МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО
ХОЗЯЙСТВА И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ОБМЕННОГО КАЛЬЦИЯ В ПОЧВАХ



Москва- 1996 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГЛАВНОЕ УПРАВЛЕНИЕ ХИМИЗАЦИИ И ЗАЩИТЫ РАСТЕНИЙ С ГОСХИМКОМИССИЕЙ
МСХ РФ

ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ АГРОХИМИЧЕСКОГО
ОБСЛУЖИВАНИЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА (ЦИНАО)

УТВЕРЖДЕНО:
Заместитель министра
сельского хозяйства
Российской Федерации

А.Г. Ефремов
"___" _____ 199 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ОБМЕННОГО КАЛЬЦИЯ В ПОЧВАХ

Москва- 1996 г.

Методические указания по фотометрическому определению содержания обменного кальция в почве разработаны Главным управлением химизации и защиты растений с Госхимкомиссией Минсельхозпрода России и Центральным институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), рассмотрены и одобрены научно-техническим советом Минсельхозпрода России (секция агрохимии) 09. 12. 1993 г.

Авторский коллектив: канд. хим. наук М. М. Овчаренко, канд. с. -х. наук В. Г. Прижукова, Н. В. Соколова, Е. Н. Белянина.

Методические указания предназначены для проектно-изыскательских центров и станций агрохимической службы, их филиалов, районных, научных учреждений и производственных организаций, выполняющих анализы почв по определению кальция.

Фотометрический метод определения кальция, изложенный в методических указаниях, обеспечивает более высокую производительность анализов по сравнению с комплексометрическим методом и может быть использован для проведения анализов с помощью автоанализатора различных типов.

Ответственный за выпуск –
заместитель начальника управления Главхимзащиты
П. Г. Маскимов

ВВЕДЕНИЕ

Методика не распространяется на анализ проб карбонатных, загипсованных и засоленных горизонтов почв.

Предельные значения суммарной относительной погрешности результатов анализа для двусторонней доверительной вероятности P=0,95 составляют:

12% - при анализе проб с содержанием кальция с(1/2Ca^{2+}) до 9 ммоль в 100 г почвы; 8% - свыше 9 ммоль в 100 г почвы.

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на извлечении обменного кальция из почвы раствором хлористого калия концентрации C(KCL)=1 моль/$дм^3$ и получении окрашенного соединения кальция с о-крезолфталеинкомплексоном в щелочной среде (pH=10,3), создаваемой с помощью аммиачного раствора. Для маскирования магния в анализируемые растворы вводят 8-оксихинолин.

1. Отбор проб почв проводят по ГОСТ 28168-89.

2. Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения анализов применяют:

– фотоэлектроколориметр;

– встряхиватель с возвратно-поступательным движением и чистотой колебаний не менее 75 $мин^{-1}$;

– весы лабораторные 2-го и 4-го класса точности по ГОСТ 24104-80;

– колбы конические или другие емкости вместимостью не менее 150 $см^3$ для приготовления и фильтрования вытяжек из почв;

– воронки или фильтровальные установки;

– колбы мерные вместимостью 1000 и 250 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

– бюретка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

– цилиндры вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

– пипетка вместимостью 1 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

– кальций углекислый по ГОСТ 4530-76, х. ч.;

– серная кислота по ГОСТ 4284-77, чда.;

– соляная кислота по ГОСТ 3118-77, х. ч., раствор с массовой долей 25%;

– аммиак водный по ГОСТ 3760-79, чда.;

– калий хлористый по ГОСТ 4234-77, раствор концентрации 1 моль/дм^3;

– 8-оксихинолин по ГОСТ 5847-76, ч.;

– 0-крезолфталеинкомплексон, индикатор, по ТУ 6-89-2455-77, чда.;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6789-72;

– бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76.

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление аммиачного буферного раствора.

(1,00±0,01) г хлористого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 30 см^3 водного аммиака, (0,180±0,001)г 0-крезолфталеинкомплексона и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. Приготовление раствора 8-оксихинолина.

(2,50±0,01) г 8-оксихинолина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют приблизительно 500 см^3 дистиллированной воды, 3 см^3 серной кислоты, растворяют реактив и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят не более 1 мес.

3.3. Приготовление раствора концентрации с(1/2Ca^{2+})=0,6 моль: (30,020±0,001) г углекислого кальция помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 120 см^3 соляной кислоты и после полного растворения реактива доводят объем раствора до метки раствором хлористого калия.

Раствор хранят не более 3 мес.

3. 4. Приготовление растворов сравнения.

В мерные колбы вместимостью 250 см^3 помещают объемы раствора, приготовленного по п. 3. 3., указанные в таблице. Объемы растворов доводят до метки раствором хлористого калия.

Таблица

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем раствора, приготовленного по п. 3. 3., $см^3$	0	2,5	5,0	7,5	10	15	20
Концентрация кальция в растворе сравнения с(1/2Ca^{2+}), ммоль/$дм^3$	0	6,0	12	18	24	36	48
Содержание кальция в почве, с(1/2Ca^{2+}), ммоль/100 г почвы	0	1,5	3,0	4,5	6,0	9,0	12,0

Растворы сравнения хранят не более 3 мес.

4. Проведение анализа

4.1. Приготовление вытяжки из почвы.

Вытяжку из почвы готовят по ГОСТ 26487-85. Одновременно проводят холостой опыт без пробы почвы.

4.2. Определение кальция.

В конические колбы или другие технологические емкости отбирают по 0,5 $см^3$ проб растворов сравнения и анализируемых вытяжек. К пробам добавляют по 15 $см^3$ раствора 8-оксихинолина и по 35 $см^3$ аммиачного буферного раствора. После добавления реактива растворы перемешивают.

Окрашенные растворы фотометрируют не ранее чем через 20 мин., в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 500 нм. Окраска устойчива в течение 1 часа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации кальция в растворах сравнения в пересчете на содержание в почве (ммоль/100 г), а по оси ординат - соответствующие им показания прибора.

Содержание обменного кальция в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат анализа холостой пробы.

Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, разбавив вытяжку раствором хлористого калия. Данные результатов анализа разбавленной пробы увеличивают во столько раз, во сколько она была разбавлена.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение....3
Сущность метода....3
1. Отбор проб почв....3
2. Аппаратура, материалы, реактивы....3
3. Подготовка к анализу....4
4. Проведение анализа....5
5. Обработка результатов....5

Работа выполнена
способом электронно-компьютерной верстки
в отделе научно-технической информации и рекламы
ЦИНАО



Набор **Т.С. Груздевой**
Редактирование **О.В. Шумовой**
Электронная верстка и художественное оформление
Н.В. Бражниковой
Ю.Г. Денисова

под руководством **В.Г. СЫЧЕВА**

Подписано в печать 22.04.96 **Формат 60×84/16** **Заказ** 51
Усл. печ. л. 1,5 **Тираж** 400

Типография Россельхозакадемии
115598, Москва, ул.Ягодина, 12.

gost.e-ecolog.ru