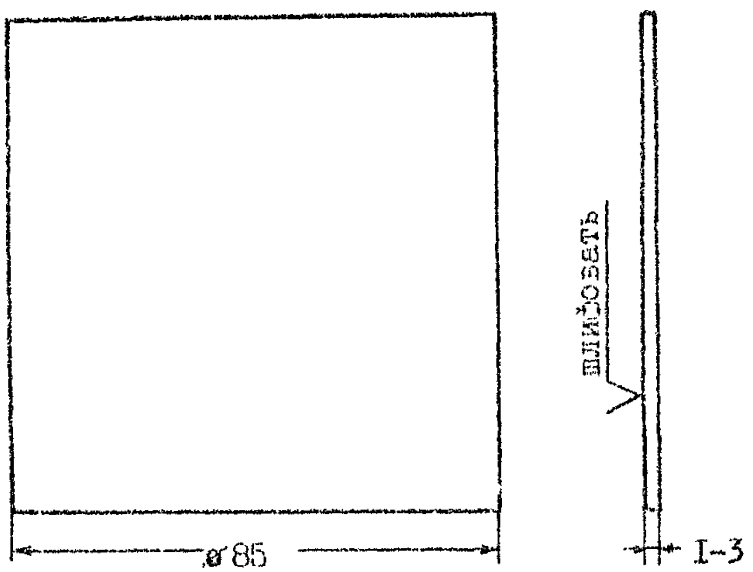
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Вазелин.

4. Подготовка к анализу.

4.I. Приготовление раствора серной кислоты концентрации

а



б

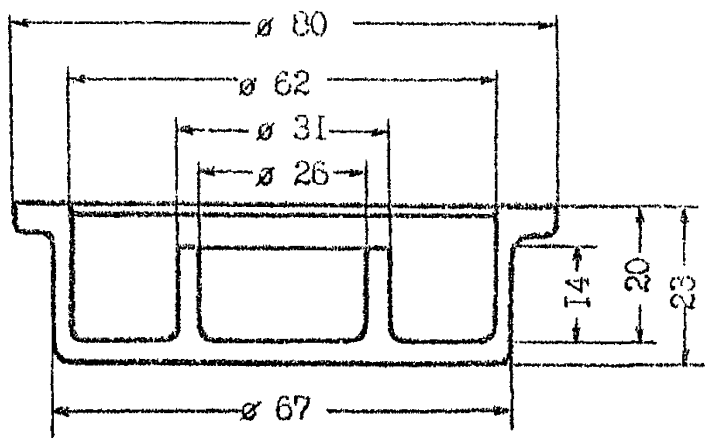


Рис. Чашка Конвея
а - крышка, б - разрез.
(размеры даны в мм)

с (I/2 H_2SO_4) = 0,02 моль/дм (0,02 н.). Для приготовления используют стандарт-титр серной кислоты концентрации с(I/2 H_2SO_4) = 0,I моль/дм^3 (0,I н.) в соответствии с правилами, приложенными к комплекту или готовят 0,I н. раствор из концентрированной кислоты по ГОСТ 25791.I-83, а затем разбавляют в 5 раз.

4.2. Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 2%: 40 г борной кислоты растворяют примерно в 800 см^3 теплой воды при дальнейшем нагревании до полного растворения. После охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до I000 см^3.

4.3. Приготовление комбинированного индикатора Гроака: смешивают равные объемы спиртового раствора метилового красного с массовой долей 0,4% и спиртового раствора метиленового голубого с массовой долей 0,2%. Раствор хранят в темной склянке.

4.4. Приготовление раствора натрия гидроокиси концентрации с($NaOH$)=I моль/дм^3 (I н.): 40 г $NaOH$ растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем раствора до I000 см^3.

5. Проведение анализа.

Пробу почвы массой 2 г, взвешенную с погрешностью 0,02 г, помещают во внешнюю часть чашки Конвея таким образом, чтобы почва находилась в одном месте. Во внутреннюю часть чашки наливают 2 см^3 борной кислоты (п. 4.2) и добавляют к ней две капли индикатора Гроака (п.4.3). Далее чашку, края которой смазаны вазелином, накрывают крышкой, так, чтобы была небольшая щель со стороны противоположной размещению почвы. В это отверстие приливают из бюретки 5 мл раствора щелочи (п. 4.4) и быстро герметически крышкой закрывают чашку. Затем в течение I мин осторожными круговыми движениями со слабым покачиванием чашки перемешивают почву с раствором щелочи, не допуская попадания щелочи во внутреннюю часть чашки. После этого чашку в горизонтальном положении помещают в термостат и выдерживают 24 часа при температуре 28^{o}С. После термостатирования чашку вынимают, снимают крышку, помещают на магнитную мешалку и

титруют аммиак, поглотившийся борной кислотой (магнитик можно изготовить из небольшого кусочка металла, запаяв его в стеклянную трубочку). Титрование проводят из микробюретки раствором серной кислоты концентрации с $(1/2\ H_2SO_4)$ = = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.) до изменения зеленой окраски индикатора в малиновую. По окончании титрования регистрируют расход (объем) титранта по бюретке.

6. Обработка результатов.

Содержание щелочногидролизуемого азота по Корнфилду в анализируемой почве (мг N/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{V \cdot C \cdot K \cdot 0{,}014 \cdot 1000 \cdot 1000}{m},$$

где V – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

C – концентрация раствора серной кислоты с $(1/2\ H_2SO_4)$= = 0,02 моль/дм^3;

K – коэффициент поправки;

m – масса пробы почвы, г;

0,014 – молярная масса азота, г/ммоль;

1000 – коэффициент пересчета г в мг;

1000 – коэффициент пересчета на 1 кг почвы.

При массе пробы почвы 2 г и при использовании для приготовления титрованного раствора серной кислоты стандарт-титра с точно установленной концентрацией с $(1/2\ H_2SO_4)$ = = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.), расчет проводят по преобразованной формуле:

$$x = V \cdot 140.$$

Допускаемые отклонения при доверительной вероятности $p = 0{,}95$ от среднего арифметического при повторном анализе составляют (%): для диапазона концентраций азота менее 100 мг/кг почвы – 15,0; свыше 100 мг/кг – 10,0.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методические указания по агрохимическому обследованию почв сельскохозяйственных угодий. М., 1982.
2. Cornfield A.H. "Nature", 187 (4733) № 21, 1960.
3. Пособие по проведению анализов почв и составлению агрохимических картограмм. М., Россельхозиздат, 1969, с. 179.
4. Агрохимические методы исследования почв. М., "Наука", 1975, с. 98.
5. Динчов Д. Определение на алкално хидролизуемия азот в почвите по Корнфилд. Фонд института по почвознание "Н.Пушкаров", София, 1967.
6. Шкондо Э.И. О применимости метода Корнфилда для определения потребности почв в азотных удобрениях – Химия в сельском хозяйстве, 1971, № 12, с. 50-60.

02909391 ЦНСХБ

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

Введение 3
I. Сущность метода 3
2. Отбор пробы почвы для анализа 3
3. Аппаратура, материалы, реактивы 4
4. Подготовка к анализу 4
5. Проведение анализа 6
6. Обработка результатов 7
Литература 8

Ответственный за выпуск В.Г.Прижукова

Редактор Е.А.Красавина

Подписано к печати 2/УШ-1985г. Л.- 10176 Зак. 455
Объем 0,5 печ.л. Тираж 1000 экз. Цена 5 коп.

КМУ НИИГИК, г. Клин, пос. Майданово, 8 б.

gost.e-ecolog.ru