

О. Б. ГАСПАРЯН

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ФОСФОРА, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ
В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ

При проведении химических анализов растений часто необходимо определять азот, фосфор, калий и кальций в очень малом количестве образца.

В. В. Пиневиц [6] предложил способ мокрого сжигания пшеничной муки. Нами был принят метод Пиневица за основу для определения из одной навески N, P, K и Ca в зеленой массе пшеницы, взятых в разных фазах роста и развития. Наши исследования показали, что необходимо удлинить время сжигания и разрушить избыток перекиси водорода при вторичном кипячении с водой. Последнее крайне необходимо, так как избыток перекиси водорода мешает колориметрическому определению фосфора [5, 7].

Ход анализа: навеска в 0,2—0,25 г берется из равномерно измельченного растительного среднего образца сразу после определения гигроскопической влажности и помещается в 100 мл коническую колбу. Сжигание ведется по Пиневицу: навеска заливается 2—5 мл концентрированной серной кислотой. Колба ставится на холодный колбонагреватель, из пипетки, тонкой струей, при периодическом взбалтывании содержимого, прибавляется 0,5—1 мл пергидроля и включается плитка. Через несколько минут жидкость в колбе начинает темнеть и тогда плитку следует выключить и дать колбе слегка остыть, затем по стенке колбы добавить из пипетки 1—2 капли H_2O_2 до обесцвечивания жидкости и снова включить колбонагреватель. Эту операцию следует повторять до тех пор, пока жидкость при кипячении перестанет темнеть и не менее 30 мин. останется бесцветной. Затем для разрушения избытка перекиси водорода надо прибавить 5—10 мл дистиллированной воды и кипятить до выделения белых паров. Желательно это действие повторить 2 раза [7]. Для работы необходим контрольный анализ с тем количеством перекиси, которое необходимо для сжигания образца. Избытка пергидроля необходимо избегать, особенно в конце сжигания, так как при отсутствии органических веществ происходит окисление аммиака [3]. После удаления избытка пергидроля надо прибавить 5—10 мл воды и отфильтровать в 100 мл мерную колбу, через беззольный быстрофильтрующий фильтр (для отделения кремневой кислоты). В конце фильтрации несколько раз фильтр промывается 10-процентной соляной кислотой [5] для превращения кальция, находящегося в виде гипса, в хлорид. Фильтрат доводится до метки и в полученном растворе определяется N, P_2O_5 , K_2O , CaO. Следует отметить, что на двух электрических плитках, при помощи простого железного подноса (последний ставится на

2—5 мм выше спирали плитки), возможно одновременное сжигание 35—40 образцов.

Определение азота. Из полученного фильтрата берется 10—15 мл и перегоняется аппаратом микро- или полумикрокьельдаля. Для улавливания аммиака применяется 4% борная кислота. Поглощенный аммиак титруется 0,02 N раствором соляной или серной кислоты в присутствии индикатора Ташира [4]. В полученном фильтрате азот можно определять также диффузионным методом, при помощи чашек Конвея [4]. Одним аппаратом полумикрокьельдаля (с двумя перегонными колбами) на одной плитке можно перегнать в день 40—50 образцов.

Определение фосфора. Берется 5—10 мл фильтрата и определяется фосфор колориметрическим путем по Труог-Мейеру [1] при помощи фотоэлектрсколориметра — ФЭК-М (красный светофильтр). За один рабочий день можно сделать 50—60 определений.

Определение калия. Берется 10 мл фильтрата и разбавляется 10 раз. Калий определяется с помощью пламенного спектрофотометра по Д. Н. Иванову [2]. Стандартный раствор калия следует готовить 0,2 N серной кислотой.

Определение кальция. Берется 5—10 мл фильтрата, разбавляется в 50 мл дистиллированной водой и нейтрализуется 2N раствором NaOH в присутствии кусочка бумаги конго-рэт. Затем прибавляется 2 мл 2N раствора NaOH и титруется 0,01—0,005 N раствором трилона Б в присутствии мурексида при интенсивном перемешивании раствора до перехода розовой окраски индикатора в фиолетовую. Для точного установления точки перехода лучше всего иметь «свидетель» (титрованный раствор). Количество CaO для абсолютно сухого растительного материала (средняя проба взята после определения гигроскопической влажности) вычитается по формуле:

$$\% \text{ CaO} = \frac{a \cdot F \cdot N \cdot V \cdot 100 \cdot 0.028}{v \cdot H}$$

где: а — количество мл трилона Б,

F — его фактор,

N — нормальность трилона Б,

V — объем первоначального фильтрата после сжигания растения,

v — объем раствора взятого анализа,

H — первоначальная навеска, взятая для анализа,

100 — переход в процент,

0.028 — коэффициент для пересчета в окись кальция.

Для проверки точности полученных данных и сравнения производительности труда при производстве анализов, описанным и общепринятыми методами, в тех же образцах определялся азот по Кьельдалю ($\text{IrCuSO}_4 + 3\text{rK}_2\text{SO}_4$), для определения же фосфора, калия, кальция и магния сжигание производилось по Лебедянцеву ($\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$).

Для анализов были взяты образцы зеленой массы пшеницы, взятые в разные сроки с вариантом опыта — контроль и NPK и, следовательно, имеющей различное содержание интересующих нас питательных элементов.

Повторность анализов во всех случаях трехкратная. Результаты анализов, приведенные в табл. 1, показывают большую точность полученных данных. Примененный нами метод определения элементов из одной навески позволяет одному аналитику в течение 6 дней проделать 40—50 определений влажности, столько же азота, фосфора, калия и кальция, имея под рукой 3 электроплитки, при этом сберегая также большое количество реактивов.

Таблица 1

Сравнение данных определения N, P₂O₅, K₂O и CaO в растениях различными методами (в % на абсолютно-сухую навеску)*

Сроки взятия образца	Варианты образца	N по Альбеллеру	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO
			по Лебедянцеву			по Пиневичу, после разрушения избытка H ₂ O ₂			
1.VI 59 г.	O	1,90	0,96	6,00	2,10	1,87	0,95	5,9	2,1
		1,89	0,96	6,00	2,10	1,87	0,95	5,9	2,1
		1,89	0,95	5,90	2,30	1,90	0,97	5,9	2,4
	NPK	3,25	1,16	7,50	1,70	3,21	1,10	7,4	1,68
		3,22	1,15	7,40	1,78	3,21	1,14	7,4	1,80
		3,22	1,15	7,40	1,78	3,21	1,15	7,4	1,80
16.VI 59 г.	O	1,06	0,85	2,90	2,38	1,05	0,80	2,64	2,38
		1,09	0,85	2,80	2,40	1,05	0,82	2,64	2,38
		1,09	0,83	2,80	2,40	1,08	0,83	2,64	2,30
	NPK	2,39	0,92	4,90	1,96	2,39	0,90	4,90	1,96
		2,39	0,91	4,90	1,96	2,39	0,90	4,90	1,96
		2,40	0,91	5,00	2,00	2,43	0,91	4,80	—
1.VII 59 г.	O	0,91	0,72	1,90	2,24	0,86	0,70	1,90	2,26
		0,90	0,71	1,90	2,26	0,86	0,71	1,90	2,28
		0,89	0,72	2,00	2,26	0,90	0,71	1,90	2,30
	NPK	1,69	0,82	2,50	2,24	1,70	0,80	2,50	2,24
		1,64	0,82	2,60	2,24	1,72	0,82	2,50	2,24
		1,70	0,83	2,60	2,26	1,72	0,82	2,50	2,30

* В работе принимала участие Л. А. Карапетян.

При определении тех же элементов из разных навесок та же работа может быть проделана в течение 15—20 дней при очень большом расходе электроэнергии (потребуется более 80 электроплиток) и реактивов.

Внедрение определения азота диффузионным методом и прямой титрации еще более ускоряет работу. Применение трилометрической титрации делает возможным определять находящиеся в растворе незначительные количества Са, при этом в течение одного рабочего дня можно сделать 60—80 определений кальция.

В ы в о д ы

1. Метод Пиневи́ча можно принять за основу для определения азота и фосфора в зеленой массе пшеницы. При этом в одном и том же растворе возможно определение также калия и кальция.

2. При сжигании по Пиневи́чу необходимо несколько увеличить время сжигания, затем удалять избыток перекиси вторичным кипячением.

3. По сравнению с общепринятыми методами определения азота, фосфора, калия и кальция в разных навесках испытанный нами метод значительно более производителен и экономичен.

4. При помощи титлометрической титрации становится возможным определять находящиеся в растворе незначительные количества кальция.

Лаборатория агрохимии
АН АрмССР

Поступило 11.IV 1960 г.

Օ. Բ. ԳԱՍՊԱՐՅԱՆ

ՔՈՒՅՍԻ ՄԻԵՎՆՈՒՅՆ ԿՇՈՒԱՄԱՍՈՒՄ ԱԶՈՏԻ, ՖՈՍՖՈՐԻ, ԿԱԼԻՈՒՄԻ
ԵՎ ԿԱԼՑԻՈՒՄԻ ՈՐՈՇՈՒՄԸ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Մեր նպատակն է եղել, հիմք ընդունելով Պինեիչի մեթոդը (ցորեն ալյուրի մեջ նույն կշռամասում ազոտի և ֆոսֆորի որոշումը), կիրառել այն բույսի տեման և զարգացման տարրեր ֆազերում ազոտը, ֆոսֆորը, կալիումը և կալցիումը որոշելու համար:

Անհրաժեշտ է նշել, որ բույսի լրիվ այրման համար պետք է փոքր ինչ երկարացնել այրման ժամանակամիջոցը և կրկնակի եռացման միջոցով հեռացնել ջրածինպերօքսիդի ավելցուկը:

Բույսի վեգետացիայի ընթացքում վերցված նմուշների մեջ արիլոնոմետրիկ տիտրացիայով հնարավոր է հալտնարերել նաև կալցիումի ամենաչնչին քանակություններ:

Մշակված մեթոդն զգալիորեն բարձրացնում է աշխատանքի արտադրողականությունը, տնտեսում է մեծ քանակությամբ էլեկտրաէներգիա և քիմիական սեպարիվներ:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Агрохимические методы исследования почв. Руководство для полевых и лабораторных исследований. Второе изд. Изд. АН СССР, 1954.
2. Иванов Д. Н. Определение калия и натрия в почвах спектральным методом. Гедройц К. К. Избранные сочинения, т. 2, Сельхозгиз, 1955.
3. Куркаев В. Т. Ускоренное определение азота, фосфора и калия в растениях из одной навески. Журн. Почвоведение, 9, 1959.
4. Мякина Н. Б. Видоизмененный метод определения общего азота по Кьельдалю. Журн. Почвоведение, 1, 1958.
5. Петербургский А. Б. Практикум по агрохимии, М., 1954.
6. Пиневи́ч В. В. Определение азота и фосфора в растительном материале из одной навески. Доклады ВАСХНИЛ, вып. 1, 1955.
7. Фридрих А. Практика количественного органического микроанализа. Гонт. Изд. НКГП. Ред. хим. Лит. М., 1939.