

Е.В. Аринушкина

**Руководство по химическому
анализу почв**

**Москва
«Книга по Требованию»**

УДК 631
ББК 4
Е11

E11 **Е.В. Аринушкина**
Руководство по химическому анализу почв / Е.В. Аринушкина – М.: Книга по Требованию, 2024. – 489 с.

ISBN 978-5-458-28118-8

В данном учебном пособии подробно изложены методы исследования химического анализа почв: валовой анализ почв, определение состава минеральной части почв, определение обеспеченности почв питательными веществами, определение микроэлементов в почве и др. В приложении даётся методика математической обработки и графического изображения результатов анализа. Книга предназначена для студентов вузов, обучающихся по специальности «Агрохимия и почвоведение»

ISBN 978-5-458-28118-8

© Издание на русском языке, оформление

«YOYO Media», 2024

© Издание на русском языке, оцифровка,
«Книга по Требованию», 2024

Эта книга является репринтом оригинала, который мы создали специально для Вас, используя запатентованные технологии производства репринтных книг и печати по требованию.

Сначала мы отсканировали каждую страницу оригинала этой редкой книги на профессиональном оборудовании. Затем с помощью специально разработанных программ мы произвели очистку изображения от пятен, кляксы, перегибов и попытались отбелить и выровнять каждую страницу книги. К сожалению, некоторые страницы нельзя вернуть в изначальное состояние, и если их было трудно читать в оригинале, то даже при цифровой реставрации их невозможно улучшить.

Разумеется, автоматизированная программная обработка репринтных книг – не самое лучшее решение для восстановления текста в его первозданном виде, однако, наша цель – вернуть читателю точную копию книги, которой может быть несколько веков.

Поэтому мы предупреждаем о возможных погрешностях восстановленного репринтного издания. В издании могут отсутствовать одна или несколько страниц текста, могут встретиться невыводимые пятна и кляксы, надписи на полях или подчеркивания в тексте, нечитаемые фрагменты текста или загибы страниц. Покупать или не покупать подобные издания – решать Вам, мы же делаем все возможное, чтобы редкие и ценные книги, еще недавно утраченные и несправедливо забытые, вновь стали доступными для всех читателей.

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОЧЕГО МЕСТА

Рабочим местом в химической лаборатории является лабораторный стол с необходимым для выполнения анализа набором посуды и реагентов. В набор входят (рис. 1) химические стаканы разных размеров 1, конические 2 и плоскодонные колбы 3, измерительные цилиндры 4, выпаривательные фарфоровые чашки 5, покровные часовые стекла для этих чашек и химических стаканов 6, химические воронки разного диаметра 7, стеклянные палочки с каучуковыми наконечниками 8 или с расплощенными кончиками 9. Кроме того, в набор входят мерные колбы 10, несколько промывалок 11, эксикатор с фарфоровыми тиглями и крышками к ним, а также с сушильными стаканчиками для определения гигроскопической воды 12.

Каждому работающему в лаборатории требуется одна или несколько газовых горелок 13, железные сетки с асбестом 14, проволочные треугольники для тиглей с неглазурованными фарфоровыми трубками 15, деревянный штатив с пробирками 16, один или несколько металлических штативов с кольцами и лапками 17, банки с притертыми пробками для хранения сухих реагентов и подготовленных к анализу образцов почв.

Приступая к аналитической работе, следует подсчитать количество необходимой посуды. При составлении заявки на посуду указывают не только количество, но и емкость посуды или номер изделия по каталогу¹.

Оборудование и посуда должны быть размещены на поверхности и внутри стола в удобном для работы порядке. Порядок может быть обеспечен в том случае, когда стол не загроможден ненужными для данной работы предметами. Чтобы не загромождать свой стол, реагенты общего пользования следует хранить на общей полке.

¹ Лабораторная химическая посуда. М., Изд-во АН СССР, 1963.

Следует заботиться не только о чистоте, но и о сохранности стола: под склянки с едкими веществами (концентрированные кислоты и щелочи) необходимо кладь стекло или керамические плитки.

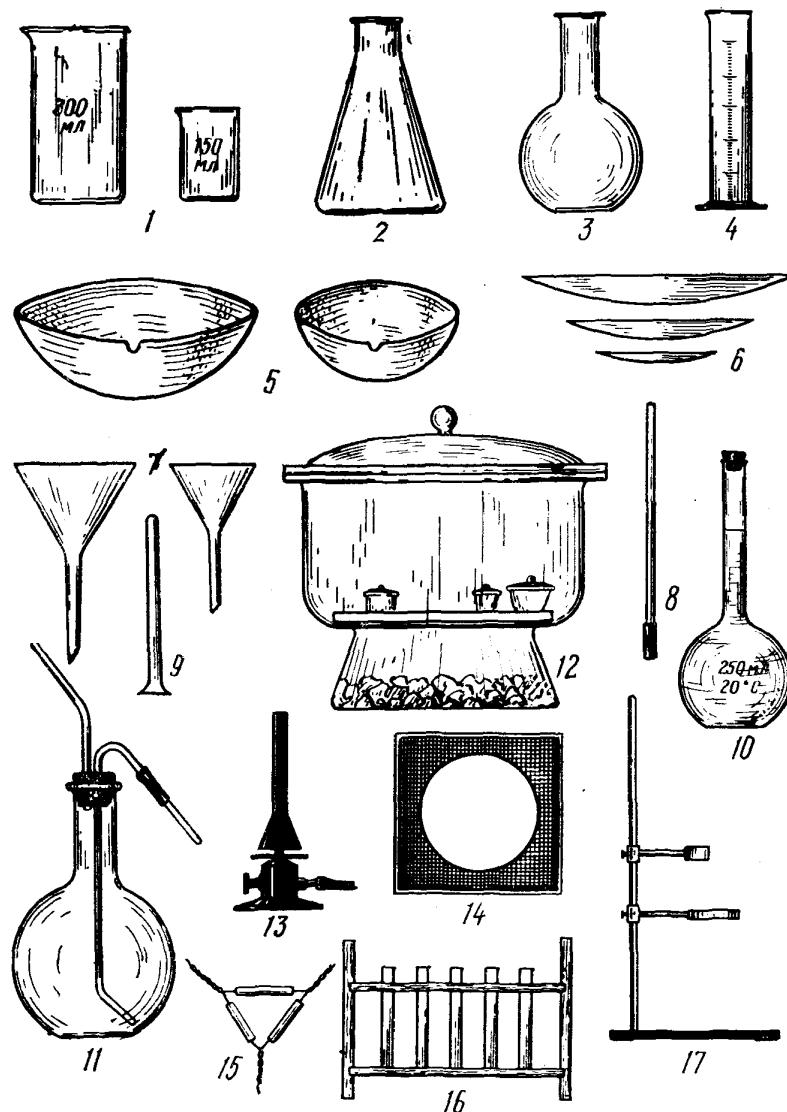


Рис. 1. Оборудование химического лабораторного стола

Особое внимание должно быть уделено чистоте химической посуды и реактивов. Чистой посуда считается в том случае, если при ополаскивании ее дистиллированной водой остающаяся на стекле вода распределяется тонкой пленкой и полностью стекает вниз, не задерживаясь на стекле в виде капель.

Уметь хорошо мыть химическую посуду должен каждый работающий в лаборатории!

Для очистки посуды от загрязнений используют водопроводную воду, хромовую смесь, перманганат в кислом или щелочном растворе, раствор трехзамещенного фосфорнокислого натрия, а также серную и соляную кислоты. В некоторых случаях прибегают к действию щелочей (NaOH , KOH) или водяного пара (рис. 2). Пропаривание посуды хорошо очищает ее от загрязнений. Этим приемом широко пользуются особенно тогда, когда посуду надо подготовить к объемным определениям.

Способ мытья посуды зависит от того, как и чем загрязнена посуда. Мытье водой применяется тогда, когда посуда не загрязнена жировыми веществами. При мытье посуды лучше пользоваться теплой водой и обязательно протирать стенки волосяным ершом. Особенно тщательно следует протирать ершом верхнюю часть химических стаканов, как наиболее загрязненную.

Для растворения осадка карбонатов на стенках посуду моют 5- или 10%-ным раствором HCl .

Если после мытья водопроводной водой на стенках посуды остаются капли воды, применяют хромовую смесь. Хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями и разрушают (окисляют) загрязнения.

Приготовление хромовой смеси. В фарфоровую чашку емкостью примерно 300—500 мл помещают 5 г тонко измельченного в ступке $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (или 6 г $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), приливают 100 мл концентрированной H_2SO_4 (технической) и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения двухромовокислого калия (или натрия)².

² В почвенных лабораториях для мытья посуды используют также хромовую смесь, которая остается после определения углерода почвы мокрым сжиганием.

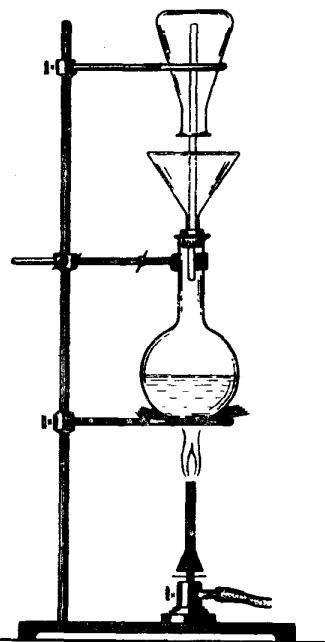


Рис. 2. Пропаривание колб для титрования

Хромовую смесь наливают в загрязненную посуду в количестве около $\frac{1}{4}$ или $\frac{1}{3}$ объема и осторожно смачивают ею все стенки. Затем смесь выливают в сосуд, в котором она хранится, хорошо смачивая при этом края обмываемой посуды. Ни в коем случае хромовую смесь не выливают в раковину, так как ею пользуются не один, а много раз.

Когда смесь вылита в посуду, наливают немного водопроводной воды. При этом происходит разогревание, что способствует полному разрушению загрязняющих веществ. Очищаемую посуду наполняют водопроводной водой, еще раз ополаскивают, чтобы удалить остатки хромовой смеси, тщательно протирают стенки и дно волосяным ершом.

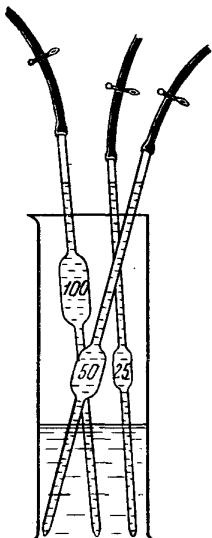
Пипетки ополаскивают водой и затем погружают в цилиндр с хромовой смесью (рис. 3). Бюретки после ополаскивания водой доверху наполняют хромовой смесью и оставляют на несколько часов.

При очистке измерительных приборов (пипеток и бюреток) обмывание простой водой должно быть особенно тщательным — не менее 5—6 раз. Затем их следует ополоснуть дистиллированной водой.

Пользуясь хромовой смесью, необходимо следить, чтобы брызги не попали на лицо и платье, чтобы она не была пролита на стол и чтобы волосяной ерш не попал в хромовую смесь.

Иногда однократная обработка посуды хромовой смесью не приводит к полной ее очистке. В этом случае обработку приходится повторять еще 1—2 раза. Для более энергичного воздействия на загрязняющие вещества хромовую смесь можно слегка подогреть (обязательно в фарфоровой посуде!!).

Рис. 3. Очистка пипеток хромовой смесью



Хромовую смесь не применяют, если посуда загрязнена парaffином, керосином, воском, минеральным маслом и пр. В таких случаях применяют другие моющие средства. Так, для очистки посуды от смолистых веществ пользуются концентрированной серной кислотой или концентрированным раствором щелочи. Иногда используют органические растворители: бензол, толуол, ацетон, эфир и др. Пользуясь органическими растворителями, нужно помнить, что большинство из них огнеопасны.

Хорошим моющим средством является 10%-ный раствор трехзамещенного фосфорнокислого натрия. Водный раствор указанной соли имеет сильнощелочную реакцию и хорошо растворяет загрязняющие вещества.

Химическую посуду следует мыть тотчас же по окончании работы.

При выполнении некоторых работ посуда, в которую помещают навески почвы (водные и другие вытяжки), должна быть не только чистой, но и сухой. В этом случае ее необходимо вымыть накануне, покрыть бумагой и оставить стоять, чтобы она высохла.

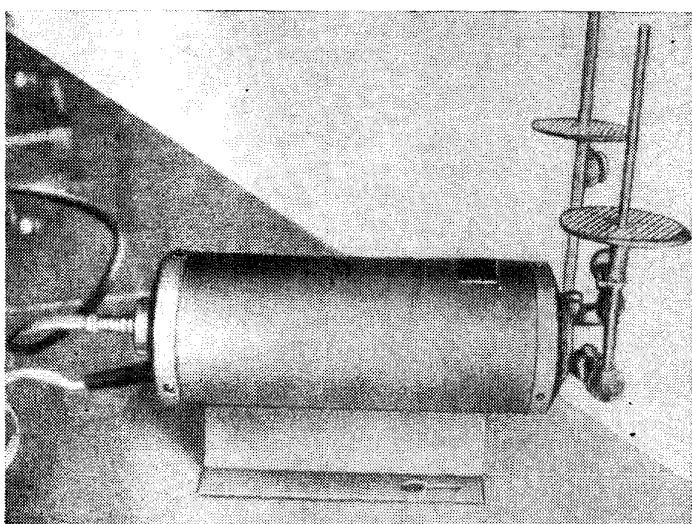


Рис. 4. Электросушилка для лабораторной посуды

При высыпывании посуды в сушильном шкафу по окончании сушки прекращают нагрев шкафа и дают посуде охладиться до комнатной температуры, не вынимая ее из шкафа. Если посуду вынуть из шкафа в горячем состоянии, на внутренних стенках ее при охлаждении появляются капельки воды и посуда опять делается влажной. Для сушки посуды удобно пользоваться специальной электросушилкой (рис. 4).

Необходимо следить за чистотой не только посуды, но и растворов для выполнения анализа. Особенно тщательно надо следить за чистотой реактивов как в сухом виде, так и в виде растворов.

Склянки с растворами реактивов периодически протирают чистой влажной тряпкой или полотенцем, чтобы очистить их от пыли и NH_4Cl , который легко осаждается на стеклянных предметах, если они находятся поблизости от концентрированных растворов аммиака и соляной кислоты.

ЛАБОРАТОРНЫЙ ЖУРНАЛ И ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Каждый аналитик обязан вести журнал лабораторных работ, который является основным документом, удостоверяющим выполнение анализа и позволяющим контролировать правильность полученных данных.

В журнале должны быть записаны: номер навески анализируемой почвы, результаты всех измерений веса и объема в процессе анализа, нормальности титрованных растворов, концентрации эталонных растворов и другие сведения, относящиеся к выполняемому анализу.

Запись в журнале полагается вести аккуратно, четко и кратко, в определенном порядке, так как рассчитать результаты анализа можно лишь в том случае, когда в лабораторном журнале имеются все необходимые для этого сведения.

В журнале следует отметить дату работы, наименование определения, а также название метода. Название метода дают по фамилии автора или по тому реагенту, который является главным в данном определении, например оксалатный метод определения кальция и т. д.

Для записи следует предварительно составить таблицу, которую размещают на двух страницах общей тетради. На одной странице записывают номер анализируемого образца по порядку, наименование образца и результаты взвешивания, титрования, колориметрирования и прочее; на другой производят вычисления.

Такие таблицы составляют на каждый вид анализа и только в них записывают все результаты взвешивания или измерения объемов, или результаты колориметрирования и фотометрирования. Никакие записи на клочках бумаги не допускаются!! Поэтому надо выработать привычку все цифры по ходу анализа и расчета записывать только в журнал.

Записи в журнале служат основой вычисления результатов анализа, которые учащийся представляет преподавателю, а химик-аналитик — своему руководителю. Небрежная и неполная запись, а тем более запись вне журнала обычно вызывает недоверие к работе аналитика.

Аккуратная запись в определенном порядке позволяет видеть все цифры и потому легко проверить их правильность путем контрольного расчета.

Для облегчения расчетов пользуются таблицей логарифмов, а при массовых анализах арифмометрами или счетными машинами. В случае выполнения повторных анализов полученные результаты подвергают математической обработке (стр. 427). При расчетах часто используют различные пересчетные коэффициенты или множители. Пример таких записей приведен ниже.

10. II 1968 г.

Определение содержания гигроскопической воды

№ п/п	Почва	№ блока	Вес пустого блока	Навеска воздушно- сухой почвы		Вес блока с почвой после вы- сушки	Вес почвы	Вес воды	% H ₂ O
				вес после вы- сушки	вес после вы- сушки				
1	серая лесная р. I глуби- на 0—20 см	1	14,0542	15,8728	15,8402	15,8402	1,8186	$\frac{0,0326 \times 100}{1,7860} = 1,80$	среднее $1,80 + 1,82 = 2$
2	То же	2	14,2738	15,9368	15,9070	14,2736	1,6632	$\frac{0,0298 \times 100}{1,7334} = 1,82$	= 1,81%

12. II 1968 г.

Сплавление почвы и определение валового содержания SiO₂

№ п/п	Почва	№ плати- нового тигла	Вес платино- вого тигла	Навеска воздушно- сухой почвы		Вес фар- форового тигла	Вес тигла с оскомой после про- кашивания	Вес SiO ₂	% SiO ₂
				№ фар- форово- го тигла	вес после вы- сушки				
1	серая лесная р. I, глуби- на 0—20 см	5	24,0553	25,1655	15	9,4532	10,2974	$\frac{10,2972}{9,4530} = 1,1102 \times 0,982 = 1,0902$	сухая навеска — 1,1102 × 0,982 = 1,0902
2	То же	8	25,1874	26,3054	16	10,4225	11,2726	$\frac{0,8442}{1,0902} = 0,8442 \times 100 = 77,44$	сухая навеска — 1,1180 × 0,982 = 1,0979

Цель каждого аналитика — получить правильные и достоверные данные.

Такие данные могут быть получены лишь при тщательной работе и хорошем знании техники лабораторных работ. Поэтому необходимо восстановить в памяти правила взвешивания, титрования, выпаривания растворов, осаждения, фильтрования, промывания и прокаливания осадков. Приступая к выполнению анализа, следует ознакомиться с принципом метода, уяснить химические уравнения, лежащие в основе метода, изучить пропись определения и составить схему анализа.

Необходимо составить список требующихся реактивов и оборудования и проверить их наличие в лаборатории. Необходимо также ознакомиться со свойствами реактивов, с которыми предстоит работать, обратив особое внимание на меры предосторожности и технику безопасности, если придется иметь дело с ядовитыми и огнеопасными веществами.

Для успешного выполнения анализа каждый работающий в общей лаборатории обязан строго соблюдать следующие правила:

1. Выпаривание летучих кислот (HCl , HNO_3 и др.) следует проводить только в вытяжном шкафу. На рабочем столе выполнять эту операцию не разрешается.

2. При пользовании вытяжным шкафом необходимо следить, чтобы дверца шкафа была приподнята не выше, чем на 20—25 см от пола шкафа. Нельзя допускать, чтобы дверца шкафа все время была открыта полностью (вытяжная система будет работать плохо).

3. Фильтры при подготовке осадков к прокаливанию сжигают в муфельной печи, в вытяжном шкафу. Пользоваться для озоления фильтров муфельной печью вне вытяжного шкафа, электроплиткой или газовой горелкой на рабочем столе не разрешается.

4. Загрузка холодных муфельных печей тиглями и сушильных шкафов бюксами, а также разгрузка их должны проводиться всеми работающими одновременно.

5. Все электронагревательные приборы: электроплитки, колбонагреватели, сушильные шкафы и муфельные печи — должны быть размещены на асbestosвом полотне, асbestosвом картоне или керамических плитках. Необходимо внимательно следить за сохранностью лабораторного стола.

6. Перестановка приборов и оборудования в пределах лаборатории и вынос их из нее без разрешения ответственного лаборанта не допускается.

7. При определении азота нельзя в этой же комнате одновременно работать с аммиаком; при фильтровании водных вытяжек нельзя вести работу как с аммиаком, так и с летучими кислотами.

В случае выпаривания и разложения в вытяжном шкафу серной кислоты нельзя тут же рядом осаждать ионы SO_4^{2-} .

ПРАВИЛА ВЗВЕШИВАНИЯ НА АНАЛИТИЧЕСКИХ ВЕСАХ

1. Аналитические весы требуют осторожного обращения. Особенно внимательно надо выполнять все правила обращения с высокочувствительными демпферными весами АДВ-200, одноплечными весами ВАО-200 и другими.

2. Приступая к взвешиванию, необходимо проверить нулевую точку ненагруженных весов. Нулевую точку следует вторично проверить по окончании взвешивания.

3. Ставить предметы и класть разновески на чашки весов, снимать их после взвешивания, а также перемещать рейттер по шкале можно лишь в арретированном состоянии весов.

Арретир открывают медленным поворотом ручки. Закрывать его полагается в момент, когда стрелка весов проходит через нулевое деление шкалы.

4. Взвешиваемое вещество помещают в бюкс, тигель или на часовое стекло, чтобы не загрязнить чашку весов.

5. На чашку весов нельзя ставить горячие, мокрые и грязные предметы.

6. При взвешивании на аналитических весах пользуются только аналитическими разновесками. Брать и класть разновески полагается пинцетом!

7. Взвешиваемый предмет и разновески ставят на середину чашки весов. Сначала помещают на чашку большие разновески, постепенно переходя к малым. Снимают разновески в том же порядке.

8. Взвешиваемый предмет и разновески ставят на весы через боковые дверцы. Переднюю дверцу при взвешивании не открывают, чтобы водяной пар выдыхаемого воздуха не изменял вес.

9. Все взвешивания для одного анализа следует производить на одних весах одним комплектом аналитических разновесок.

10. Высущенные вещества взвешивают в закрытых крышками бюксах. Прокаленные осадки взвешивают в тиглях без крышек, если осадки негигроскопичны.

11. Запись веса производят тотчас же после взвешивания (не снимая разновесок с чашки).

12. Результаты взвешивания записывают одним числом, являющимся суммой всех разновесок. Запись следует делать с точностью до 4-го десятичного знака.

13. Снятые с весов разновески помещают на определенные места в футляре. Пользоваться аналитическими разновесками для взвешивания на технических весах, оставлять разновески на чашке, а также перекладывать их из одного комплекта в другой не разрешается.

14. Строго следят за чистотой весов (особенно чашек) и стола, на котором стоят весы. Оставлять весы следует в арретированном состоянии, иначе ребра призм весов быстро притупляются.

15. По окончании взвешивания доску весов и стола вытирают и закрывают дверцы, чтобы защитить призмы и металлические части весов от пыли.

ПРАВИЛА ТИТРОВАНИЯ

1. Перед титрованием необходимо тщательно вымыть бюретку, пипетку и титровальную колбу³.

2. Анализируемый раствор отмеривают пипеткой⁴, предварительно ополоснув ее этим раствором.

Раствор выливают в колбу так, чтобы нижний конец пипетки касался стенок колбы. Выливание раствора по стенке колбы исключает возможность его разбрызгивания.

3. По окончании выливания раствора, не отнимая конец пипетки от стенок колбы, выжидают 15 сек и только после этого отнимают пипетку.

Прежде чем набирать новую порцию раствора, нижнюю часть пипетки вытирают кусочком фильтровальной бумаги.

4. Индикатор прибавляют к титруемому раствору в том количестве, какое указано в прописи данного определения.

5. Если бюретка соединена с установкой для хранения титрованного раствора, перед титрованием раствор, находящийся в ней, сливают и бюретку заполняют свежим. Если же бюретка установлена на отдельном штативе, перед наполнением ее несколько раз ополаскивают наполняемым титрованным раствором.

6. Бюретка должна быть установлена в штативе строго в вертикальном положении. При отклонении ее от этого положения получают неверные показания. По окончании работы бюретку прикрывают сверху короткой широкой пробиркой для защиты от пыли.

7. Титрованные растворы KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, I_2 и других окислителей помещают в бюретку со стеклянным краном, так как окислители разъедают каучук. Титрованные растворы едких щелочей (NaOH и KOH) в концентрации 0,1 н. и выше «заедают» стеклянные краны, поэтому их помещают в бескрановые бюретки. Разбавленные растворы щелочей можно наливать в бюретки со стеклянными кранами при условии достаточно хорошей смазки

³ Пропаривание колб и мытье бюреток хромовой смесью описано на стр. 7—8. Хорошим способом мытья бюреток является также следующий. Бюретку наполняют насыщенным раствором KMnO_4 , к которому прибавлено немного едкой щелочи, оставляют стоять на ночь и затем медленно спускают раствор в стакан или колбу. Бурый налет на стеклах бюретки (осадок MnO_2) растворяют кислым раствором оксалата аммония, щавелевой кислоты или сернокислой засыпки железа.

⁴ Пипетки, как и бюретки, служат для точного измерения объема растворов. Мерные цилиндры (мензурки) для точного измерения объема растворов непригодны, и поэтому ими пользуются только для отмеривания процентных и насыщенных растворов. При работе с точными растворами калибровку мерной посуды необходимо проверить (В. Н. Алексеев. Качественный анализ. М., Госхимиздат, 1954, стр. 165—168).