

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

В методических указаниях приведена методика определения щелочногидролизуемого азота в почве по методу Корнфилда. Методические указания предназначены для специалистов проектно-исследовательских 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.Прижукковой, Л.И.Молчановой.

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.Хлистова.

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

ВВЕДЕНИЕ

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 [1]. 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.

1. Сущность метода.

Определение щелочногидролизуемого азота по Корнфилду основано на гидролизе органических соединений почвы раствором гидроксида натрия $c(NaOH) = 1$ моль/дм³ (1 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 1 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 см³, 1000 см³ по ГОСТ 1770-

74.

Шприц-дозатор вместимостью 2 см³ или пипетка вместимостью 2 см³ по ГОСТ 20292-74.

Бюретка вместимостью 50 см³ по ГОСТ 20292-74.

Микробюретка градуированная вместимостью 5 см³ по ГОСТ 1770-74.

Капельница для индикатора.

Мешалка магнитная.

Натрия гидроксид 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 5853-61, 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 (1/2 H₂SO₄) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

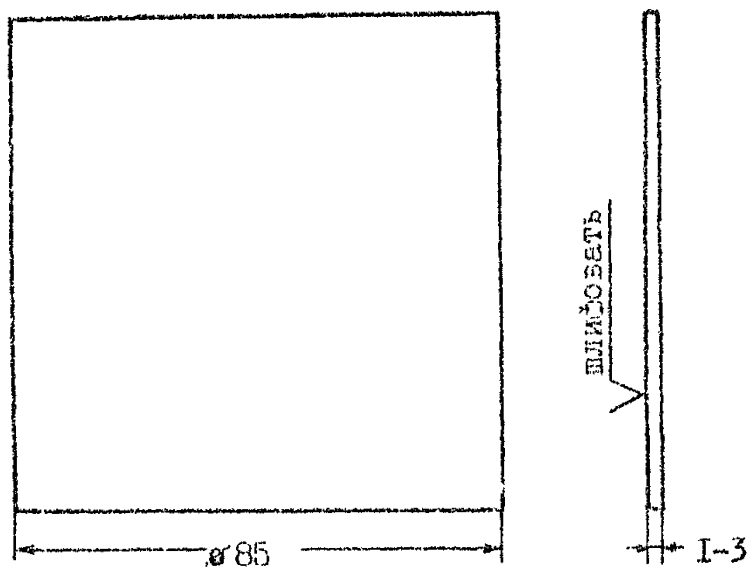
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Вазелин.

4. Подготовка к анализу.

4.1. Приготовление раствора серной кислоты концентрации

а



б

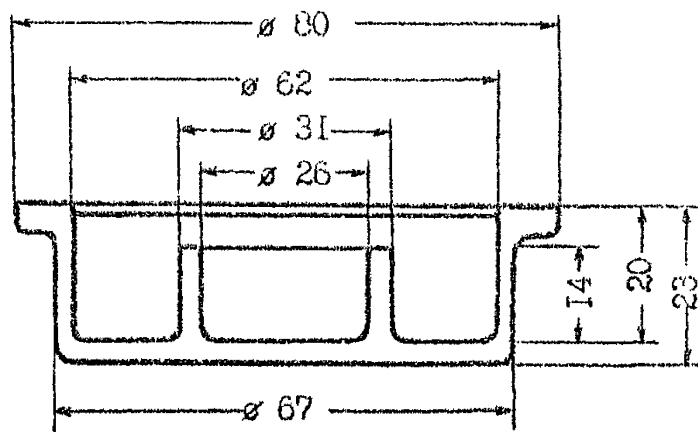


Рис. Чашка Конвель
а - крышка, б - разрез.
(размеры даны в мм)

$c(I/2 H_2SO_4) = 0,02$ моль/дм (0,02 н.). Для приготовления используют стандарт-титр серной кислоты концентрации $c(I/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) в соответствии с правилами, приложенными к комплекту или готовят 0,1 н. раствор из концентрированной кислоты по ГОСТ 25791.1-83, а затем разбавляют в 5 раз.

4.2. Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 2%: 40 г борной кислоты растворяют примерно в 800 см³ теплой воды при дальнейшем нагревании до полного растворения. После охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см³.

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 гидроксид концентрации $c(NaOH) = 1$ моль/дм³ (1 н.): 40 г NaOH растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем раствора до 1000 см³.

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 см³ 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 1 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°C. 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 c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = $= 0,02$ моль/дм³ (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/kg) 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, см³;

c – концентрация раствора серной кислоты c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = $= 0,02$ моль/дм³;

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 c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = $= 0,02$ моль/дм³ (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 гидролизуемия азот в почвите по Корифильд. Фонд института по почвознание "Н.Пункаров", София, 1967.
6. Шкоцко Э.И. О применимости метода Корифильда для определения потребности почв в азотных удобрениях – Химия в сельском хозяйстве, 1971, № 12, с. 50-60.



02909391

ЦНСХБ

СО Д Е Р Ж А Н И Е

	Стр.
Введение	3
1. 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 В.А.Красавина

Подписано к печати 2/III-1985г. Л.- IOII76 Зак. Л.С.С

Объем 0,5 печ.л. Тираж 1000 экз. Цена 5 коп.

КМУ НИИ.ПХ, г. Клин, пос. Майданово, 8 б.