

Օ. Բ. ԳԱՏՔԱՐՅԱՆ, Օ. Վ. ԳՐԻԳՐՅԱՆ

ПРИМЕНЕНИЕ ФЕНОЛЯТ ГИПОБРОМИТНОЙ РЕАКЦИИ ПРИ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ОБЩЕГО АЗОГА В ПОЧВАХ И РАСТЕНИЯХ

В основе определения общего азота в почвах и растениях лежит сжигание их серной кислотой с добавлением некоторых катализаторов и окислителей [1—13]. В полученной вытяжке азот определяется перегонкой, диффузионным методом, колориметрически: неселеризацией и индофеноловыми красителями [1, 2, 5, 9, 13, 14—19]. Колориметрическое определение азота применяется в основном в том случае, когда в данном растворе, помимо азота, должны быть определены еще другие элементы. [7, 8, 9, 13].

Каплиным было предложено использование фенолят гипобромитной реакции для определения органического азота в природных водах после экстракции хлороформом при рН 7,0 [5, 16].

Нашей задачей являлось применение указанной реакции для колориметрического определения общего азота в почвах и растениях.

Проведенная работа показала, что эти определения возможны даже без предварительной экстракции азота. Преимуществом этого варианта явилась сравнительная простота и быстрота выполнения анализа.

Ход анализа. Почву сжигали серной кислотой в присутствии перхлората калия, а растения — серной кислотой с добавлением пергидроля [7, 8]. После сжигания полученную массу количественно переносили в мерную колбу на 100 мл и промывали безаммиачной водой, перемешивали и фильтровали. Из фильтрата брали две пробы по 5 мл: одну в мерную колбу на 50 мл для определения азота, а вторую в колбу Эрленмейера. Взятое количество раствора в обеих колбах разбавляли безаммиачной водой до объема 10—15 мл. В колбу Эрленмейера в присутствии метилового красного прибавляли сначала 1,0 мл 1н NaOH, а затем дотитровывали из бюретки 0,1н NaOH. Количество щелочи, израсходованное на реакцию нейтрализации кислоты в колбе Эрленмейера, добавляли в мерную колбу на испытуемый раствор, взятый для колориметрирования. Туда же немедленно добавляли 5 мл 50% раствора сегнетовой соли, 2 мл фенолята натрия, хорошо перемешивали, приливали 15 мл раствора гипобромита натрия, снова перемешивали, а затем доводили безаммиачной водой до метки*. Через 30—40 минут окрашенный раствор фотоколориметрировали прибором ФЭК-М с красным светофильтром, в кюветах толщиной исследуемого слоя в 10 и 20 см.

Стандартные растворы азота.

Раствор А. 2,3545 г химически чистого серноокислого аммония раст-

* Приготовление раствора сегнетовой соли, фенолята натрия и гипобромита натрия приведено нами в сообщениях I [17].

Таблица 1

Сравнительные данные определения общего азота в почве (в % на сухую почву)*

№ разреза	Тип почвы	Глубина взятия об- разца, см	Перегон- кой	Фенолят гипсбро- митной реакцией	Разница ±
1	Каштановая карбонатная легкосуг- линистая почва, с. М. Мазра	0—25	0,15	0,16	+0,01
		25—70	0,11	0,13	+0,02
		70—90	0,06	0,07	+0,01
		90—110	0,03	0,05	+0,02
2	Каштановая карбонатная, с. Ламбалу	0—19	0,25	0,28	+0,03
		26—36	0,25	0,26	+0,01
		60—70	0,06	0,06	0,0
		126—136	0,03	0,03	0,0
8	Бурая тяжелосуглинистая почва (карбонатная), с. Бамбакашат	0—25	0,10	0,11	+0,01
		50—60	0,09	0,10	+0,01
		90—100	0,02	0,03	+0,01
9	То же, бескарбонатная, Эчмиадзин	0—25	0,13	0,13	0,00
		28—38	0,06	0,05	-0,01
		50—60	0,03	0,02	-0,01
14	Каштановая бескарбонатная, с. Лчашен	0—25	0,20	0,23	+0,03
		35—45	0,19	0,21	+0,02
		45—98	0,11	0,10	-0,01
		98—110	0,05	0,05	0,00
13	Каштановая бескарбонатная, с. Спитак	0—30	0,23	0,25	+0,02
		30—65	0,19	0,20	+0,01
		65—106	0,12	0,13	+0,01
		110—160	0,05	0,06	+0,01
16	Горный чернозем, Леникан	0—25	0,23	0,25	+0,02
		30—40	0,19	0,21	+0,02
		70—80	0,04	0,05	+0,01
5	Горный выщелоченный чернозем, с. Калинино	0—25	0,72	0,78	+0,06
		25—35	0,23	0,25	+0,02
		90—100	0,04	0,04	0,00
7	Выщелоченный легкоглинистый чернозем (Лорийское плато), с. Вардаблур	0—26	0,23	0,25	+0,02
		30—40	0,17	0,18	+0,01
		60—70	0,04	0,04	0,00
21	Дилижан	0—22	0,31	0,33	+0,02
		22—54	0,30	0,31	+0,01
		54—77	0,30	0,30	0,00
		77—107	0,29	0,28	-0,01
3	Выщелоченный тяжелосуглинистый чернозем, пос. Раздан	0—25	0,22	0,24	+0,02
		30—40	0,16	0,20	+0,04
		60—70	0,15	0,16	+0,01
		100—110	0,11	0,12	+0,01
20	Шамшадин, с. В. Кармир ахпюр	0—25	0,39	0,39	0,00
		25—35	0,19	0,20	+0,01
		54—64	0,10	0,12	+0,02
		100—110	0,05	0,06	+0,01

* Приведены средние данные 4—6 повторностей.

воряли в безаммиачной воде и доводили объем до 500 мл. 1 мл раствора содержит 1 мг N.

Раствор Б. 100 мл раствора А помещали в мерную колбу на 500 мл и разбавляли до метки 2н H₂SO₄. 1 мл раствора содержит 0,2 мг N.

Серия эталонных растворов. Брали 12 мерных колб на 100 мл и в каждую из них наливали бюреткой следующие количества стандартного раствора Б: 1; 3; 6; 9; 12; 15; 18; 21; 25; 30; 35; 40 мл и разбавляли до метки 2н H₂SO₄.

Составление калибровочной кривой: в мерные колбы с притертыми пробками на 50 мл брали по 5 мл из каждой колбы эталонных растворов, соответствующей концентрации: 0,01; 0,03; 0,06; 0,09; 0,12; 0,15; 0,18; 0,21; 0,25; 0,30; 0,35; 0,40 мг N в 50 мл и проводили фенолят гипобромитную реакцию.

Результаты работы. Определение общего азота проводилось в большом наборе образцов почв и растений: а) путем перегонки аммиака в полумикроперегонной установке и б) фотоколориметрическим способом—с помощью фенолят гипобромитной реакции без предварительной экстракции.

Почвенные образцы содержали от 0,02 до 0,70% общего азота.

Таблица 2

Сравнительные данные определения общего азота в растениях
(в % на воздушно-сухие образцы)

Культура	Характер образца	Пере- гонкой	Фенолят ги- побромит- ной реак- цией	Разница	
				+	-
Зеленый корм выращен из кукурузы	Семена кукурузы	1,70	1,85	+0,15	
	Зеленая масса	5,08	5,10	+0,02	
	Остатки семян	1,10	1,20	+0,10	
	Корешки	3,50	3,80	+0,30	
То же, из ячменя	Семена	2,76	2,90	+0,14	
	Зеленая масса	6,40	6,60	+0,20	
	Семена с кореш- ками	2,40	2,50	+0,10	
Картофель	Клубни	1,48	1,60	+0,12	
	Листья	2,02	2,10	+0,08	
Люцерна	Надземная масса	2,44	2,65	+0,21	
Помидор (гидропонический)	Плоды	2,80	2,90	+0,10	
	Листья	4,20	4,50	+0,30	
	Стебель	2,00	2,30	+0,30	
	Корень	2,24	2,20	-0,04	
Табак	Листья	2,60	2,80	+0,20	
Хлопчатник	Стебель	0,78	0,90	+0,12	
	Листья	2,10	3,00	+0,20	
	Коробочка	1,06	1,20	+0,14	
Хлорелла		8,10	8,30	+0,20	
Перец	Плоды	2,30	2,40	+0,10	
	Листья	2,66	2,80	+0,14	

Полученные данные (табл. 1) показали, что общий азот в почвах можно успешно определить фенолят гипобромитной реакцией электрофотоколориметрическим методом.

Проверочные анализы проводились также на различных образцах растений (табл. 2) при содержании азота от 1,48 до 8,10%. Эти данные также показали возможность применения индофеноловых реакций при определении общего азота.

Таким образом, сравнительные данные определения общего азота, полученные колориметрическим способом при помощи фенолят гипобромитной реакции, совпадают с данными определения общего азота методом перегонки.

Օ. Ր. ԳԱՍԳԱՐՅԱՆ, Օ. Վ. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ

ՖԵՆՈԼԱՏ ՉԻՊՈՐԻՐՈՄԻՏԱՑԻՆ ՌԵԱԿՏԻԱՑԻ ԿԻՐԱՌՈՒՄԸ ՀՈՂԻ ԵՎ ԲՈՒՅՄԻ ՄԵՋ ՖՈՏՈԿՈԼՈՐԻՄԵՏՐԻԿ ԵՂԱՆԱԿՈՎ ԸՆԴՀԱՆՈՒՐ ԱԶՈՏԻ ՈՐՈՇՄԱՆ ՀԱՄԱՐ

Ա մ փ ո ւ լ մ

Անալիտիկ պրակտիկայում կիրառական նշանակություն է ստացել ազոտի որոշումը կոլորիմետրիկ եղանակով՝ հիմնված ինդոֆենոլային կապերի շնորհիվ առաջացած կապույտ գունավորման վրա:

Մեր կողմից այս մեթոդը կիրառվել է հողում և բույսի մեջ ընդհանուր ազոտը որոշելու համար, առանց նախնական քլորոֆորմային էքստրակցիայի: Նշված մեթոդով կատարված անալիզի տվյալները համեմատության մեջ են դրված ազոտի որոշման թորման եղանակի հետ:

Բազմաթիվ համեմատական տվյալներից երևում է, որ ֆենոլատ հիպոբրոմիտային ռեակցիայով ազոտի որոշման կոլորիմետրիկ եղանակը առավել արտադրողական է:

O. B. GASPARYAN, O. V. GRIGORYAN

DETERMINATION OF TOTAL N IN THE SOIL AND PLANT BY THE PHENOLATEHYPOBROMITE REACTION

Summary

Determination of total N contained in the soil and plant has been realized by means of the phenolate-hypobromite reaction of the colorimetric method, without the preliminary chloroform extraction of the solution.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гедройц К. К. Химический анализ почвы. М., 1956.
2. Петербургский А. В. Практикум по агрохимии. М., 1968, изд. VI.
3. Агрохимические методы исследования почв. М., 1965.
4. Фридрих А. Практика количественного органического микроанализа, М., 1939.
5. Каплин В. Т., Дацко В. Г. Метод ускоренного определения органического азота в природных водах. Гидрохиммат, т. 29, 1960.
6. Пиневич В. В. Определение азота и фосфора в растительном материале из одной навески. Вестник Ленинградского университета, № 1, 1955.

7. Гаспарян О. Б. Определение азота, фосфора, калия и кальция в растительном материале из одной навески. Изв. АН Арм. ССР, т. XIV, № 2 (сер. биол.), 1961.
8. Гаспарян О. Б., Дарбилян О. А. Определение валового азота и фосфора в одной навеске почвы. Сообщения лабор. агрохимии АН Арм. ССР, № 4, 1961.
9. Куркаев В. Т. Ускоренное определение азота, фосфора, калия в растениях из одной навески. «Почвоведение», № 9, 1959.
10. Гинзбург К. Е., Шеглова Г. М., Вульфус Е. В. Ускоренный метод сжигания почв и растений. «Почвоведение», № 5, 1963.
11. Майборода Н. М. Ускоренное определение азота и фосфора в растениях из одной навески. «Агрохимия», № 2, 1966.
12. Троицкий В. М. Новый способ озоления растительных веществ с помощью серной кислоты и 30% перекиси водорода. «Хим. соц. земледелия», № 9, 1939.
13. Мещеряков А. М. Разложение почв серной и хлорной кислотами для определения азота и фосфора. «Почвоведение», № 5, 1965.
14. Мякина Н. Б. Видоизмененный метод определения общего азота по Кьельдалю. «Почвоведение», № 1, 1958.
15. Шетянина Л. Л., Бутенко В. А. Колориметрический метод определения общего азота в почве и растениях. «Почвоведение», № 8, 1957.
16. Каплин В. Т. Применение экстракции при определении летучих фенолов органического и аммонийного азота в водоемах, загрязненных сточными водами (диссертация, 1960, Новочеркасск).
17. Гаспарян О. Б., Григорян О. В. Применение фенолят гипобромитной реакции при определении почвенного аммиака. Изв. АН Арм. ССР. Серия биологическая, т. XIV, № 12, 1961.
18. Шконде Э. И., Королева И. Е. Определение аммонийного азота в почвенных вытяжках при помощи индофенолового красителя. «Почвоведение», № 6, 1964.
19. Кудеяров В. И. Колориметрическое определение аммонийного азота в почвах и растениях феноловым методом. «Агрохимия», № 6, 1965.