

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ. ПОНЯТИЯ И ПОКАЗАТЕЛИ

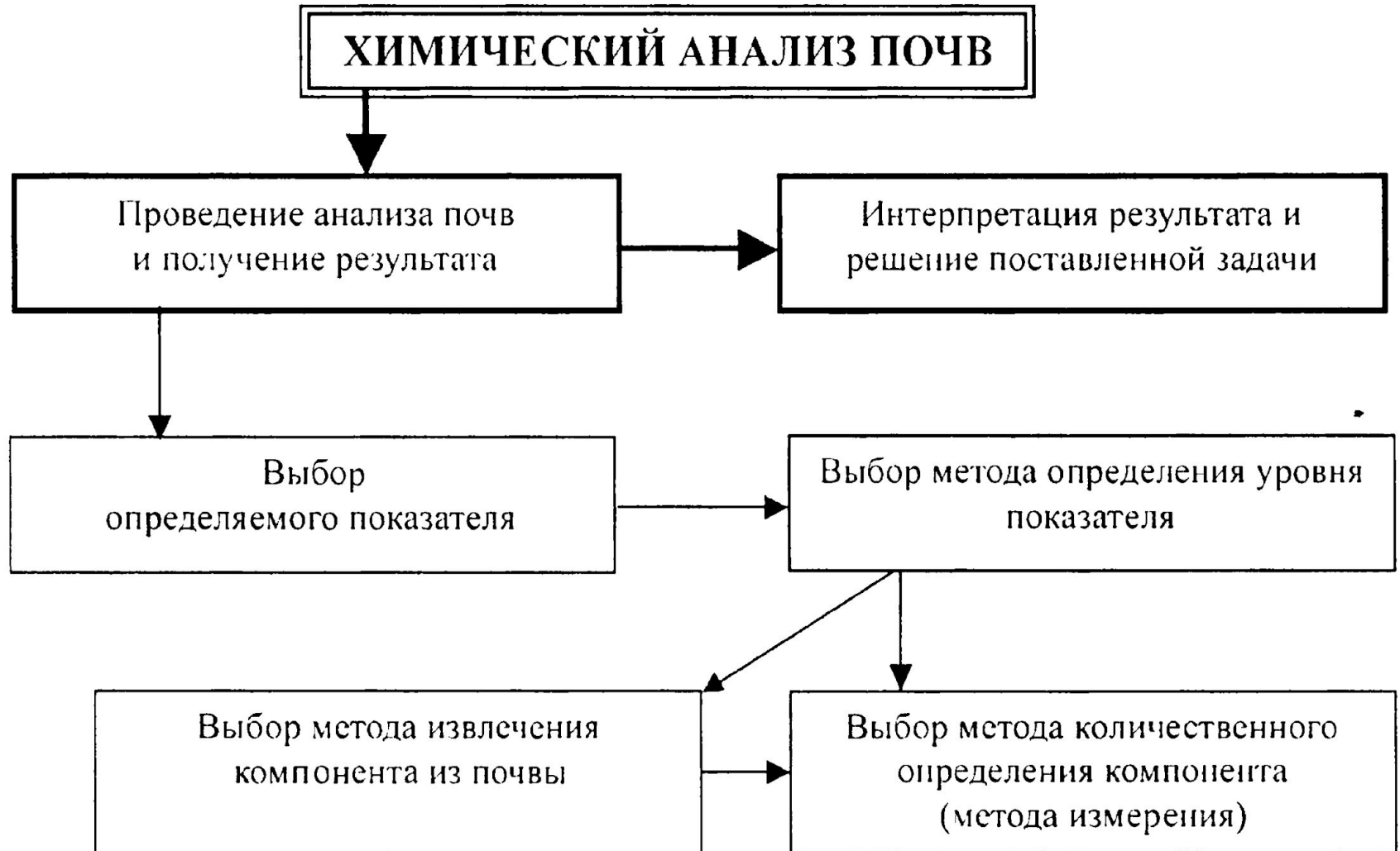
Химический анализ является важным средством познания природы и оценки плодородия почв, изменения свойств почв в процессе их естественного развития, сельскохозяйственного использования, мелиорации, антропогенного загрязнения.

Однако прежде чем приступить к анализу почвы необходимо решить целый ряд вопросов.

- 1. Определить цели и задачи исследования.**
- 2. Выбрать показатели свойств почв, величины которых необходимы для решения поставленной задачи.**
- 3. Выбрать метод, которым будет определена величина показателя (прежде всего это метод извлечения компонента из почвы (экстракция), а затем выбор метода количественного определения, извлеченного из почвы показателя).**

Полученный результат анализа содержит информацию о свойствах почвы, которые можно использовать для решения поставленной задачи.

Вопросы, которые необходимо решить прежде, чем приступить к эксперименту, и последовательность их решения приведены на схеме. Эта схема является ключом к любому типу почвенного



Показатели химического состояния почв

Система показателей химического состояния почв

Группа 1. Показатели свойств почв и почвенных компонентов.

Подгруппы: 1) показатели состава почв и почвенных компонентов;
2) показатели подвижности химических элементов в почвах;
3) показатели кислотно-основных свойств почв;
4) показатели ионообменных и коллоидно-химических свойств почв;
5) показатели окислительно-восстановительных свойств почв;
6) показатели каталитических свойств почв.

Группа 2. Показатели химических почвенных процессов

Подгруппы: 1) показатели направления и степени выраженности процесса;
2) показатели скорости процесса.

ЕДИНИЦЫ ИЗМЕРЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

Международная система СИ (Système International d'Unités - SI), которая была принята в 1960 г. на 11-ой Генеральной конференции по мерам и весам. В нашей стране ее использование обязательно [ГОСТ

8417-2001]. В почвоведении часто используют единицы, характеризующие массовую долю того или иного компонента в почве. Под массовой долей понимают отношение массы компонента, содержащегося в исследуемом материале, к общей массе этого материала.

Результаты анализа выражают в процентах (сотая доля, %), промиллях (тысячная доля, ‰), в миллионных долях (млн⁻¹), в англоязычной литературе ppm - parts per million). В отечественной литературе чаще используют мг/кг, что соответствует 1ppm.

При оценке эквивалентных соотношений между реагирующими или содержащимися в почвах компонентами, используют не единицы массы, а единицы количества вещества. Основной единицей количества вещества в системе СИ является моль (mol), дольными единицами - децимоль (дмоль, dmol), сантимоль (смоль, smol), миллимоль (ммоль, mmol) и микромоль (мкмоль, μmol). Перечисленные дольные единицы соответствуют Ю-1, Ю-2, 10^{-3} , 10^{-6} доле моля.

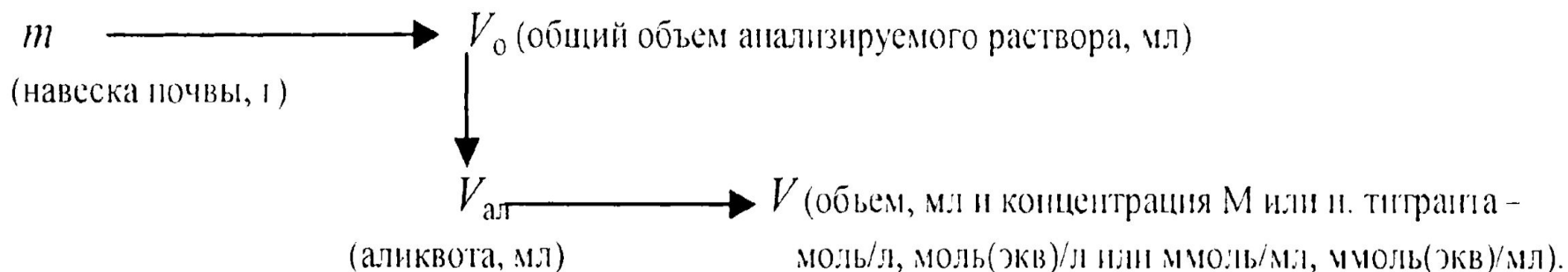
В соответствии с системой СИ, моль - единица количества вещества, состоящая из стольких структурных элементов, сколько атомов содержится в 0,012 кг углерода (^{12}C). Число атомов в 0,012 кг ^{12}C , или в одном моле углерода, равно числу Аво-гадро - $6,022045 \cdot 10^{23}$. Тогда $6,022 \cdot 10^{23}$ любых структурных элементов составляет моль этих элементов.

Эквивалентом называют реальную или условную частицу, которая может присоединять, высвобождать или быть каким-либо другим образом эквивалентна одному иону водорода в кислотно-основных реакциях или одному электрону в окислительно-восстановительных реакциях. Поскольку эквивалент рассматривается как частица (реальная или условная), единицей количества вещества эквивалентов может являться моль. Моль эквивалентов сокращенно записывается как **моль(экв)**.

Расчеты и способы выражения результатов анализа почв

Расчеты при титриметрическом определении почвенных компонентов

Схема анализа и расчета.



Число миллимолей эквивалентов определяемого вещества во всем объеме анализируемого раствора (V_0) будет соответствовать выражению:

$$\nu(x) \text{ ммоль(экв)} = \frac{V \cdot n \cdot V_0}{V_{\text{ал}}}$$

Это количество миллимолей эквивалентов вещества содержится во взятой для анализа навеске почвы (m), а количество миллимолей эквивалентов определяемого вещества в 100 граммах почвы можно рассчитать по уравнению:

$$(x) \text{ моль(экв)/100 г почвы} = \frac{V \cdot n \cdot V_0 \cdot 100}{V_{\text{ал}} \cdot m} \quad (1)$$

уравнение для расчета результатов титриметрического определения вещества в процентах (г/100 г почвы) будет иметь вид:

$$X, \% = \frac{V \cdot n \cdot V_0 \cdot 100 \cdot M(x)}{V_{\text{эл}} \cdot m \cdot 1000} \quad (2)$$

При использовании не прямого метода титрования, а метода титрования по остатку (метод обратного титрования) расчет выглядит так:

$$X, \% = \frac{(V \cdot N - V' \cdot N') \cdot V_0 \cdot M}{V_{\text{эл}} \cdot m \cdot 1000}$$

Расчеты при гравиметрическом определении почвенных компонентов

По массе осадка или летучего соединения или же по уменьшению массы навески рассчитывают содержание определяемого компонента в почве.

$$x, \% = \frac{m_o \cdot 100}{m}$$

ПОЧВЕННО-ХИМИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ И ОБЩИЕ ПРАВИЛА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ РАБОТ

Лабораторная посуда

В почвенно-химических лабораториях используют стеклянную, фарфоровую, кварцевую, платиновую и др. виды посуды.

Химические реактивы

При химическом анализе почв пользуются реактивами следующих квалификаций: «очищенный» (оч.), «чистый» (ч.), «чистый для анализа» (ч.д.а.) и «химически чистый» (х.ч.). Для некоторых препаратов имеются более высокие по чистоте квалификации: «особой чистоты» (о.ч.) и «высшей очистки» (в.оч.).

Приготовление растворов

Молярные и нормальные растворы. Молярным называется раствор, содержащий 1 моль растворенного вещества в одном литре или 1 миллимоль вещества в одном миллилитре раствора. Молярность раствора обозначается буквой «**M**». Нормальным называется раствор, содержащий в литре 1 моль эквивалентов вещества или в 1 мл - 1 миллимоль эквивалентов вещества. Нормальность обозначается буквой **N** с точкой - **N**. Разбавленные растворы получают разбавлением концентрированных растворов кислот и аммиака.

Насыщенными называют растворы, содержащие максимальное количество вещества, способное раствориться в данном объеме данного растворителя при данной температуре. Растворы массовой концентрации. Массовая концентрация показывает отношение массы растворенного вещества к объему раствора. Титриметрические растворы - это основные рабочие растворы в титриметрическом анализе. Это растворы с очень точной концентрацией. Готовят их из фиксаналов.

Стандартным раствором называют раствор с известной концентрацией определяемого компонента.

Первичный стандартный раствор готовят растворением точного количества чистого химического вещества известного стехиометрического состава в определенном объеме растворителя.

Вторичный стандартный раствор получают либо разбавлением первичного раствора.

Государственные стандартные образцы (ГСО). ГСО представляют собой стеклянные ампулы, содержащие раствор определяемого компонента аттестованной концентрации (обычно 1 или 10 г/л).

Непосредственно из ГСО готовят запасной стандартный раствор максимально возможной концентрации (обычно 100, 50 или 20 мг/л), который допускается хранить в закрытой посуде до одного года.

ПОДГОТОВКА ПОЧВЕННЫХ ПРОБ К АНАЛИЗУ

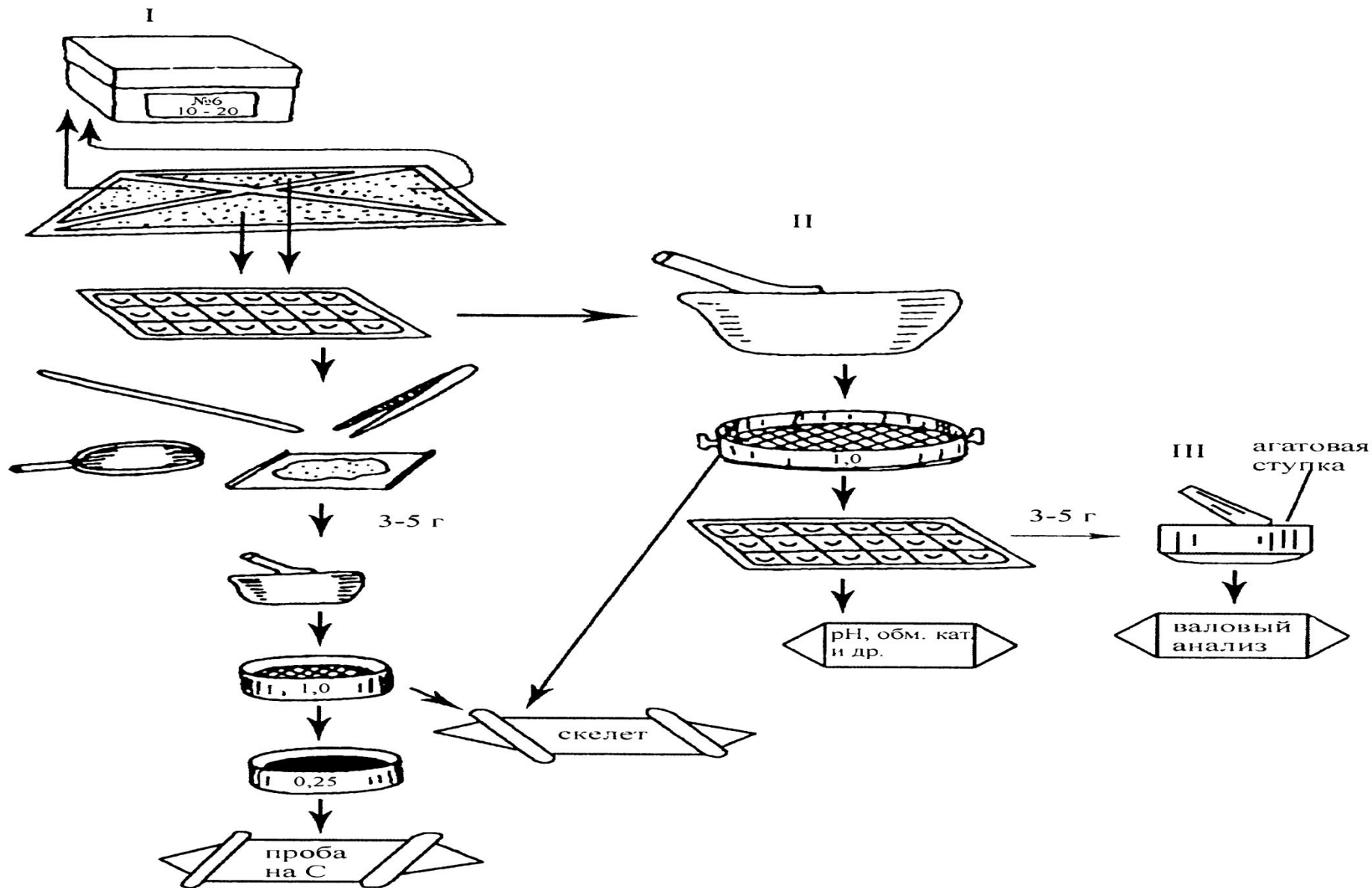


Рис. 5.1. Схема подготовки почвенного образца к химическим анализам

МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ (МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ), ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРИ ХИМИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ПОЧВ

В химическом анализе почв имеются две большие группы аналитических методов - классические химические и инструментальные. В основе классических химических методов лежат химические реакции трех типов: *кислотно-основные, окислительно-восстановительные и комплексообразования.*

Химические методы делятся на гравиметрические и титриметрические.

Эти аналитические методы называют классическими, так как они применяются в аналитической химии уже несколько столетий. Однако классические методы постепенно уступают место инструментальным.

Классические химические методы.

Гравиметрические методы

Гравиметрический анализ заключается в выделении вещества в чистом виде и точном определении его массы взвешиванием.

Гравиметрия - это абсолютный метод, не требующий сравнения полученного результата с эталонами или стандартами. **Недостатком** гравиметрических методов является длительность определения, особенно при анализе большого числа проб. **Главный же недостаток** связан со сложным составом почвы и заключается в неселективности метода.

Гравиметрическое определение состоит из нескольких этапов: 1. Осаждение соединения, содержащего определяемое вещество (его называют осаждаемой формой). 2. Отделение осадка от раствора фильтрованием или центрифугированием. 3. Промывание осадка для удаления надосадочной жидкости и адсорбированных примесей с его поверхности. 4. Высушивание осадка при низкой температуре для удаления воды или прокаливание при высокой температуре для превращения его в более подходящую для взвешивания форму

Требования к гравиметрической форме.

1. Гравиметрическая форма должна быть стехиометрическим соединением известного состава.
2. Она должна быть устойчива.
3. Желательно, чтобы значение гравиметрического фактора F (отношение молекулярной массы определяемого компонента к молекулярной массе гравиметрической формы) было минимальным для снижения относительной погрешности результата анализа.

Титриметрические методы

Титриметрический (или объемный) метод анализа основан на титровании - точном измерении объема раствора с точно известной концентрацией реактива, требующегося для реакции с данным количеством определяемого вещества.

Вещества реагируют между собой в эквивалентных количествах ($v_1=v_2$).

Титрование дает возможность найти неизвестную концентрацию одного из веществ, если известны объем его раствора и объем и концентрация прореагировавшего с ним вещества: $c_1V_1=c_2V_2$.

Конец реакции называют точкой эквивалентности (ТЭ).

Экспериментально конец титрования устанавливают по изменению цвета индикатора или какого-либо физико-химического свойства раствора.

Реакция титрования должна отвечать следующим требованиям:

1) быть строго стехиометричной; 2) протекать быстро; 3) протекать количественно, поэтому константа равновесия реакции должна быть высокой; 4) должен существовать способ фиксирования точки эквивалентности.

В титриметрии используют реакции всех типов: кислотно-основные, окислительно-восстановительные, осадительные и т.д.

По способу выполнения различают :прямое титрование, обратное титрование и титрование заместителя. При прямом титровании титрант непосредственно добавляют к титруемому веществу. Такой способ применим только при выполнении всех требований, перечисленных выше.

Прием обратного титрования используется при малой скорости реакции, при потере определяемого вещества вследствие летучести, при мешающем действии побочных эффектов при проведении прямой реакции.

Если реакция нестехиометрична или протекает медленно, можно использовать титрование заместителя. Для этого проводят стехиометрическую реакцию определяемого вещества с вспомогательным реагентом, а получающийся в эквивалентном количестве продукт оттитровывают подходящим титрантом.

В химическом анализе почв чаще всего используют кислотно-основное, окислительно-восстановительное, осадительное и комплексонометрическое титрование.

Комплексонометрическое титрование.

Этилендиаминтетрауксусная кислота (H_4Y) реагирует с ионами металлов в соотношении 1:1 независимо от их заряда: $Me^{+2} + H_2Y^{2-} \rightleftharpoons MeY^{2-} + 2H^+$

$Me^{+3} + H_2Y^{2-} \rightleftharpoons MeY^{-} + 2H^+$

$Me^{+4} + H_2Y^{2-} \rightleftharpoons MeY^{\circ} + 2H^+.$

Таблица 4.3. Логарифмы констант устойчивости комплексов с ЭДТА при 20°C и ионной силе 0,01, по [Шварценбах, Флашке, 1970]

Катион	$\lg K_{\text{уст}}$	Катион	$\lg K_{\text{уст}}$	Катион	$\lg K_{\text{уст}}$
Ba^{2+}	7,8	Al^{3+}	16,1	Cu^{2+}	18,8
Sr^{2+}	8,6	Co^{2+}	16,3	VO^{2+}	18,8
Mg^{2+}	8,7	Zn^{2+}	16,5	Hg^{2+}	21,8
Ca^{2+}	10,7	Cd^{2+}	16,5	Ti^{3+}	21,3
V^{2+}	12,7	TiO^{2+}	17,3	Fe^{3+}	25,1
Mn^{2+}	13,8	Pb^{2+}	18,0	V^{3+}	25,9
Fe^{2+}	14,3	Ni^{2+}	18,6	Bi^{3+}	27,9

Таблица 4.4. Зависимость $\lg \alpha_{\text{ЭДТА}}$ от pH, по [Шварценбах, Флашке, 1970]

pH	$\lg \alpha_{\text{ЭДТА}}$	pH	$\lg \alpha_{\text{ЭДТА}}$
1	-18,0	7	-3,3
2	-13,5	8	-2,3
3	-10,6	9	-1,3
4	-8,4	10	-0,45
5	-6,5	11	-0,07
6	-4,7	12	-0,01

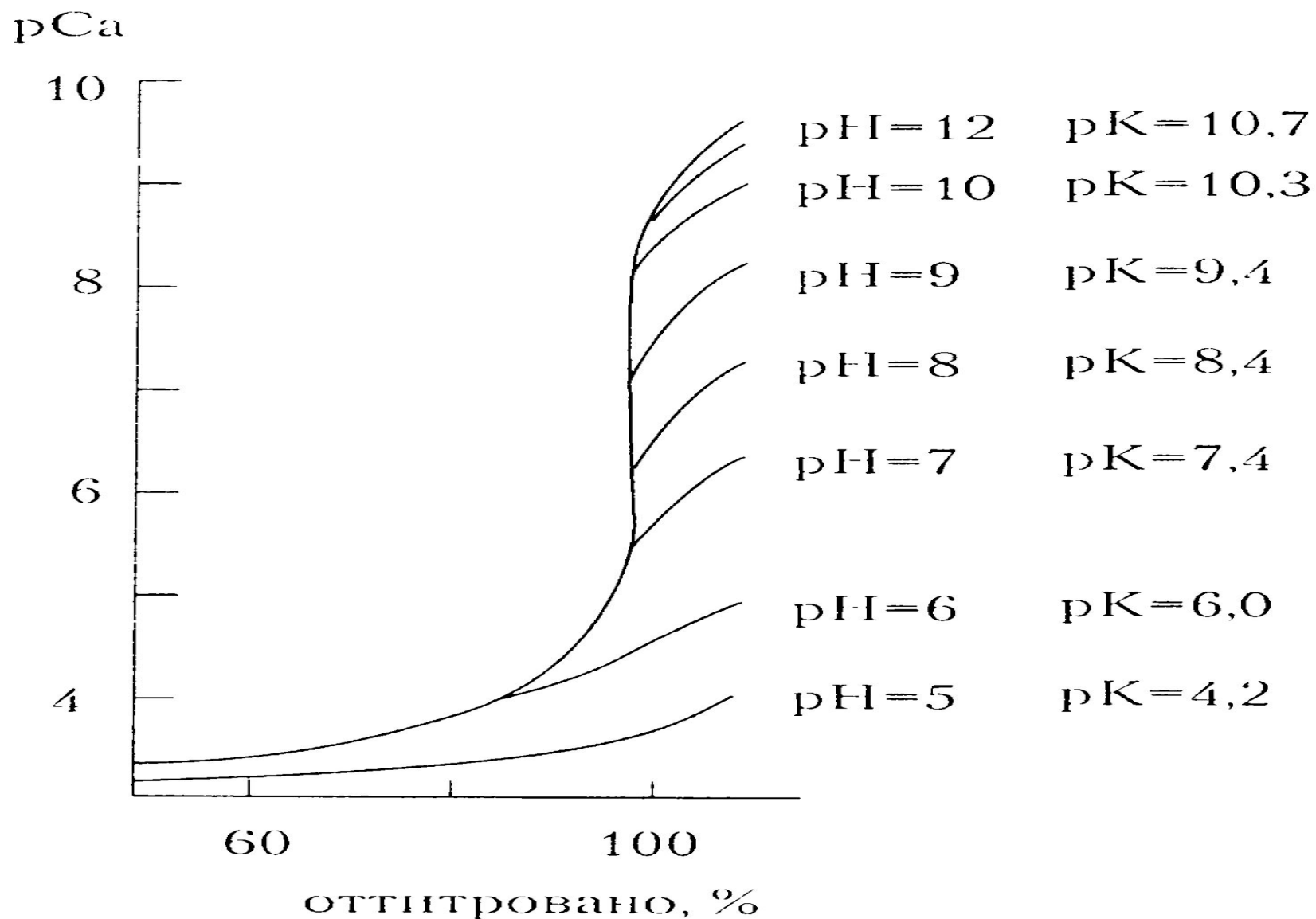


Рис. 4.2. Кривые титрования ионов кальция раствором комплексона III при разных значениях pH

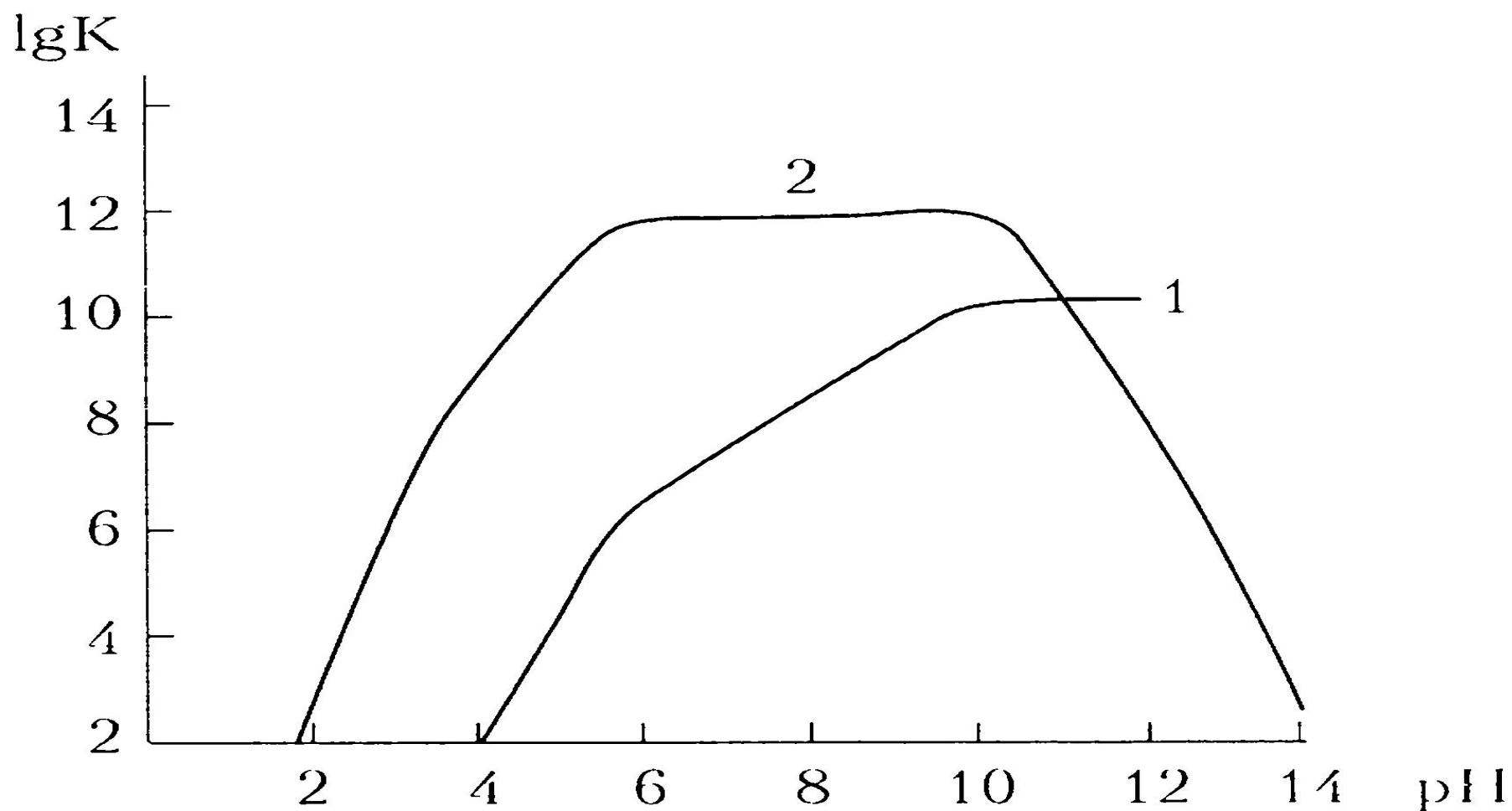


Рис. 4.1. Зависимость логарифмов эффективных констант устойчивости комплексов кальция (1) и цинка (2) от значений pH раствора

Инструментальные методы их преимущества и недостатки.

Таблица 4.1. Основные преимущества и недостатки классических химических и инструментальных методов

Особенности методов	Классические химические методы	Инструментальные методы
Преимущества	Не требуют сложного дорогостоящего оборудования. Как правило, характеризуются высокой точностью и воспроизводимостью при выполнении некоторых видов анализов	Как правило, высокая чувствительность и скорость выполнения анализа (в том числе возможность анализа твердых почвенных проб без предварительного их разложения), возможность одновременного определения нескольких показателей. Возможность работы в автоматическом режиме без присутствия оператора
Недостатки	Низкая скорость выполнения анализов, включая предварительную подготовку проб к анализу. Методы определения целого ряда веществ и элементов либо не разработаны, либо не могут использоваться в химическом анализе почв из-за несоответствия чувствительности метода и уровней содержания в почве определяемых компонентов	Сложное и дорогостоящее оборудование и расходные материалы, необходимость наличия квалифицированного обслуживающего персонала, более низкая воспроизводимость результатов

Таблица 4.5. Средние содержания химических элементов в почвах

Химические элементы	Пределы средних содержаний, %
C, Fe, Al, Si	2,0–33,0
Ti, Mg, Na, K, Ca	0,4–1,4
V, Cr, F, Sr, Zr, Ba, Mn, P, S	0,01–0,07
Mo, Br, As, I, Sc, Pb, Co, B, Cu, Li, Ni, Zn	10^{-4} – 10^{-3}
Se, Hg	10^{-6}

Главные требования к выбору аналитического метода – это чувствительность и воспроизводимость результатов.

Электрохимические методы

Электрохимические методы анализа основаны на оценке процессов, протекающих на поверхности электрода или в приэлектродном пространстве

Электрохимические методы бывают прямые и косвенные. В прямых методах используют зависимость силы тока (потенциала и т.д.) от концентрации определяемого компонента.

В косвенных методах силу тока (потенциал и т.д.) измеряют с целью нахождения конечной точки титрования определяемого компонента подходящим титрантом.

Потенциометрические методы

Эти методы основаны на зависимости равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона.

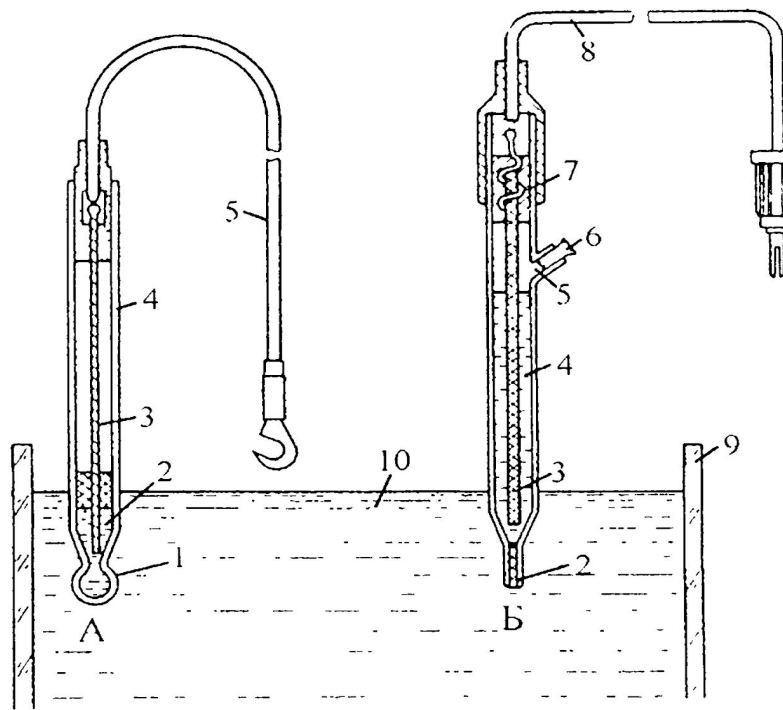


Рис. 4.3. Устройство стеклянного измерительного электрода (А) и электрода сравнения (Б)

А: 1 – шарик из ионселективного стекла, 2 – раствор 0,1 М НСl, 3 – хлорированная серебряная проволока, 4 – стеклянный корпус, 5 – провод с разъемом для подключения к иономеру; Б: 1 – стеклянный корпус, 2, 7 – асбестовые нити, 3 – насыщенный раствор КСl, 4 – отверстие для заливки КСl, 5 – резиновая пробка, 6 – хлорированная серебряная проволока, 8 – провод с разъемом для подключения к иономеру, 9 – стаканчик, 10 – анализируемый раствор

Равновесный потенциал ионоселективного электрода зависит от активности определяемого иона в растворе. Поэтому, измерив электродный потенциал ионоселективного электрода с помощью электрода сравнения (с известной ЭДС), можно найти активность (концентрацию) ионов в растворе.

Спектральные методы

Все спектральные методы, применяемые в химическом анализе почв, основаны на взаимодействии различных типов электромагнитного излучения (инфракрасного, видимого, ультрафиолетового, рентгеновского) с анализируемой пробой и на регистрации изменений, произошедших с потоком этого излучения после взаимодействия с анализируемым веществом.

Спектральные методы, используемые в химическом анализе почв, делятся на две большие группы: молекулярную и атомную спектрофотометрию. Методы атомной спектрофотометрии, в свою очередь, делятся на методы эмиссионной и абсорбционной спектрофотометрии.

Методы молекулярной спектrophотометрии

Взаимосвязь частоты излучения и энергии его кванта описывается уравнением Планка:

$$E = h\nu,$$

где: E -энергия, Дж; h -постоянная Планка ($6,38 \cdot 10^{-34}$ Дж-с), ν -частота колебаний, Гц.

$$\Delta E = E_{\text{возб}} - E_{\text{осн}} = h \nu,$$

Возможность количественного определения анализируемого вещества спектрофотометрическим методом основана на законе *Бугера-Ламберта-Бэра*, описывающего линейную зависимость между концентрацией вещества C , вызвавшего это поглощение при длине волны электромагнитного излучения λ .

Закон может быть выражен

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \lambda \cdot C \cdot l} \text{ или в логарифмической форме } \lg \frac{I_0}{I_t} = \varepsilon \cdot \lambda \cdot C \cdot l$$

Где I_0 и I_t – поток энергии электромагнитного излучения соответственно до и после прохождения через раствор.

C концентрация поглощающего свет вещества в растворе.

l – толщина поглощающего слоя (ширина кюветы)

$\varepsilon \cdot \lambda$ – коэффициент погашения, зависящий от длины волны и природы вещества.

Отношение энергии электромагнитного колебания, прошедшего через раствор, к энергии первоначального потока, называют пропусканием или прозрачностью и обозначают T .

Та же величина выраженная в процентах, называется коэффициентом пропускания:

$$T = \frac{I_t}{I_o} \quad T\% = \frac{I_t}{I_o} \cdot 100$$

Отрицательный десятичный логарифм пропускания называют оптической плотностью и обозначают D:

$$D = -\lg T = \varepsilon \cdot \lambda \cdot C \cdot l$$

На практике применение закона Бугера-Ламберта-Бэра может осложняться отклонениями от прямолинейной зависимости $A(c)$, наблюдаемой, как правило, в области высоких концентраций определяемого вещества. Причины этого явления можно разделить на две группы: 1) химические и физико-химические, обусловленные свойствами растворителя или исследуемого вещества; 2) технические, зависящие от используемого оборудования.

Таблица 4.9. Температура атомизаторов и источников возбуждения атомов, применяемых в методах атомно-эмиссионной (АЭС) и атомно-абсорбционной (ААС) спектрофотометрии

Тип атомизатора и источника возбуждения атомов	Т, °С	Состояние пробы, вводимой в атомизатор или источник возбуждения	Применение в методах атомной спектрофотометрии
Пламя пропан-воздух	1500–1920	Жидкое	АЭС, ААС
Пламя ацетилен-воздух	2200–2300	Жидкое	АЭС, ААС
Пламя ацетилен-оксид азота	2700–2950	Жидкое	АЭС, ААС
Электрически нагреваемая графитовая кювета	100–2700	Жидкое, твердое	ААС
Электрическая дуга	3000–7000	Твердое	АЭС
Искровой разряд	10000–12000	Твердое	АЭС
Индуктивно-связанная плазма (ИСП)	6000–10000	Жидкое	АЭС

Предел обнаружения это такая концентрация элемента, при которой его присутствие в пробе будет обнаружено с доверительной вероятностью 0,95.

Воспроизводимость определений это повторение одного и того же результата при многократном его определении.

Влага, которая удаляется из воздушно-сухой почвы при температуре 100—105°C, называется гигроскопической.

Величина ГВ несет существенную информацию о свойствах почвы.

Органогенные горизонты (торфяные, лесная подстилка) могут содержать в воздушно-сухом состоянии более 20% влаги.

почвы легкого гранулометрического состава содержат менее 1%, глинистые и сильно гумусированные - более 5% гигроскопической влаги.

$$\text{H}_2\text{O} \% = \frac{A \cdot 100}{M}$$

А-потеря в весе при высушивании, М – масса высушенной навески.

Коэффициент гигроскопической воды рассчитывают:

$$K_H = \frac{100}{100 + W} .$$

Для того чтобы выразить результаты анализа на прокаленную почву, ее выдерживают при 900°С и находят массовую долю (%) летучих компонентов, которую принимают за потерю при прокаливании (ппп).

$$A \cdot 100$$

$$\text{ППП}\% = \frac{\quad}{M} \cdot K_{\text{H}_2\text{O}} - \text{H}_2\text{O}\%$$

Где А – потеря в весе при прокаливании (900°С)

М – масса воздушно-сухой почвы

$K_{\text{H}_2\text{O}}$ – коэффициент гигроскопической воды

$\text{H}_2\text{O}\%$ - процент гигроскопической воды

Чтобы осуществить пересчет на прокаленную почву, результаты анализа, выраженные на сухую почву, умножают на коэффициент:

$$K = \frac{100}{100 - \text{ппп}}$$

КИСЛОТНО-ОСНОВНАЯ БУФЕРНОСТЬ ПОЧВ

Кисотно-основная буферность почв определяется как способность почвы противостоять изменению рН при добавлении к ней кислоты или основания.

Экстенсивный показатель или общая буферность это общее количество кислоты или основания, которое нужно добавить к суспензии почвы или к вытяжке из почвы при заданном разбавлении, для того, чтобы сместить значение рН от **начальной точки титрования (рН НТТ)** до некоторого заданного конечного значения.

Интенсивный показатель или интенсивность буферности рассчитывают по уравнению:

$$\beta = dC_i / dpH,$$

где β – интенсивность буферности, dC_i – количество добавляемой кислоты (СА) или основания (СВ), dpH – изменение рН, которое при этом произошло.

В экспериментальных условиях интенсивность буферности рассчитывают по уравнению: $\beta = \Delta C_i / \Delta \text{pH}$,

где ΔC_i — количество добавленного в условиях опыта реагента, ΔpH — реальное измеренное изменение рН в системе, которое произошло после добавления кислоты или основания.

Потенциометрическое титрование почвенных образцов проводят двумя способами, которые условно называются *непрерывным* и *равновесным* потенциометрическим титрованием (соответственно **НПТ** и **РПТ**).

*Способы представления результатов непрерывного
потенциометрического титрования.*

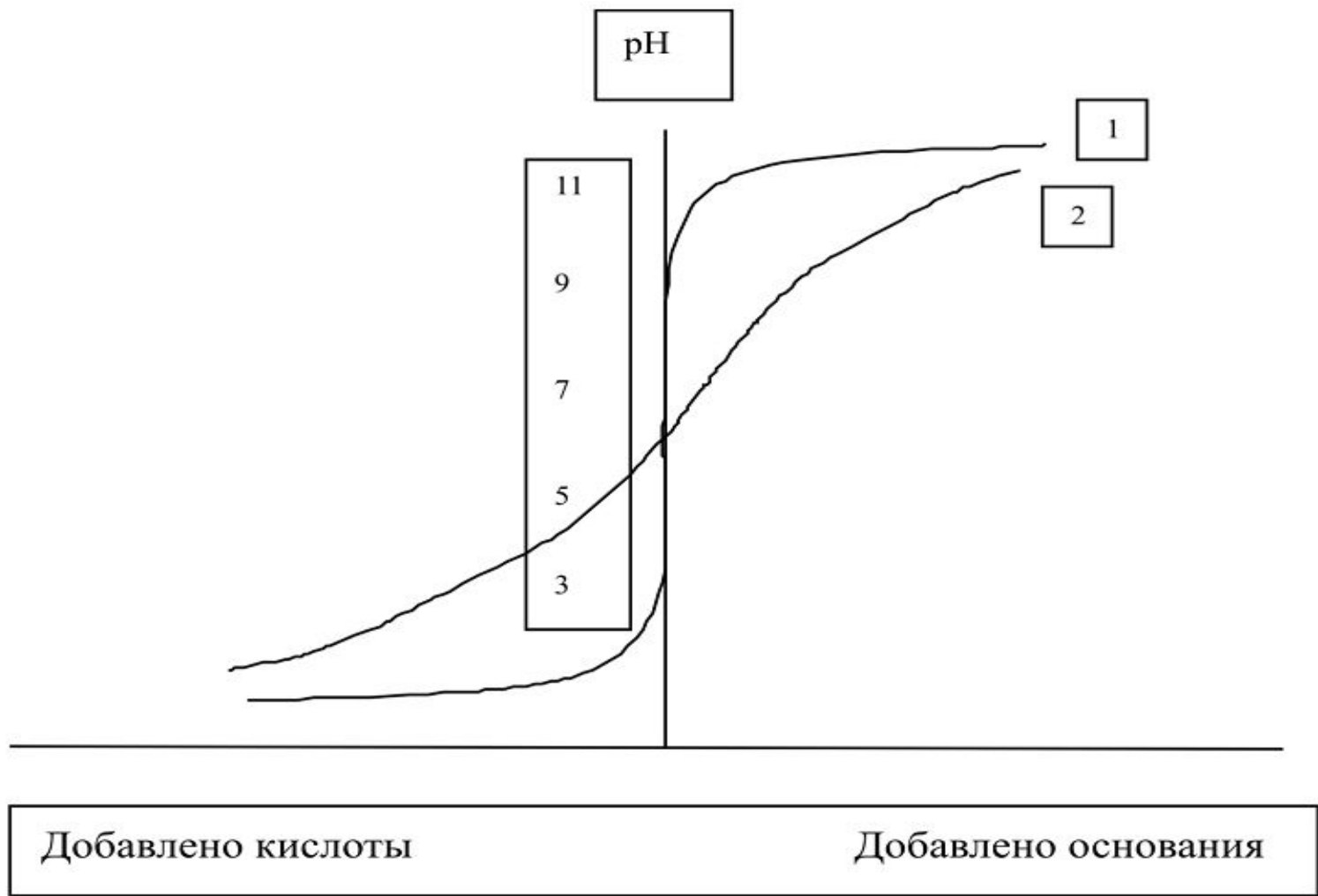


Рис. 7. Кривые титрования суспензии кварцевого песка

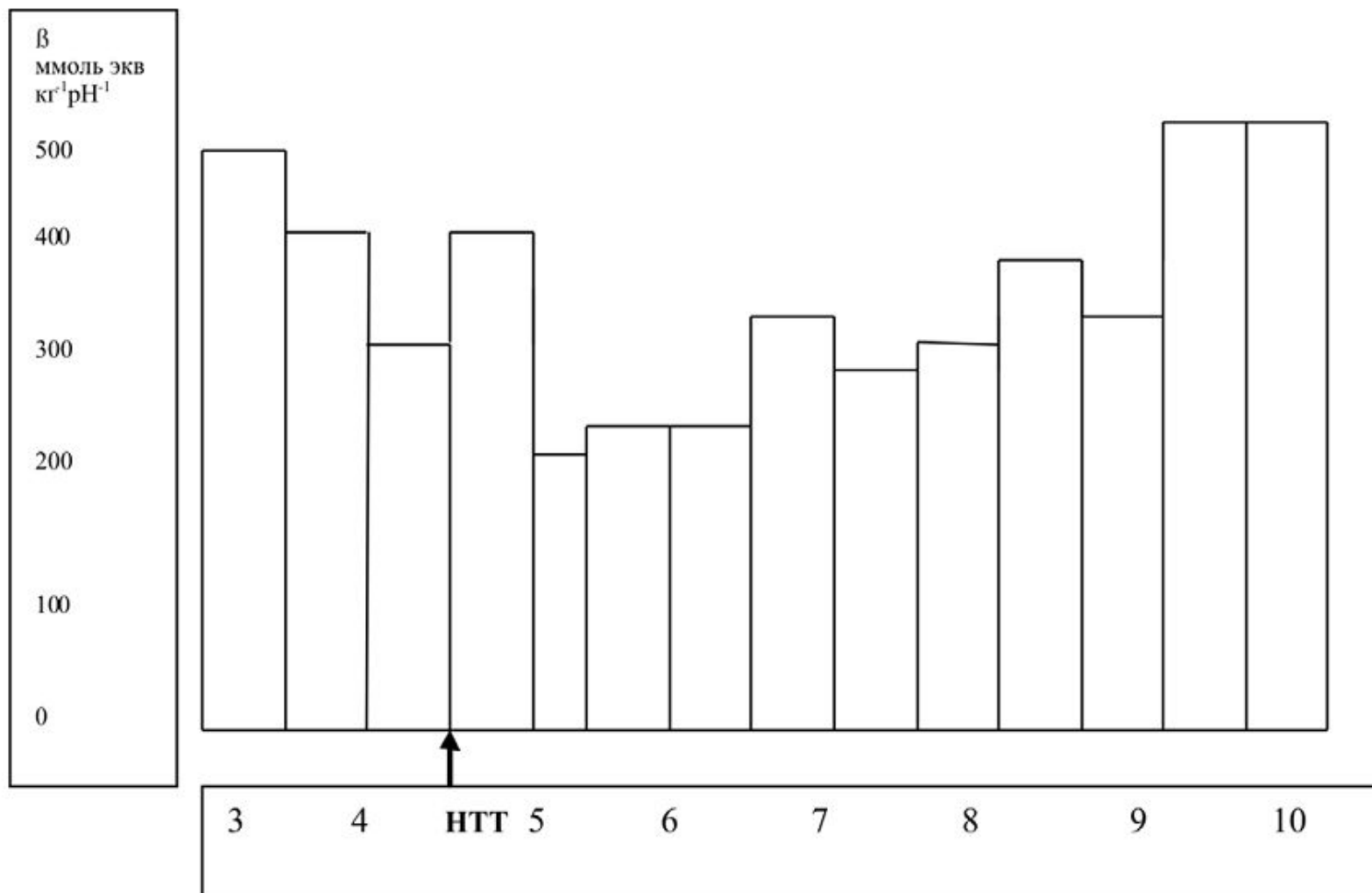


Рис. 8. Зависимость интенсивности буферности от рН, график построен по результатам НРТ (пояснения в тексте)

Буферные характеристики водной суспензии горизонтов Н и АЕ подзолистой почвы. В скобках указан % буферности в данном интервале значений рН от общей буферности

Буферность к кис- лоте, ммоль экв/кг			рН НТТ	Буферность к основанию, ммоль экв/кг						
Интервалы значе- ний рН				Интервалы значений рН						
Σ	4-3	5-4		4-5	5-6	6-7	7-8	8-9	9-10	Σ
Горизонт Н										
98,0	84,0 (91)	6,0 (9)	4,42	17,0 (2)	37,3 (7)	75,3 (13)	99,0 (18)	117,3 (21)	215,0 (39)	560,9

Буферность к кис- лоте, ммоль экв/кг			pH НТТ	Буферность к основанию, ммоль экв/кг						
Интервалы значе- ний pH				Интервалы значений pH						
Σ	4-3	5-4		4-5	5-6	6-7	7-8	8-9	9-10	Σ
Горизонт АЕ										
17,0	11,0 (65)	6,0 (35)	4,24	3,6 (3)	10,0 (8)	17,0 (13)	23,0 (18)	31,7 (24)	45,3 (34)	130,6

ВАЛОВОЙ АНАЛИЗ ОРГАНИЧЕСКОЙ ЧАСТИ ПОЧВ

Прямые методы основаны на количественном определении CO_2 , образующегося при окислении углерода органических соединений.

Косвенные методы основаны на определении количества окислителя, пошедшего на перевод углерода органических соединений в CO_2 , или на определении количества восстановленной формы используемого окислителя, образовавшегося в процессе анализа.

Таблица 7.1. Сравнительная характеристика методов определения углерода органических соединений в почве

Типы методов	Условия окисления	Полнота сжигания	Учет количества углерода	Источник ошибок	Необходимость специальной аппаратуры	Трудоемкость (оперативность)
Методы сухого озоления – прямые	Нагревание в токе кислорода до 750°C	100%	По массе CO ₂	Присутствие в почве CaCO ₃	Необходима	Трудоемкие
Методы мокрого озоления – прямые	Кипячение в сернокислом растворе K ₂ Cr ₂ O ₇	85–90%				
Косвенные методы	Нагревание до 140°C или кипячение в сернокислом растворе K ₂ Cr ₂ O ₇	85–90%	По расходу K ₂ Cr ₂ O ₇ (титриметрия) или по количеству образовавшегося Cr ³⁺ (фотометрия)	Присутствие в почве восстановителей (Fe ²⁺ , Cl [–] и др.)	Не нужна	Оперативные

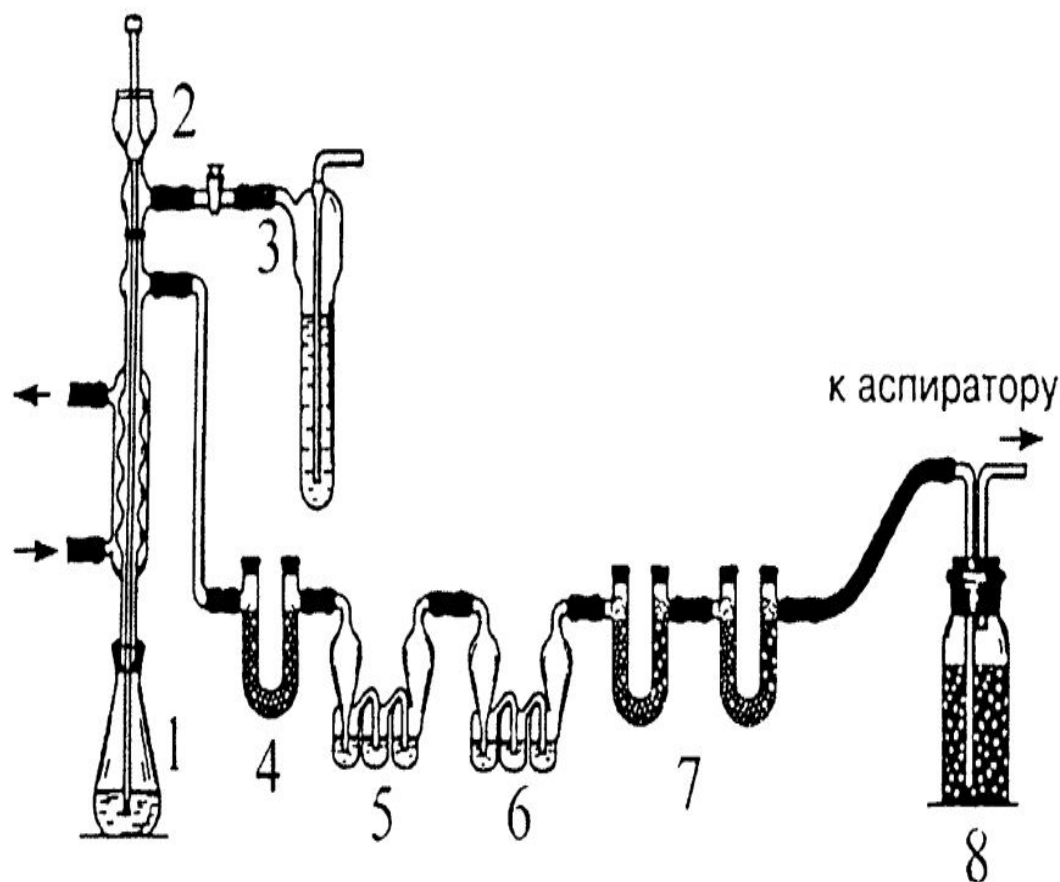


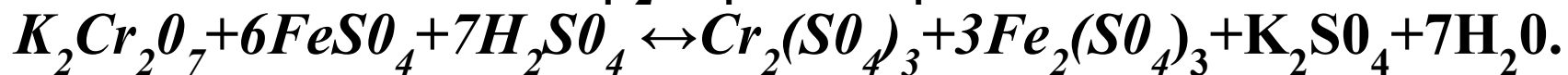
Рис. 7.1. Установка для определения углерода по методу Кнопа-Сабанина

1 – колба для озоления органического вещества, 2 – воронка, 3 – поглотитель CO₂ воздуха (50%-ный раствор KOH), 4 – трубка с железной спиралью, 5 и 6 – калиаппараты с Ag₂SO₄ и концентрированной H₂SO₄, 7 – трубки для поглощения CO₂, 8 – предохранительная колонка с хлоридом кальция

Титриметрический вариант метода И.В. Тюрина



Избыток дихромата оттитровывают раствором соли Мора



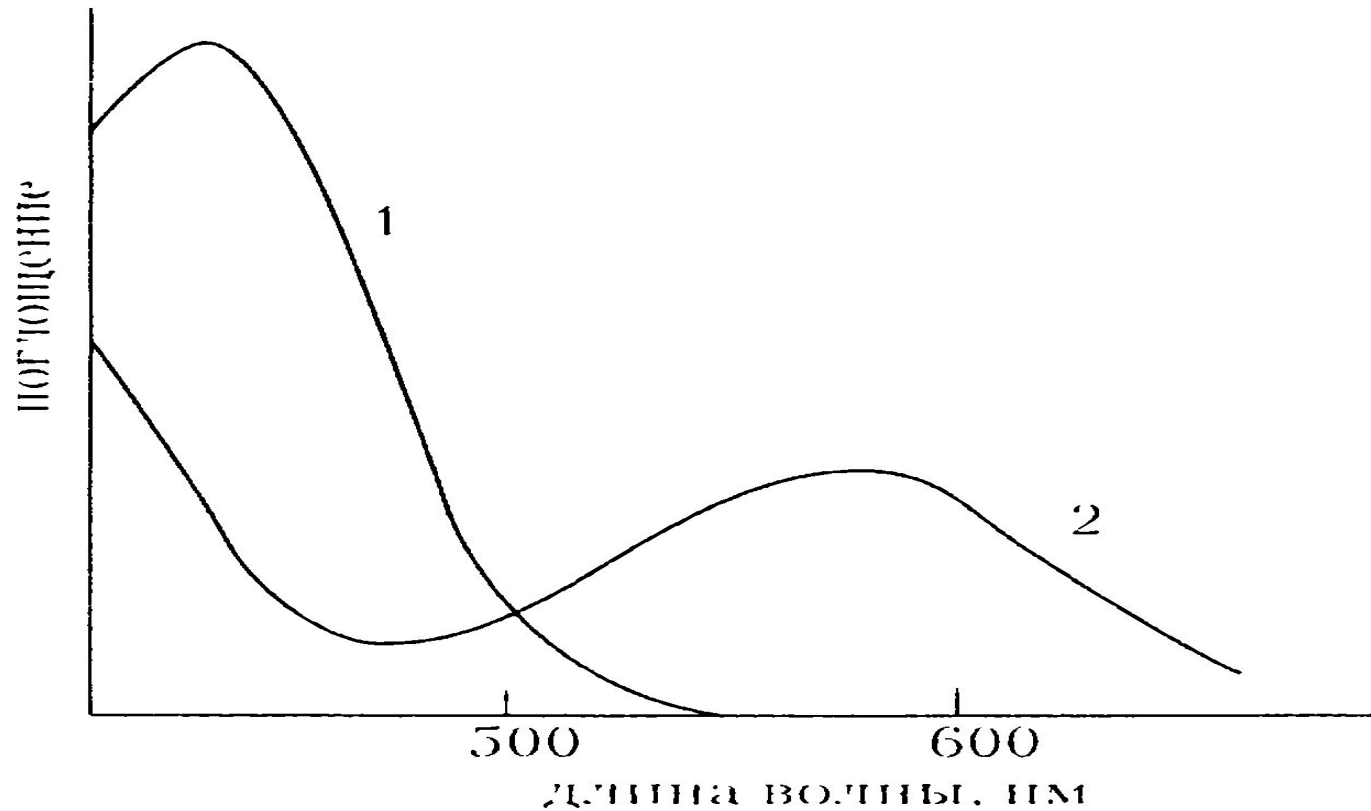
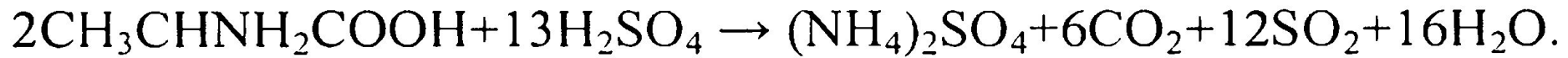


Рис.7.4. Спектры поглощения
1 – дихромата калия ($l = 0,3$ см),
2 – сульфата хрома ($l = 1$ см)

Определение общего содержания азота методом Кьельдаля

На первом этапе проводят окисление (мокрое озоление) органического вещества почвы кипящей серной кислотой.



На втором этапе аммоний добавлением раствора гидроксида натрия переводят в аммиак $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow 2\text{NH}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$,

Третий этап состоит в количественном определении азота титриметрическим или фотометрическим методами.

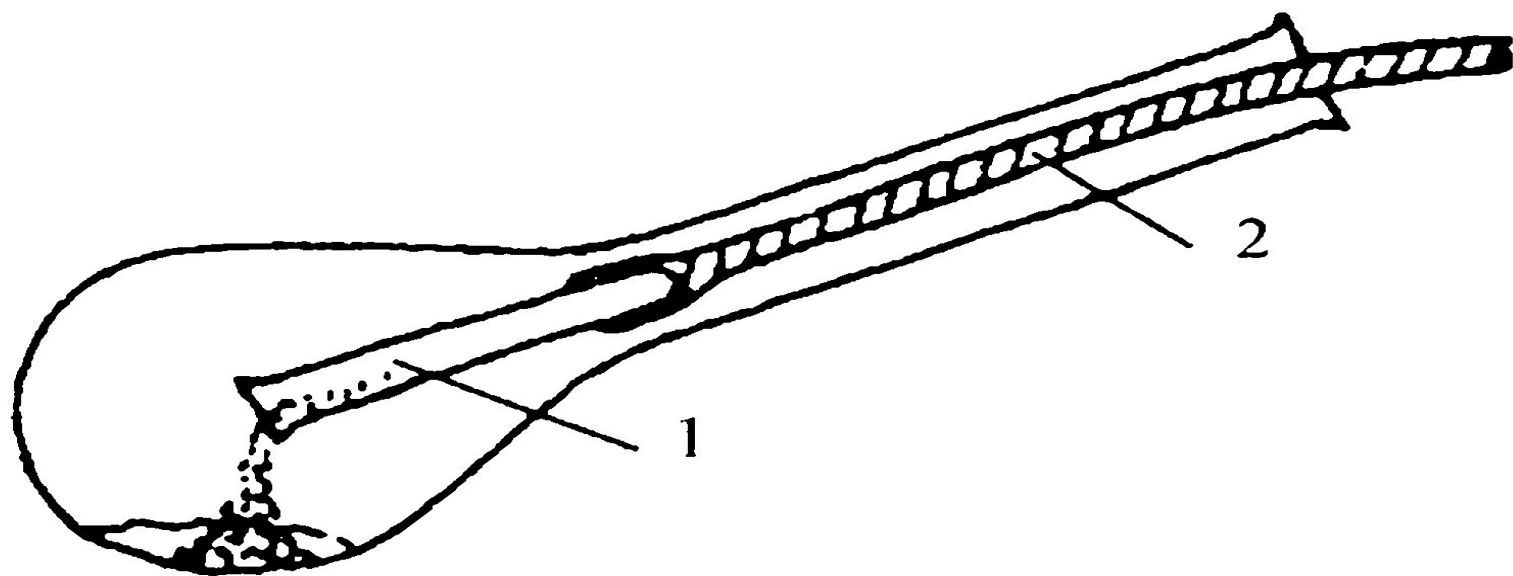


Рис. 7.5. Перенос навески в колбу Кьельдаля
1 – пробирка с навеской, 2 – резиновая трубка