

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФГБОУ ВО «СТАВРОПОЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

*Кафедра агрохимии
и физиологии растений*

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по выполнению практических занятий

*для магистров высших учебных заведений по направлению
35.04.04 «Агрономия» и учебного плана по магистерской программе
«Агрохимические основы управления питанием растений и плодородием
почвы», «Ресурсосберегающие технологии в адаптивно-ландшафтном
земледелии», «Селекция и семеноводство сельскохозяйственных культур»
и «Экологически безопасные технологии защиты растений»*

Ставрополь
2021

УДК 631.5:001.8
ББК 41.4в6
И88

Авторский коллектив:

С. А. Коростылев – кандидат с.-х. наук, доцент;
Е. А. Устименко – кандидат с.-х. наук, доцент;
Е. В. Голосной – кандидат с.-х. наук, доцент;
А. Н. Есаулко – доктор с.-х. наук, профессор РАН;
В. В. Агеев – доктор с.-х. наук, профессор;
М. С. Сигида – кандидат с.-х. наук, доцент;
Н. В. Громова – кандидат с.-х. наук, доцент;
А. Ю. Ожередова – кандидат с.-х. наук, доцент

Рецензенты:

доктор сельскохозяйственных наук, профессор *В. С. Цховребов*;
доктор сельскохозяйственных наук, доцент *О. И. Власова*

Инструментальные методы исследований : методические указания / сост.: *С. А. Коростылёв, Е. А. Устименко, Е. В. Голосной* и др. ; Ставропольский гос. аграрный ун-т. – Ставрополь, 2021. – 52 с.

Составлены на основе ФГОС и учебного плана по направлению 35.04.04 «Агрономия» и учебного плана по магистерской программе «Агрохимические основы управления питанием растений и плодородием почвы», «Ресурсосберегающие технологии в адаптивно-ландшафтном земледелии», «Селекция и семеноводство сельскохозяйственных культур».

Предназначены для магистров всех форм обучения.

УДК 631.5:001.8
ББК 41.4в6

Подписано в печать 29.12.2021.

Формат 60x84¹/₁₆. Бумага офсетная. Гарнитура «Times New Roman».

Усл. печ. л. 3,02. Тираж 100 экз. Заказ № 404/2.

Отпечатано с готового оригинал-макета в типографии издательско-полиграфического комплекса СтГАУ «АГРУС», г. Ставрополь, ул. Пушкина, 15.
Тел. 35-06-94.

© ФГБОУ ВО Ставропольский государственный аграрный университет, 2021

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ	6
Правила техники безопасности при работе в лаборатории агрохимического анализа	6
1. АНАЛИЗ ПОЧВЫ	9
1.1. Правила отбора почвенных проб	9
1.2. Определение содержания обменного калия в почве в 1 %-ной углеаммонийной вытяжке с завершением на пламенном фотометре по методу Б.П. Мачигина в модификации ЦИНАО	13
1.3. Определение макро и микроэлементов в растениях атомно-абсорбционным методом	22
1.4. Определение содержания органического вещества по методу Тюрина в модификации ЦИНАО (ГОСТ 26213)	41
КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»	45
ВОПРОСЫ К ЭКЗАМЕНУ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»	46
ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА ДОКЛАДОВ, СТАТЕЙ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»	48
ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА РЕФЕРАТОВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»	49
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА	51

ВВЕДЕНИЕ

Процесс изучения дисциплины и разработанные на основе рабочей программы методические указания направлены на формирование знаний, умений, навыков, являющихся компонентами соответствующих профессиональных компетенций в соответствии с ФГОС ВО по данному направлению:

- способностью к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов (ОК-7);

- способностью обосновать задачи исследования, выбрать методы экспериментальной работы, интерпретировать и представить результаты научных экспериментов (ПК-2);

- способностью самостоятельно организовать и провести научные исследования с использованием современных методов анализа почвенных и растительных образцов (ПК-3).

По окончании изучения дисциплины студент должен знать:

- основы профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов;

- основы постановки задач исследования, методы экспериментальной работы и предоставления результатов научных экспериментов;

- основы самостоятельной организации и проведения научных исследований с использованием современных методов анализа почвенных и растительных образцов.

Уметь:

- профессионально пользоваться современным оборудованием и приборами;

- обосновать задачи исследования, выбрать методы экспериментальной работы, интерпретировать и представить результаты научных экспериментов;

- самостоятельно организовать и проводить научные исследования с использованием современных методов анализа почвенных и растительных образцов.

Владеть:

- навыками профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов;

- навыками обоснования задач исследования, выбора методов экспериментальной работы, интерпретации и предоставления результатов научных экспериментов;

- навыками самостоятельной организации и проведения научных исследований с использованием современных методов анализа почвенных и растительных образцов.

Учебное пособие составлено в соответствии с рабочей программой дисциплины «Инструментальные методы исследований» для обучающихся по направлению подготовки 35.04.04 «Агрономия» и учебного плана по магистерской программе «Агрохимические основы управления питанием растений и плодородием почвы», «Ресурсосберегающие технологии в адаптивно-ландшафтном земледелии», «Селекция и семеноводство сельскохозяйственных культур» и «Экологически безопасные технологии защиты растений».

ЛАБОРАТОРНЫЕ ЗАНЯТИЯ

Правила техники безопасности при работе в лаборатории агрохимического анализа

Противопожарные меры

Причинами возникновения пожара могут быть неисправности: электропроводки, нагревательных приборов, газовых шлангов, кранов подвода газа, несоблюдение мер предосторожности, неумелое обращение с огнеопасными веществами. При выполнении работ по нагреванию и работ с огнеопасными веществами запрещается:

- использовать неисправные электроприборы и приборы, несоответствующие напряжению сети;
- использование нагревательных приборов на рабочих местах без подкладки толстого листа асбеста или другого теплоизоляционного материала;
- оставлять включенными без присмотра электрические и газовые приборы;
- при работе с огнеопасными веществами (серный эфир, спирт, бензин и другие) запрещается пользоваться горящими горелками всех видов. Все операции, связанные с нагреванием, следует производить на водяной или другой бане с потушенной горелкой.

В случае если будет нечаянно разбита бутылка или дугой сосуд с огнеопасными веществами, прежде чем собирать осколки или разлитую жидкость, её нужно засыпать песком. Осколки стекла и песок, пропитанный жидкостью, собирают при помощи фанеры (или деревянной лопаты). Запрещается применять железную лопату, веник или щетку.

При возникновении пожара следует очень быстро удалить из помещения все горючие жидкости, кроме того, надо предусмотреть, чтобы находящиеся вблизи стальные баллоны не взорвались от разогрева. Для огнетушения использовать все имеющиеся под рукой средства (CO_2 из остальных баллонов, огнетушители, листовой асбест, влажные тряпки) и одновременно вызвать пожарную команду.

Меры предосторожности при работе с вредными и ядовитыми веществами, кислотами, щелочами и при обращении со стеклом

В лаборатории приходится иметь дело с кислотами, щелочами, с солями, содержащими ртуть, свинец и другими веществами, вредно действующими на организм человека при их вдыхании, а также при попадании на кожу или внутрь.

В целях предупреждения несчастных случаев необходимо знать:

1. Работы, связанные с выпариванием, удалением аммиака, сжиганием испытываемых веществ (озоление), должны проводиться только в вытяжном шкафу при хорошо действующей тяге.

2. Наполнение пипеток ядовитыми или едкими жидкостями ни в коем случае нельзя производить ртом – следует применять грушу или бюретку.

3. При работе со щелочами, а также с ядовитыми веществами (сулема и другие) недопустимо брать куски или порошок голыми, не защищенными руками. Для этого необходимо пользоваться щипцами, пинцетом или совочком.

4. При смешивании жидкостей, взаимодействие которых вызывает сильное разогревание, необходимо соблюдать осторожность, так как раствор может закипеть и разбрызгаться. Например, при разведении концентрированной серной кислоты следует приливать кислоту в воду (а не наоборот) небольшими порциями и постоянно помешивая, избегая чрезмерного нагревания.

5. При определении запаха вещества нельзя подносить к носу сосуд с веществом - его следует держать на расстоянии, направляя к носу небольшое количество паров вещества легким движением руки.

6. Запрещается выливать ядовитые вещества в раковину без предварительного их обезвреживания. Нельзя также выливать концентрированные растворы щелочей, хромовую смесь, а также дурно пахнущие вещества, без предварительного их сильного разбавления.

7. Запрещается при работе держать или встряхивать колбы и другие склянки с кислотами и щелочами выше или на уровне глаз.

8. Чтобы предохранить руки от порезов, надо осторожно обращаться со стеклянными приборами и посудой. Закрывать колбы пробками не применяя больших усилий. При сборке приборов пользоваться стеклянными трубками с оплавленными концами.

9. Работать в агрохимических лабораториях нужно в халатах, так как попавшие реактивы могут загрязнить платье или разрушить ткань.

Первая помощь при несчастных случаях

1. При механическом ранении небольшие раны дезинфицируют небольшим количеством раствора йода и закрывают бинтом. Большие раны не промывают, а только забинтовывают стерильной марлей, ватой и бинтом, после чего прибегают к срочной медицинской помощи.

2. При ожогах пораженное место обрабатывают депантенолом. Если появились волдыри, следует прибегнуть к медпомощи, приставшие остатки вещества удалять нельзя.

3. При попадании концентрированной кислоты на кожу рук или лица необходимо промыть пораженный участок кожи сначала водой, а затем слабым раствором пищевой соды. Концентрированную щелочь, попавшую на кожу, смывают вначале слабым раствором уксусной кислоты, а затем водой, накладывается повязка с мазью от ожогов.

4. При попадании кислот, щелочей через ротовую полость необходимо тотчас же вызвать рвоту – лучше всего механически или принимая внутрь мыльную пену или горчичную воду. После чего пострадавшему дают активированный уголь, молоко, в крайнем случае - в большом количестве воду.

5. При отравлении газами (CO, H₂S), парами растворителя - пострадавшего выводят на свежий воздух. Нельзя допускать, чтобы человек заснул, для этого его лицо опрыскивают холодной водой, при остановке дыхания применяют искусственное дыхание.

В лаборатории агрохимического анализа на видном месте должна находиться аптечка для оказания первой помощи пострадавшим.

1. АНАЛИЗ ПОЧВЫ

1.1. Правила отбора почвенных проб

Взятие почвенных образцов в поле и подготовка их к анализу

Взятие почвенных образцов в поле – очень ответственная часть работы по составлению агрохимических картограмм. Если не обеспечить правильного взятия образцов, то последующие анализы почв будут в значительной мере обесценены.

Данные массовых анализов распространяются на определенную площадь. Поэтому почвенный образец должен быть типичен для всего пахотного слоя характеризуемой площади или, по крайней мере, преобладающей ее части. Учитывая неоднородность территории, принять брать смешанные образцы. Их составляют из «индивидуальных» проб, взятых в различных точках характеризуемой площади.

Почвенные образцы берут в продолжение 1,5-2 месяцев весной (до внесения удобрений и до посева) и в продолжение 1,5-2 месяцев осенью (сразу же после уборки урожая).

Образцы почв на пашне берут с глубины пахотного слоя (обычно 0-20 см). Из подпахотных горизонтов образцы почв берутся на орошаемых землях, а также при сильной пестроте почвенного профиля (близкое залегание карбонатов, гипса, растворимых солей и т.д.). На полях с плантажной вспашкой (например, под сады, виноградники) берут два (три) образца: на глубину 15-25 см из слоя систематической обработки и внесения удобрений и на глубину 20-40 и 40-70 см.

Количество образцов из подпахотных горизонтов не должно превышать 15% от количества образцов из пахотного слоя, иначе это сильно замедлит сбор почвенных образцов.

На лугах и пастбищах образцы берут на глубину 15-116 см., т.е. из слоя наибольшей биологической активности, и небольшое количество 10-15 % – на глубину 20-40 см.

Частота взятия смешанных почвенных образцов в зависимости от почвенных условий следующая:

1 категория – один смешанный образец на 1-30 га берется в сельскохозяйственных районах лесной зоны (дерново-подзолистые и подзолистые почвы), а также в других районах с волнистым сильно расчлененным рельефом;

2 категория – один смешанный образец на 3-6 га для лесостепных и степных районов с расчлененным рельефом;

3 категория – один смешанный образец на 5-10 га для степных и сухостепных районов с равнинным или слаборасчлененным рельефом и однообразным почвенным покровом.

В условиях орошаемого земледелия смешанный образец берут с площади 2-3 га. В горных районах, где размер хозяйственных полей небольшой и велика комплексность почвы, почвенный образец отбирают с площади 0,5-3 га.

В настоящее время наиболее распространено взятие проб по маршрутной линии, проходящей по оси участка. При отборе смешанных образцов этим методом, поля разбиваются на прямоугольники, у которых короткие стороны равняются длине одной из сторон элементарного участка, а длинные – соответственно равны коротким границам поля. Посередине каждого прямоугольника прокладывается маршрутная линия (ход), в начале и конце которой ставятся двухмерные вешки. При длине маршрутного хода более 500 м ставятся дополнительно одна или две вешки в середине части хода.

В каждом прямоугольнике маршрутная линия делится на части, равные более длинной стороне элементарного участка (рис. 4.1.).

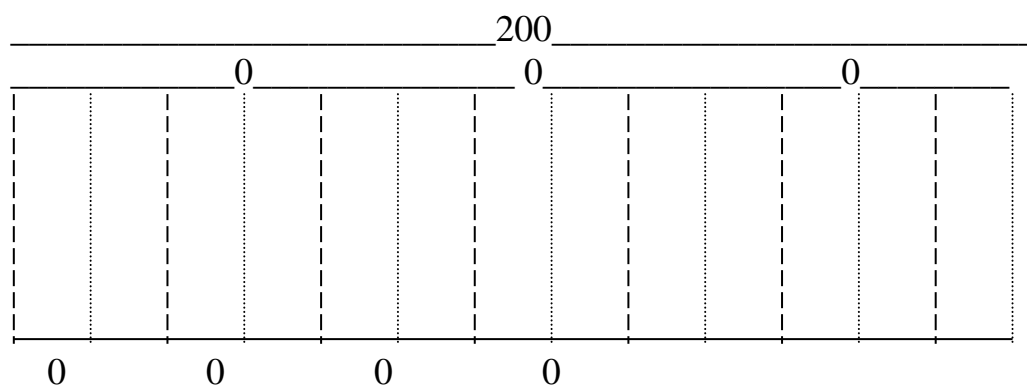


Рисунок 1. – Схема отбора смешанных почвенных образцов по маршрутным ходам:

O - вехи;

..... - границы прямоугольников;

----- - маршрутные ходы.

Делением части маршрутной линии, равной по длине стороне элементарного участка, на число индивидуальных проб, из которых составляется один смешанный образец (например, 20), определяется

расстояние между пунктами взятия проб, т.е. то расстояние, пройдя которое, нужно сделать «укол» буром.

Все пробы, взятые буром по маршрутной линии в пределах элементарного участка, сыпаются в полотняный мешок и снабжаются этикеткой с номером, соответствующим номером элементарного участка на плане. При отборе образцов в дневнике делают записи о состоянии посевов, особенностях почвенного покрова и т.д.

При отборе образцов по маршрутным линиям следует избегать взятия индивидуальных проб, в местах резко отличающихся по почвенным свойствам и условиям залегания. Смешанный образец следует составлять из индивидуальных проб, взятых на преобладающей почвенной разности, не допуская смешивания с пробами почв, не имеющих значительного распространения на данной площади.

Контроль над проведением отбора почвенных образцов осуществляется руководителем оперативной группы путем повторного отбора почвенных образцов по маршрутным ходам почвовед-агрохимика. Отобранные образцы шифруются. Сравнение результатов анализа этих образцов с результатами анализа образцов, отобранных ранее агрохимиком, является основным критерием для оценки качества выполнения этих работ.

Каждый смешанный образец снабжается этикеткой, на которой указывается: номер образца (образцы нумеруются в порядке очередности взятия – 1, 2, 3 и т.д.), глубина взятия его (для смешанного пишется «см», для индивидуального – глубина взятия его). Затем указывается название колхоза (совхоза), севооборот и номер поля, с.-х. культура, дата взятия и фамилия взявшего образец.

Подготовка образцов к анализу

Образцы почвы, отобранные в поле или в вегетационном домике, предварительно подсушивают на воздухе при комнатной температуре. Хранение сырых образцов ведет к значительным изменениям их свойств и состава, особенно в результате ферментативных и микробиологических процессов. Напротив, температурный перегрев сопровождается изменением подвижности и растворимости многих соединений.

Если образцов много, то проводится сушка в шкафах с принудительной вентиляцией при температуре не выше 40 °С.

Образцы регистрируют в специальной ведомости, в которой указывают, какие виды анализов будут выполняться.

Определение нитратов, нитритов, поглощенного аммония, водорастворимых форм калия, фосфора и т.п. проводится в день взятия образцов при их естественной влажности. Влажную почву просеивают через сито с диаметром отверстий 3 мм. Остальные определения проводятся в воздушно-сухих образцах.

Необходимо помнить, что ошибка представительности образца возрастает с ростом размера частиц и с уменьшением массы навески. Высокая степень измельчения почвы требуется, когда анализируемая навеска мала. Например, гумус определяют в навесках, масса которых составляет десятые доли грамма. Это связано с условиями проведения анализа. В то же время для определения обменной и гидролитической кислотности используют навески, масса которых составляет десятки граммов. Поэтому при определении гумуса аналитическую почвенную пробу принято измельчать таким образом, чтобы диаметр частиц не превышал 0,25 мм. А размер почвенных частиц в аналитической пробе для определения кислотности может быть большим, но не должен превышать 1 – 2 мм.

Прежде чем приступить к измельчению сухой почвы, из средней лабораторной пробы отбирают пробу почвы для определения углерода и азота. Образец почвы расстилают на бумаге ровным слоем толщиной 5 мм. Крупные частицы измельчают. Затем делят на квадраты со стороной 3 – 4 см. Из каждого квадрата на всю глубину слоя шпателем отбирают небольшие количества почвы и помещают в отдельный пакет из кальки. Масса этой пробы должна быть не менее 10 г. Затем из отобранной пробы почвы удаляют корни и различные органические остатки – их отбирают пинцетом, просматривая почву через увеличительное стекло. Наиболее мелкие частицы органики можно удалить при помощи стеклянной или эбонитовой палочки, натертой куском шерстяной ткани. Наэлектризованной палочкой проводят на расстоянии нескольких сантиметров от слоя почвы. При этом мелкие органические остатки прилипают к ней и удаляются из почвы. Палочку нельзя подносить очень близко к почве, так как при этом к ней могут пристать частицы почвы.

Затем почву измельчают и просеивают через сито с диаметром отверстий 0,25 мм. Операцию измельчения проводят до тех пор, пока весь образец не пройдет через сито.

Подготовленный таким образом образец хранят до проведения анализа в пакетиках из кальки.

Оставшуюся часть сухого образца измельчают на почвенной мельнице или растирают в фарфоровой ступке пестиком с резиновым наконечником. Растертый и просушенный образец пропускают через сито с диаметром отверстий 1 – 2 мм. Растирание и просеивание проводят до тех пор, пока весь взятый образец не пройдет через сито. Допускается отброс только обломков камней, крупных корней и инородных включений. Образцы хранятся в закрытых крафтовых пакетах в помещении, где отсутствуют химические реактивы.

Навеску почвы для анализа берут методом «средней пробы». Для этого просеянный образец рассыпают тонким слоем (около 0,5 см) на листе бумаги в виде квадрата и делят его шпателем отбирают часть образца.

1.2. Определение содержания обменного калия в почве в 1 %-ной углеаммонийной вытяжке с завершением на пламенном фотометре по методу Б.П. Мачигина в модификации ЦИНАО

Значение анализа. О степени обеспеченности почвы элементом судят по содержанию в ней этих форм элемента. Обменный калий извлекают из почвы солевыми вытяжками, вытесняя калий ионом аммония. В углеаммонийную вытяжку переходят и водорастворимые соединения. Поскольку водорастворимых соединений калия в почве мало – они большого значения в питании растений не имеют.

Принцип метода. Метод основан на измерении интенсивности излучения элементов в пламени. Калий в вытяжках определяют пламенно-фотометрическим методом.

Ход анализа. Калий определяют на пламенном фотометре, непосредственно распыляя вытяжки из почв в пламя. Используют светофильтр, пропускающий аналитические линии калия.

Готовим образцовый раствор для определения обменного калия в почве с помощью пламенного фотометра: берем 8 колб на 250 мл и помещаем указанные в таблице объемы маточного раствора. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором (раствор углекислого аммония 1%)

Характеристики раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора	0	1,0	2,0	3,0	5,0	7,5	10	15

Образцовые растворы анализируют на пламенном фотометре и по полученным данным строят калибровочный график.

Содержание калия вычисляют по формуле:

$$K = \frac{a \times v \times 1000}{c \times 1000}$$

где: K – содержание подвижного калия в почве, мг/кг;

a – концентрация K₂O в 1 л вытяжки по калибровочному графику;

v – общий объем вытяжки, мл;

1000 – для пересчета на 1 кг почвы;

c – навеска почвы, г;

1000 – коэффициент пересчета концентрации на 1 мл.

Подведение итогов занятия: сравнивая полученные в агрохимическом анализе данные с группировкой почв, определяется обеспеченность почвы обменным калием и рассчитывается его количество (кг) на 1 гектаре (табл. 1).

Таблица 1 - Группировка почв по содержанию обменного калия

Класс	Обеспеченность	Содержание K ₂ O, мг/кг
1	очень низкая	менее 100
2	низкая	101-200
3	средняя	201-300
4	повышенная	301-400
5	высокая	401-600
6	очень высокая	более 600

Реактивы:

-раствор углекислого аммония концентрации 10 г/дм³ с рН 9,0.

-образцовые растворы K₂O

Для настройки и калибровки пламенного фотометра готовят серию растворов сравнения: в мерные колбы на 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по пункту. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором.

Растворы сравнения хранят не более 15 дней.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по пункту 2, см ³	0	1,0	2,0	3,0	5,0	7,5	10,0	15,0
Концентрация K ₂ O в растворах сравнения, г/дм ³	0	0,002	0,004	0,006	0,010	0,015	0,020	0,030
Массовая доля K ₂ O в почве, млн ⁻¹	0	40	80	120	200	300	400	600

Пламенный фотометр ПФА-378: устройство и принцип работы

Принцип метода. Данный метод анализа основан на измерении интенсивности излучения элементов в пламени. Анализируемый раствор распыляют пульверизатором и образующийся туман вводят в пламя горелки прибора – пламенного фотометра. В пламени сначала происходит поглощение энергии атомами, а затем выделение энергии в виде лучей с определенной длиной волны. Так как температура пламени невысока, то получающиеся спектры сравнительно просты: излучения состоят из немногих спектральных линий с характерной для каждого элемента длиной волны. Одну из этих линий выделяют интерференционным светофильтром, направляют ее на фотоэлемент и, измерив силу тока гальванометром, определяют интенсивность излучения. При соблюдении определенных условий она пропорциональна концентрации вещества в растворе.

Начало работы.

-Включить прибор.

-Открыть регулятор газа, повернув его на четверть против часовой стрелки.

-Открыть регулятор воздуха, его давление должно превысить 7 psi. Доведите давление воздуха до 10 psi.

-Загорится красный газовый диод, и зуммер подаст сигнал, замолчав через 3 секунды. Автоматически произойдет возгорание и загорится желтый диод.



Рисунок 2. Пламенный фотометр ПФА-378

-Повернуть регулятор газа так, чтобы получить ровное пламя с голубым кончиком приблизительно 8-10 мм высотой. Подождите около 20 минут для стабилизации пламени. Период в 20 минут может зависеть от состояния окружающей среды. Как только пламя стабилизируется, оно будет гореть до выключения, повторная стабилизация не нужна. В случае выключения питания подача газа автоматически прекратится. В этом случае повторить все вышеописанные процедуры.

Следующие надписи по очереди появляются на дисплее при начале работы:

Экран модели	* ПФА-378 * Пламенный Фотометр
Экран версии Программного обеспечения	Версия х.х Month уууу
Экран начала работы	Проверка.... Пожалуйста подождите....

ВЫБОР ФУНКЦИИ. Экран функции показывается после завершения процесса начала работы.

Экран функции	1. Чтение	2. Калибровка
	3. Просмотр	4. Печать

Активные клавиши: <1-4>

ВЫБОР ТРЕБУЕМОЙ ФУНКЦИИ. Использовать активные кнопки 1-4 для выбора требуемой функции. На дисплее появится соответствующая картинка.

РАБОТА С ФУНКЦИЕЙ КАЛИБРОВКИ. Перед использованием этой функции для создания кривой калибровки необходимо установить следующие параметры:

- a. Режим, где заданы величины концентрации и коэффициент растворения (1).
- b. Элементы для калибровки (2).
- c. Тип кривой (3).
- d. Количество стандартов (3.1 или 3.2).
- e. Численная концентрация стандартов (4).

После выбора функции появляется экран режима калибровки

Экран режима калибровки

Выберите способ измерения		
1.GEN.	2.SERUM	3.URINE

Активные клавиши: <1-3>

<ESC> для возврата к экрану функции

1. ВЫБОР ТРЕБУЕМОГО РЕЖИМА КАЛИБРОВКИ.

Используйте активные кнопки <1-3> для выбора требуемого режима. Появится экран элементов калибровки.

Экран элементов калибровки

1. Na	2. K	3. Li	4. Ca
<#, ENT>			

Активные клавиши: <1 to 4>

<ESC> для возврата к экрану режима калибровки

2. ВЫБОР ЭЛЕМЕНТОВ ДЛЯ КАЛИБРОВКИ.

Использовать активные кнопки <1-4> для выбора требуемых элементов для калибровки.

Отметка будет указывать на выбор.

Нажать <ENTER> для подтверждения выбора элемента. Появится экран опций выбора кривой.

Экран опций выбора кривой

* Кривая * 1. Сегментная 2. Квадратичная

Активные клавиши: <1, 2>

<ESC> для возврата к экрану элементов калибровки

3. ВЫБОР ТРЕБУЕМОЙ ОПЦИИ КРИВОЙ КАЛИБРОВКИ.

Использовать активные клавиши <1,2> для выбора требуемой опции. Появляется экран ввода номера стандартов 3.1 или 3.2.

3.1. Нажать <1> для выбора сегментной кривой калибровки. Отобразится экран номера стандартизации - 1.

Экран номера стандартизации - 1

Введите номера стандартов (min: 2 max:20): 2

Активные клавиши: <#> <ENTER>, <ESC>

<ESC> to CURVE FIT OPTION SCREEN

Нажать <ENTER> для подтверждения выбора или нажать <ESC> для отмены выбора или использовать цифровые клавиши <#> для выбора номеров стандартов.

После установки номеров стандартов появляется экран концентрации стандартов.

3.2. Нажать <2> для выбора квадратичной кривой калибровки. Появится экран номера стандартизации - 2.

Экран номера стандартизации - 2

Введите номера стандартов (min: 3 max:20): 3

Активные клавиши: <#> <ENTER>, <ESC>

<ESC> для возврата к экрану опций кривой

Нажать <ENTER> для подтверждения ввода или нажать <ESC> для отмены ввода или использовать цифровые клавиши <#> для установки номеров стандартов.

После установки номеров стандартов появляется экран концентрации стандартов.

4. ВВОД ВЕЛИЧИНЫ КОНЦЕНТРАЦИИ СТАНДАРТОВ.

Экран концентрации стандартов

[STD-##] Na K Li Ca

Активные клавиши: <#>, <ENTER>, <ESC>

<ESC> для возврата к экранам номеров стандартов

Использовать цифровые клавиши <#> для ввода величины концентрации стандартов.

Нажать <ENTER> для подтверждения или нажать <ESC> для отмены ввода данных.

Экран концентрации стандартов появляется много раз после операций 3.1 или 3.2 для подтверждения ввода концентраций для всех стандартов. После ввода величин концентраций для всех стандартов появляется экран подтверждения стандартов, где можно изменить введенные данные в случае необходимости.

Экран подтверждения стандартов.

Будете ли вы проверять введенные Концентрации? <Да / Нет>
--

Активные клавиши: <YES>, <NO>

Опция <Да>. Вновь появляется экран концентраций стандартов.

Экран концентрации стандартов

xxxxx=Введенная концентрация

[STD-##] Na xxxxx K xxxxx Li xxxxx Ca xxxxx
--

Активные клавиши: <#>, <ENTER>, <ESC>

<ESC> для возврата к экранам номеров стандартов

Нажать <ENTER> для подтверждения ввода или нажать <ESC> для отмены ввода или использовать цифровые клавиши <#> для ввода концентраций стандартов

Опция <Нет>. В случае выбора сегментальной кривой появляется следующий экран ввода второго относительного стандарта, требуемого во время стандартизации:

Your Mid Range Ref? Enter Std. No

Использовать цифровые клавиши <#> для ввода требуемых стандартов.

Нажать <ESC> для отмены ввода или нажать <ENTER> для

подтверждения ввода - вы перейдете к пункту **5**.

В случае квадратичной кривой вы сразу перейдете к пункту **5**.

Итог: Во время пунктов 1-4 вы установили параметры, необходимые для создания кривой калибровки и перейдете к циклу измерения **5**.

5. ЦИКЛ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ СОЗДАНИИ КРИВОЛИНЕЙНОЙ КАЛИБРОВКИ.

Цикл измерений связан с измерениями интенсивности эмиссий чистых и стандартных растворов. Точность стандартов влияет на точность анализа проб.

Появляются экраны, соответствующие чистому измерению и операции чистки в порядке, необходимом для цикла измерений.

Процесс чистого измерения

Экран чистого измерения

Подача чистой пробы <ENT>

Активные клавиши: <ENTER>

<ESO> для перехода к экрану меню проб

Загрузить чистый раствор и нажать <ENTER>. Пока прибор измеряет интенсивность эмиссии чистого раствора для выбранных элементов, горит экран ожидания.

Экран ожидания

E1 = измеряемый элемент

Пожалуйста, подождите..... ЧтениеE1
--

Измерение занимает приблизительно (5 сек/элемент + 7) секунд.

После этого перейдите к процедуре очистки

Процедура очистки важна для того, чтобы вымыть остатки последней пробы из распылителя и смесительной камеры, чтобы избежать загрязнения следующей пробы. Вслед за любым измерением интенсивности эмиссии отображается экран очистки.

Экран очистки

Подача дистиллированной воды

Очистка! <ENT>

Активные клавиши: <ENTER>

После завершения чистого измерения появляется экран загрузки стандартов для начала стандартного измерения и экран операции очистки в порядке, необходимом для цикла измерений.

Экран загрузки стандартов

Загрузить стандарт: #
раствор <ENT>

Активные клавиши: <ENTER>, <ESC>

<ESC> для возврата к экрану подачи чистого раствора

Загрузить стандартный раствор и нажмите <ENTER>. Экран ожидания будет гореть во время измерения интенсивности раствора стандарта для выбранного элемента. Измерение занимает приблизительно 5 сек/элемент + 7 секунд. Чистка должна проводиться так, как описано в экранах меню очистки, идущих за измерением интенсивности эмиссии. Вы вернетесь на экран загрузки стандартов для следующего измерения. Так будет продолжаться до конца измерений всех стандартов.

Вслед за окончанием измерений всех стандартов появляется экран сохранения кривой для сохранения созданной кривой.

Экран сохранения кривой

Сохранить данную
кривую?
<Да / Нет>

Активные клавиши: <Да>, <Нет>

Опция <Нет>. Появляется экран проверки калибровки, где можно распечатать таблицу проверки калибровки для проверки кривой.

Экран проверки калибровки

Распечатать вашу таблицу
проверки калибровки?

Активные клавиши: <Да>, <Нет>

Опция <Нет> - перевод на экран меню проб и прибор готов к анализу проб.

6. ПРОЦЕСС ИЗМЕРЕНИЯ ПРОБЫ.

Вслед за выполнением стандартизации перейдите в экран меню пробы.

Экран меню пробы

1. SAMPLES 2. RAPID 3. VIEW 4. PRINT 5. NORM 6. SAVE

Активные клавиши: <#>, <ESC> для выхода

Нажать <2> для выбора продолжительного измерения пробы. Отображается экран быстрой подачи проб.

Экран быстрой подачи проб

Подача пробы!! <ENT>

Активные клавиши: <ENT>

<ESC> для возврата к экрану меню проб

Загрузить раствор пробы и нажать <ENTER>. Пока прибор измеряет интенсивность эмиссии раствора пробы для выбранных элементов, горит экран ожидания.

Измерение занимает приблизительно (5сек/элемент + 7) секунд.

Концентрация измеряемой пробы обновляется и показывается на экране быстрого просмотра.

Экран быстрого просмотра

uuu = единица; xxxx = концентрация

Conc uuu Na xxxx K xxxx Li xxxx Ca xxxx
--

<ESC> для возврата к экрану меню проб

1.3. Определение макро и микроэлементов в растениях атомно-абсорбционным методом

Метод атомно-абсорбционной спектrophотометрии (ААС) основан на явлении селективного поглощения (абсорбции) резонансного излучения определяемого элемента атомным паром исследуемого вещества. Принцип метода иллюстрирует рисунок 3.

Превращение анализируемой пробы из жидкого (или твердого) состояния в атомный пар происходит в атомизаторе. Пар вводится в аналитическую зону атомизатора, просвечиваемую источником излучения с линейчатым спектром изучаемого элемента.

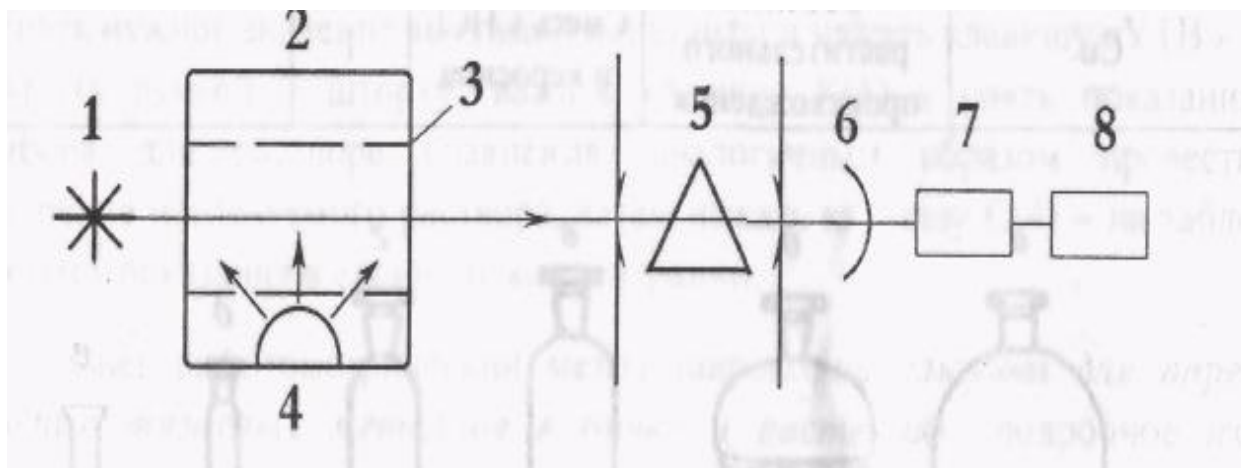


Рисунок 3. Принципиальная схема атомно-абсорбционного спектрофотометра:

1 - источник резонансного излучения; 2 – атомизатор; 3 - аналитическая чаша; 4 – монохроматор; 5 – фотоумножитель; 6 – усилитель;
7 - регистрирующее устройство; 8 – проба.

Закон атомного поглощения аналогичен закону светопоглощения в молекулярной спектрофотометрии и характеризуется экспоненциальным убыванием интенсивности проходящего излучения в зависимости от длины поглощающего слоя атомного пара (длины атомизатора) и концентрации атомов определяемого элемента c . В определенном интервале концентрации, зависящем от характера определяемого элемента и свойств источника резонансного излучения, поглощение излучения атомами подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$I = I_0 10^{-klc} \text{ или } \lg(I_0 / I) = klc,$$

где I - интенсивность излучения после взаимодействия с атомами (после прохождения через атомизатор); I_0 - интенсивность излучения до взаимодействия l - длина поглощающего слоя атомного пара; k - атомный коэффициент поглощения, зависящий от длины волны и линии поглощения. Величину $\lg(I_0 / I)$ называют атомным поглощением A , она аналогична оптической плотности в молекулярной спектрофотометрии. Указанная зависимость является практической основой атомно-абсорбционного метода анализа.

Рассмотрим отдельные узлы атомно-абсорбционного спектрофотометра и их роль в формировании аналитического сигнала.

Источник излучения. Наиболее распространенным источником резонансного излучения для ААС является лампа с полым катодом, изготовленным из определяемого металла или его сплава. Спектр лампы содержит линии металла катода и заполняющего лампу газа, обычно неона. Важнейшим фактором, влияющим на точность и чувствительность анализа, является стабильность излучения лампы. Она определяется конструктивными особенностями и индивидуальными свойствами лампы, а также зависит от качества работы источника питания.

Кроме ламп с полым катодом, в практике атомно-абсорбционного анализа применяют высокочастотные безэлектродные лампы, представляющие собой кварцевый или стеклянный баллон (шарик), в который введены соответствующий металл (или его соединение) и инертный газ, поддерживающий разряд в лампе. Высокочастотные лампы наиболее часто используют для определения тех элементов, для которых лампы с полым катодом не отличаются высокой стабильностью и надежностью в работе. Это - мышьяк, сурьма, висмут, селен, теллур.

Атомизатор. В ААС существуют варианты пламенных и электротермических атомизаторов.

В практике анализа наибольшее распространение получили пламенные атомизаторы. В них аналитической зоной служит участок непосредственно над газовой горелкой, через который проходит луч от источника излучения. Обычно раствор распыляют потоком газа и равномерно вводят в пламя в виде аэрозоля, регистрируя установившееся значение абсорбции. Наиболее эффективным способом атомизации является пламя ацетилен - воздух. Эта смесь используется при определении большинства элементов, не образующих термостойких окислов. Для элементов, склонных к образованию термостойких окислов и труднодиссоциируемых комплексов (алюминий, кремний, титан, молибден и некоторые другие) следует использовать смесь закись азота (в качестве газа - окислителя) - ацетилен - воздух, которая позволяет получить наиболее высокотемпературное пламя.

Электротермическими атомизаторами (ЭТА) служат печи сопротивления - трубки, тигли, стержни, нити из тугоплавкого материала. К ЭТА относится и вариант гидридной техники, в котором кварцевую трубку нагревают электропечью. Во всех типах ЭТА осуществляют

полное импульсное испарение анализируемых микропроб. Пары пробы переносятся через просвечиваемую полость трубки или зону над телом нагрева за счет диффузии, конвекции или с помощью потока инертного газа. Применение ЭТА позволяет повысить чувствительность и предел обнаружения элементов на 1-2 порядка по сравнению с пламенными атомизаторами (0,001 - 0,0001 мкг/см³).

Монохроматор. В ААС монохроматор выделяет резонансную аналитическую линию и в большой степени отделяет ее от молекулярных спектров и сплошного фона, излучаемых атомизаторами. В современных атомно-абсорбционных спектрофотометрах используются монохроматоры, позволяющие выделять спектральную полосу шириной 0,2-2 нм в интервале от 190 до 850 нм.

Приемное и регистрирующее устройство. В качестве детектора излучения используют фотоэлектронные умножители - ФЭУ. Фототок с ФЭУ после усиления и логарифмирования поступает на регистрирующее устройство. Современные атомно-абсорбционные спектрофотометры оснащены цифровой индикацией, цифropечатью и ЭВМ, что позволяет получать результаты в единицах концентрации, интегрировать аналитический сигнал за определенный промежуток времени и выдавать его среднее значение, проводить статистическую обработку результатов.

Помехи, влияющие на результаты атомно-абсорбционного анализа. (Методы их учета)

Помехи, возникающие в ходе атомно-абсорбционного анализа почв и растений, можно подразделить на пять групп:

- 1) спектральные помехи;
- 2) фоновые помехи (неселективное поглощение);
- 3) ионизационные помехи;
- 4) помехи из-за различий физических свойств растворов;
- 5) химические помехи.

Спектральные помехи обусловлены явлением поглощения излучения не только резонансной линией определяемого элемента, но и атомами других элементов с близкой длиной волны. По сравнению с эмиссионным спектральным методом в атомно-абсорбционном

анализе взаимное наложение спектральных линий элементов достаточно мало.

Неселективное поглощение излучения возникает в результате светорассеяния, молекулярного поглощения, а также поглощения пламенем или ЭТА. Светорассеяние и молекулярное поглощение происходят при неполной атомизации пробы и вызываются появлением в аналитической зоне твердых частиц и молекул основного вещества пробы. Собственное излучение ЭТА имеет спектр черного тела, для пламени характерно излучение со структурой молекулярного спектра.

Для учета спектральных помех и неселективного поглощения применяют так называемый корректор фона. В качестве корректора фона обычно используют оптическую схему со вспомогательным источником сплошного спектра - дейтериевой лампой. В последнее десятилетие широкое распространение получил метод коррекции фона, основанный на эффекте расщепления спектральных линий в магнитном поле (эффект Зеемана).

Ионизационные помехи вызваны снижением количества нейтральных атомов в аналитической зоне атомизатора в результате превращения их в положительно заряженные ионы под действием температуры пламени. В этом случае интенсивность поглощения резонансного излучения существенно уменьшается. Данный вид помех имеет место при определении элементов с низкими потенциалами ионизации (щелочные и щелочноземельные элементы). Контролировать ионизацию в пламени можно путем добавления к растворам проб и стандартов избытка легко ионизируемых элементов. Обычно в качестве ионизационного буфера используют растворы солей цезия, лития и калия.

Помехи, возникающие из-за различий физических свойств растворов (вязкости, поверхностного натяжения и др.), можно контролировать, максимально сближая состав (содержание солей, концентрация растворителей) растворов проб и стандартов. При невозможности нивелировать различия в составах следует использовать метод добавок.

Химические помехи обусловлены присутствием трудно диссоциируемых соединений определяемого элемента в аналитической зоне атомизации. В ряде случаев такие соединения могут образовываться непосредственно в пламени при распылении в него

анализируемого раствора. В результате снижается количество свободных атомов, способных к поглощению резонансного излучения. Типичным проявлением химических помех является снижение абсорбции при определении в почве щелочноземельных элементов в присутствии фосфора, кремния, алюминия. Другим примером помех такого рода служит уменьшение сигнала поглощения при определении алюминия, молибдена, ванадия и др. в результате образования устойчивых окислов.

Устранить влияние химических помех можно двумя путями:

1) использовать высокотемпературное пламя, энергия которого достаточно высока и способна разрушить многие устойчивые соединения и атомизировать пробу;

2) добавлять к растворам проб и стандартов маскирующие вещества, которые реагируют с мешающими элементами и снимают возможные химические помехи.

Примером служит добавление к растворам (при анализе почв, растений, вод) лантана, который при определении кальция, магния, стронция и бария устраняет деформирующее влияние фосфора, кремния и алюминия. Позволяет снизить химические помехи и полная идентификация по составу растворов проб и стандартов.

Атомно-абсорбционный метод отличается от традиционных аналитических методов простотой выполнения анализа и высокой производительностью. Он обеспечивает предел обнаружения многих элементов $0,1-0,01$ мкг/см³ (с атомизацией в пламени) и ниже, что в большинстве случаев оказывается достаточным для применения метода в почвенно - агрохимических исследованиях..

Подготовка растительных проб для определения тяжелых металлов

Способ сухой минерализации основан на полном разложении органических веществ путем сжигания проб растений в муфельной печи.

Ход анализа. В чашку или тигель берут измельченную навеску растительной пробы (при определении цинка, меди и марганца – 2 г; кадмия, свинца, никеля, хрома и кобальта – 10 – 15 г), взвешенную с точностью не более 0,01 г, добавляют 96%-й этиловый спирт из расчета

5 см³ спирта на 1 г сухого вещества пробы, накрывают часовым стеклом и оставляют на 24 часа.

Пробы высушивают и затем обугливают на электроплите до прекращения выделения дыма, не допуская воспламенения. Затем тигли помещают в холодную муфельную печь и, повышая её температуру на 50 °С каждые полчаса, доводят температуру печи до 450 °С и продолжают минерализацию в течение 10 – 15 часов до получения серой золы.

Охлажденную до комнатной температуры золу смачивают по каплям азотной кислоты (1:1), выпаривают на водяной бане, помещают в муфельную печь, доводят её температуру до 300 °С и выдерживают 30 минут. Этот цикл может быть повторен несколько раз до получения золы белого или слегка окрашенного цвета без обугленных частиц.

Одновременно с пробами в каждой серии анализа проводится холостой опыт: тигель (чашка), не содержащий навесок, но с добавлением того же количества реактивов, что и в пробы, участвует во всех операциях (обугливание, озоление, растворение, экстракция).

Аппаратура, реактивы, материалы:

- весы лабораторные с метрологическими характеристиками (ГОСТ 24104);

- муфельная печь или электропечь сопротивления камерная лабораторная;

- электроплитка бытовая по ГОСТ 1419;

- баня водяная;

- тигли или чашки кварцевые (ГОСТ 19908);

- стекла часовые;

- цилиндры мерные объемом на 10 и 50 см³ (ГОСТ 1770);

- пипетка объемом на 1 см³ по ГОСТу 20292;

- спирт этиловый ректификованный (ГОСТ 18300);

- кислота азотная (ГОСТ 11125. «ос.ч»). раствор в бидистиллированной воде (1:1) по объему.

Валовое содержание микроэлементов

Методы пробоподготовки для определения валового содержания микроэлементов основаны на полном разложении пробы растений и переведении её в раствор.

Для разложения растений применяют два метода: сухое озоление и кислотное сжигание (мокрое озоление). Описанный способ сухого озоления используют для определения железа, марганца, цинка, меди, кобальта, никеля, свинца, кадмия, хрома. После мокрого озоления кроме названных элементов возможно определение молибдена. При использовании фотометрических методов определения золу и остаток от мокрого сжигания проб обрабатывают 0,3М раствором соляной кислоты, затем приливают 5 см³ этого же раствора. Тигли помещают на водяную баню и нагревают в течение 30 минут. Полученный раствор переносят через воронку в градуированные пробирки объемом 20 см³. Тигель обмывают бидистиллированной водой и доводят его раствор до метки.

Аппаратура, реактивы, материалы:

- баня водяная лабораторная;
- цилиндр мерный объемом 5 см³ по ГОСТу 1770;
- пробирки с притертыми пробками объемом 20 см³ по ГОСТу 1770;
- кислота соляная по ГОСТу 14261 «ос.ч». раствор в бидистиллированной воде с массовой долей 0,3М.

Техника выполнения измерений

Приготовление стандартных растворов. В качестве основных стандартных растворов используют государственные стандартные образцы (ГСО) с гарантированной концентрацией элемента или комплекса элементов - 1000 мкг/см³.

Возможно приготовление стандартных растворов из окислов или солей металлов с постоянной стехиометрией.

Цинк. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами цинка.

Содержание цинка в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 1,000 г металлического цинка помещают в стакан вместимостью 100 см³ и добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1). Растворившийся цинк количественно переносят в мерную колбу

объемом 1000 см³ и доводят до метки 1%-ым раствором азотной кислоты. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см³ цинка.

Марганец. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами марганца.

Содержание марганца в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 4,388 г сернокислого марганца {MnSO₄ • 5H₂O} помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в бидистиллированной воде и затем количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. В колбу приливают приблизительно 500 см³ бидистиллированной воды, добавляют 82 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки бидистиллированной водой. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см³ марганца.

Медь. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами меди.

Содержание меди в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 3,798 г нитрата меди (Cu(NO₃)₂ • 3H₂O) помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в бидистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Добавляют 30 см³ раствора азотной кислоты (1:1) и доводят до метки 1%-ым раствором азотной кислоты. Полученный раствор имеет концентрацию меди- 1000 мкг/см³.

Свинец. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами свинца.

Содержание свинца в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 1000 г металлического свинца помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ азотной кислоты (1:1) и количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Доводят

до метки 1%-ым раствором азотной кислоты. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см' свинца.

Кадмий. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами кадмия.

Содержание кадмия в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 1,142 г оксида кадмия (CdO) помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1:1) и количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Доводят объем до метки 1%-ым раствором азотной кислоты. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см³ кадмия.

Никель. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами никеля.

Содержание никеля в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 4,953 г нитрата никеля (N(KO₃):) помещают в стакан вместимостью 100 см', растворяют в бидистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см", доводят объем до метки 1%-ым раствором азотной кислоты.

Кобальт. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами кобальта.

Содержание кобальта в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 4,769 сернокислого кобальта (CoSO₄ • 7H₂O) помещают в стакан вместимостью 100 см', растворяют в бидистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Добавляют 50 см³ азотной кислоты (1:1) и доводят до метки бидистиллированной водой. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см³ кобальта.

Железо. Навеску 8,635 г железоммонийных квасцов ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \times 12\text{H}_2\text{O}$) помещают в стакан вместимостью 100 см^3 , растворяют в 50 см^3 8%-го раствора серной кислоты, количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см^3 железа.

Хром. Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами хрома.

Содержание хрома в разложенных и переведенных в раствор пробах растений определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен-воздух.

Навеску 3,734 г хромата калия (K_2CrO_4) помещают в стакан вместимостью 100 см^3 , растворяют в бидистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см^3 и доводят до метки 1%-ым раствором соляной кислоты. Полученный раствор имеет концентрацию 1000 мкг/см^3 .

Основные стандартные растворы хранят в герметичной посуде из стекла или полиэтилена высокого давления на рассеянном свете. Гарантированный срок хранения основных растворов - 1 год.

Промежуточные стандартные растворы элементов готовят последовательным разбавлением основных растворов в 10 и 100 раз 1%-ой азотной кислотой. Эти растворы хранят в герметичной посуде не более 1 года.

Стандартные растворы сравнения готовят из промежуточных растворов путем разбавления тем же раствором кислоты, проб. Содержание тяжелых металлов не должно выходить за пределы следующих диапазонов рабочих концентраций: для железа, цинка и марганца – 0,1-5; для меди - 0,05-5; для хрома, никеля и свинца - 0,1-5; для кадмия - 0,02-1 мкг/см^3 . В рабочих диапазонах необходимо иметь по 3-4 стандартных раствора сравнения. Стандартные растворы сравнения могут быть как смешанными, так и моноэлементными. Растворы с концентрацией металла от 1 до 10 мкг/см^3 хранят в герметичной посуде не более 1 месяца, растворы с концентрацией менее 1 мкг/см^3 должны быть свежеприготовленными.

В качестве нулевого стандарта (бланк) используют 1%-ый раствор азотной или соляной кислоты, т.е. тот раствор, который применяли для растворения проб и разбавления растворов.

Аппаратура, реактивы, материалы

1. Государственные стандартные образцы (смешанные или моноэлементные) с концентрацией каждого элемента 1000 мкг/см³ или:
 - цинк гранулированный по ГОСТу 4165;
 - марганец серноокислый пятиводный по ГОСТу 435-77;
 - медь азотнокислая трехводная по ГОСТу;
 - свинец металлический по ТУ 6-09-3523-74;
 - кадмий оксил по ГОСТу 11120-75;
 - никель азотнокислый шестиводный по ГОСТу 4055-70;
 - кобальт серноокислый по ГОСТу 4462-58;
 - калий хромовокислый по ГОСТу 4220;
2. Колбы мерные объемом 1000см³ по ГОСТ 1770;
3. Стаканы объемом 100 см³ по ГОСТ 25336;
4. Кислота азотная по ГОСТ 11125 «ос. ч.» раствор в бидистиллированной воде 1:1 по объему.
5. Кислота азотная по ГОСТ 11125 «ос. ч.» раствор в бидистиллированной воде с массовой долей 1%;
6. Кислота соляная по ГОСТ 14261 «ос. ч.» раствор в бидистиллированной воде с массовой долей 1%;
7. Кислота серная по ГОСТ 4204 «ос. ч.» или «х. ч.» раствор в бидистиллированной воде с массовой долей 8%.

Проведение измерений. Подготовку атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкциями по эксплуатации. Особое внимание следует уделить выполнению таких моментов, как:

- установление требуемой силы тока (на каждой лампе с полым катодом указаны оптимальная сила тока и максимально допустимая) и прогрев источника резонансного излучения не менее 30 мин.;
- точная настройка монохроматора на резонансную линию по максимуму излучения при минимальной ширине щели, но проведение измерений при рекомендуемой ширине щели; используют наиболее чувствительные линии поглощения элементов со следующими длинами волн: цинк -213,9 нм. железо-248,3 нм, кадмий-228,8 нм,

никель-232,0 нм, свинец - 283,3 нм. кобальт - 240,7 нм, марганец - 278 нм. медь - 324,8 нм, хром -357,9 нм;

- юстировка источников резонансного и (если корректором фона служит дейтериевая лампа и в спектрофотометре отсутствует режим автокомпенсации) нерезонансного излучения;

- юстировка высоты горелки и ее положения относительно луча источника резонансного излучения;

- если в состав инструкций по эксплуатации прибора не включено «Руководство для оператора» с оптимальными аналитическими параметрами определения каждого элемента, то юстировку высоты горелки и соотношение ацетилен/воздух необходимо проводить во время прогрева горелки по максимуму абсорбции одного из стандартных растворов сравнения;

- прогрев включенной горелки перед началом измерений с одновременной ее промывкой бидистиллированной водой в течение 5 мин.;

Техника измерений. Сначала распыляют в пламя нулевой стандарт (при экстракционном концентрировании - его экстракт) и устанавливают показания прибора на нуль. Затем в порядке возрастания концентрации измеряют абсорбцию стандартных растворов сравнения (или их экстрактов). В конце градуировки отмечают положение нулевой линии при распылении нулевого стандарта.

После окончания градуировки прибора в пламя распыляют исследуемые растворы и измеряют величину абсорбции (практически во всех моделях современных атомно-абсорбционных спектрофотометров предусмотрен режим авто построения градуировочного графика, что позволяет получать результаты измерений, как в величине абсорбции, так и в единицах концентрации). Измерение каждого раствора проводится не менее двух раз. Для проверки стабильности работы прибора через каждые 10 - 15 измерений исследуемых проб в пламя вводят нулевой стандарт и один из стандартных растворов сравнения. Если обнаружено отклонение от первоначально полученных значений величины абсорбции (или концентрации), то градуировку прибора проводят заново и повторно измеряют последние 10-15 проб.

При прямом определении в исследуемых растворах кадмия, свинца, никеля, кобальта и хрома необходимо обязательно проводить коррекцию фонового поглощения.

Обработка результатов. При наличии в приборе автоматизированной системы расчета концентрации по величине абсорбции результаты можно получить в единицах концентрации. При ручной обработке данных строят график зависимости величины абсорбции от концентрации. По градуировочному графику находят концентрацию определяемого металла в исследуемом растворе (и в холостой пробе) и рассчитывают его содержание в пробе по формуле

$$X = ((C_x - C_0) \cdot V) / m$$

где C_x - концентрация элемента в исследуемом растворе, $\text{мкг}/\text{см}^3$; C_0 - концентрация элемента в холостой пробе, $\text{мкг}/\text{см}^3$; V - объем исследуемого раствора; m - навеска пробы, г; X - массовая доля элемента в пробе, млн^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Аппаратура, реактивы, материалы

1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным вариантом атомизатора и укомплектованный источниками резонансного излучения железа, марганца, цинка, меди, кадмия, свинца, кобальта, никеля и хрома (лампами с полым катодом, без электродными разрядными лампами).

2. Компрессор воздушный, соответствующий требованиям технической инструкции для атомно-абсорбционного спектрофотометра, или сжатый воздух в баллонах.

3. Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТу 2457 в баллонах.

Определение содержания цинка, марганца, кобальта в почве атомно-абсорбционным методом

Метод основан на извлечении соединений элементов из почвы и измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами цинка, марганца, кобальта.

Содержание подвижного цинка, марганца, кобальта в большинстве используемых вытяжек определяют атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен - воздух.

При определении цинка в вытяжке 1 М раствора КС1 из-за высокой концентрации соли нарушается нормальное распыление раствора и горение пламени. Для устранения указанного явления необходимо предварительно разбавить вытяжку, использовать трёхщелевую горелку на атомно-абсорбционном спектрофотометре и учитывать не селективное поглощение с помощью корректора фона.

Методика определения подвижных соединений цинка, извлекаемых из почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с рН 4,8 и последующим атомно-абсорбционным и фотометрическим днтизоновым окончанием утверждена в качестве Государственного стандарта РФ.

Методика определения подвижных соединений марганца, извлекаемых из почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с рН 4,8 (по Крупскому и Александровой), а также 0,1 М раствором 1/2 H_2SO_4 (по Пейве-Ринькису) и последующим атомно-абсорбционным и фотометрическим (с формальдоксимом) окончанием утверждена в качестве Государственного стандарта РФ.

При определении марганца по Крупскому и Александровой из карбонатных почв по стандартизованной методике на каждые 10 см³ почвенной вытяжки, контрольного раствора и растворов сравнения добавляют по 1 капле насыщенного раствора хлористого стронция.

Приготовление насыщенного раствора хлористого стронция - 100 г стронция хлористого шестиводного (по ГОСТ 4140) растворяют при нагревании в 100 см³ дистиллированной воды.

Содержание подвижного кобальта в используемых вытяжках можно определять атомно-абсорбционным методом напрямую в пламени ацетилен - воздух. Однако с целью повышения чувствительности определения и устранения мешающего влияния матрицы предварительно проводят экстракционное концентрирование элемента. Для получения устойчивого комплекса кобальта наиболее часто используют 2-нитрозо-1 -нафтол, экстрагируют соединение *изо*-амиловым эфиром уксусной кислоты и в экстракте проводят определение кобальта атомно-абсорбционным методом.

Методика определения подвижных соединений кобальта, извлекаемых из почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с

pH 4,8 (по Крупскому и Александровой), а также 1 М раствором азотной кислоты (по Пейве-Ринькису) и последующим атомно-абсорбционным и фотометрическим (с нитрозо-Р-солью и с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН) окончанием) утверждена в качестве Государственного стандарта РФ.

В стандартной методике экстракционно-атомно-абсорбционное определение кобальта в вытяжке из почвы по Крупскому и Александровой проводят так же, как и меди.

В вытяжке из почвы по Пейве-Ринькису стандартная методика предусматривает экстракционно-атомно-абсорбционное определение кобальта с использованием 2-нитрозо-1-нафтола.

Ход анализа

25 см³ вытяжки из почвы или стандартного раствора сравнены: помещают в делительную воронку объемом 100 см³, добавляют 25 см³ маскирующего раствора и 2 см³ раствора 2-нитрозо-1-нафтола. После добавления каждого реагента содержимое воронки тщательно перемешивают. Воронку с содержимым оставляют на 1,5 ч. Затем добавляют 5 см³ изоамилацетата и в течение 1 мин энергично встряхивают. После разделения фаз водный нижний слой отбрасывают, а экстракт сливают в пробирку с притертой пробкой.

Реактивы

1. Маскирующий раствор готовят в день проведения анализа. В мерную колбу объемом 1000 см³ помещают 400 см³ 40%-го раствора лимоннокислого натрия, 400 см³ 40%-го раствора уксуснокислого натрия и 40 см⁵ концентрированного раствора перекиси водорода. Объем до метки доводят дистиллированной водой.

2. Стандартные растворы сравнения кобальта с содержанием элемента 0,1-5 мкг в 1 см³. Для приготовления используют ГСО с содержанием кобальта 1 мг/см³ или кобальт сернокислый (ГОСТ 4462);

3. 2-нитрозо-1-нафтол МРТУ 6-09-5829, «ч.д.а.», раствор в дистиллированной воде с массовой долей 0,1 %;

4. Натрий лимоннокислый трехзамещенный (ГОСТ 3161, «ч.д.а.»). раствор в дистиллированной воде с массовой долей 40%;

5. Натрий уксуснокислый (ГОСТ 199, «ч.д.а.»), раствор в дистиллированной воде с массовой долей 40%:

6. Перекись водорода (ГОСТ 10929);
7. Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат) (МРТУ 6-09-2071);
8. Дистиллированная вода.

Аппаратура и материалы.

1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр.
2. Компрессор.
3. Воронки делительные объемом 100 см³ по ГОСТу 25336.
4. Колбы мерные объемом 100, 1000 см³ по ГОСТу 1770.
5. Пипетки объемом 1, 2 и 25 см³ по ГОСТу 20292.
6. Пробирки с притертыми пробками по ГОСТу 1770.
7. Цилиндры мерные объемом 50 и 500 см³ по ГОСТу 1770.

Определение содержания ртути в растениях беспламенным атомно-абсорбционным методом (методом «холодного пара»)

Метод основан на измерении поглощения электромагнитного резонансного излучения свободными атомами ртути. Для получения атомного пара ртути осуществляют разложение пробы растений и переводение её в раствор, восстановление в растворе химически связанной ртути до металлической, перевод её в газовую форму потоком воздуха и продувку этого воздуха с парами ртути через атомизатор (кварцевую трубку). Приводимая ниже методика является модификацией атомно-абсорбционного метода определения ртути с использованием отечественного ртутного анализатора типа «Юлия».

Подготовка почвы при определении валового содержания ртути: навеску 5 г измельченного и высушенного растительного материала помещают в коническую колбу объемом 500 см³. Последовательно приливают 1 см³ этилового спирта, 5 см³ бидистиллированной воды и 5 см³ азотной кислоты. Колбу закрывают маленькой воронкой, содержимое перемешивают и оставляют при комнатной температуре на ночь. Затем осторожно при помешивании пробы по каплям приливают 20 см³ серной кислоты, не допуская бурного выделения окислов азота.

Реактивы

1. 5%-й раствор калия марганцовокислого- 5 г реактива (ГОСТ 20490. «х.ч.») растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до 100 см³.

2. 5%-й раствор калия надсернокислого (персульфата ГОСТ 4146. «ч.д.а.»): 5 г реактива растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до 100 см³

3. Кислота азотная по ГОСТ 11125 «ос.ч.».

4. Кислота серная по ГОСТ 14262 «ос.ч.».

5. Кислота соляная (ГОСТ 14261 «ос.ч.»). 4 М раствор в бидистиллированной воде.

6. Вода бидистиллированная.

Аппаратура и материалы

1. Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТу 24104.

2. Баня водяная лабораторная.

3. Колбы конические объемом 100 см³ по ГОСТу 25336.

4. Колбы мерные объемом 100 см³ по ГОСТу 1770.

5. Цилиндры мерные объемом 5 и 20 см³ по ГОСТу 25336.

6. Воронки лабораторные по ГОСТ) 25336.

7. Стекла часовые.

8. Палочки стеклянные.

9. Фильтры беззольные «синяя лента».

Ход анализа

Аликвоту анализируемого раствора 1-2 см³ помещают в реакционную пробирку (1), добавляют 1 см³ 10%-го раствора двухлористого олова и сразу же вводят в склянку барбатер. Снимают показания иономера. При сильном пенообразовании в реакционную пробирку перед добавлением раствора двухлористого олова вносят одну каплю силиконового вазелинового масла. После окончания измерения помещают барбатер реакционной пробирки в пустую приборную пробирку (2) и продувают газодинамическую систему анализатора до установления показаний стрелки иономера на цифру 100. Перед началом измерения барбатер находится в приборной пробирке (3), заполненной перед началом анализ 5 см³ 5%-го раствора перманганата калия для поглощения отработанно ртути.

Калибровочную шкалу строят для двух диапазонов от 0 до 0.01 мкг и от 0,01 до 0.03 мкг ртути в реакционной пробирке. Для этого в реакционную пробирку вносят поочередно 0; 0,3; 0,5; 0,6; 0,8 и 1,0 см⁵ стандартного раствора сравнения содержащего 0,01 мкг в 1 см³ ртути (0; 0,003; 0,005; 0,006; 0,008; 0,01 мкг в реакционной пробирке), добавляют бидистиллированную воду до объема 2 см³. Затем приливают 1 см³ 10%-го раствора двухлористого олова и сразу же вводят в склянку барбатер. Записывают показания иономера. Для построения калибровочной шкалы с диапазоном 0.01 - 0,03 мкг в реакционную пробирку вносят поочередно 0; 0.10; 0,15; 0,20; 0.25; 0.30 см³ стандартного раствора сравнения, содержащего 0.1 мкг/см³ ртути (0; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мкг в реакционной пробирке). Далее ход анализа такой же, как и для растворов калибровочной шкалы от 0 до 0,01 мкг.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс концентрацию ртути в мкг/V реакционной пробирки, по оси ординат - пропускание, выраженное в % от полной шкалы в диапазоне 4-9 иономера. Оцифровка «0-100» верхней шкалы иономера соответствует диапазону 40 - 90 относительных единиц пропускания интенсивности резонансного излучения ртути.

Содержание ртути в мг/кг почвы рассчитывают по формуле

$$Hg = (C \cdot V_0) / V \cdot m$$

где C - концентрация ртути, найденная по градуировочному графику, мкг/ V; V₀- объем исходной вытяжки (объем раствора разложенной пробы - 100 см³). V₁ - объем аликвоты, см³; m - навеска почвы, г.

Реактивы

1. Основной стандартный раствор ртути с концентрацией 100 мкг/см³; 0.166 г азотнокислой ртути (ГОСТ 4520. «х.ч.») растворяют в бидистиллированной воде в колбе объемом 1000 см³, предварительно добавив 30 см³ концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 11125. «ос.ч.») и несколько кристаллов калия хромовокислого (ГОСТ 4459 «х. ч.»). Раствор хранят в течение 3 месяцев. Или используют ГСО раствора соли ртути;

2. Стандартный раствор с концентрацией ртути 10 мкг/см³; 10 см³ основного стандартного раствора ртути помещают в мерную

колбу объемом 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа;

3. Стандартный раствор с концентрацией ртути 0.1 мкг/см^3 : 5 см^3 раствора концентрацией ртути 10 мкг/см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа;

4. Стандартный раствор с концентрацией ртути 0.01 мкг/см^3 : 10 см^3 раствора с концентрацией $0,1 \text{ мкг/см}^3$ помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа;

5. 10%-й раствор двухлористого олова: 12 г олова двухлористого безводного (ГОСТ 3678, «ч.д.а.») растворяют в 15 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем бидистиллированной водой до 100 см^3 .

6. 5%-й раствор калия марганцовокислого (перманганата калия, ГОСТ 20490, «х.ч.»): 5 г реактива растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до 100 см^3 . Раствор готовят в день проведения анализа.

7. Масло вазелиновое или силиконовое.

8. Вода бидистиллированная.

Аппаратура и материалы.

1. Анализатор ртути «Юлия-2», «Ртуть-101» или любой другой аналогичный анализатор ртути.

2. Иономер или рН-метр (типа ЭВ-74, рН 121).

3. Колбы мерные объемом $100, 500, 1000 \text{ см}^3$ по ГОСТ 1770.

4. Пипетки объемом 1, 2, 5, 10 см^3 по ГОСТу 20292.

5. Цилиндр мерный объемом 50 см^3 по ГОСТу 25336.

1.4. Определение содержания органического вещества по методу Тюрина в модификации ЦИНАО (ГОСТ 26213)

Метод основан на окислении органического вещества раствором двуххромовокислого калия в серной кислоте и последующем определении трехвалентного хрома, эквивалентного содержанию органического вещества, на фотоэлектроколориметре.

Метод не пригоден для проб с массовой долей хлорида более 0,6%

и проб с массовой долей органического вещества более 15%.

Из размолотой почвы или породы отбирают представительную пробу массой 3-5 г для тонкого измельчения. Перед измельчением из пробы удаляют пинцетом видимые невооруженным глазом неразложившиеся корни и растительные остатки. Затем пробу полностью измельчают и пропускают через плетеное сито с отверстиями диаметром 0,25 мм. Для тонкого измельчения используют ступки и измельчительные устройства из фарфора, стали и других твердых материалов.

Ход анализа. Окисление органического вещества. Массу пробы почвы или породы для анализа определяют, исходя из предполагаемого содержания органического вещества:

<i>Массовая доля органического вещества, %</i>	<i>Масса пробы для анализа, мг</i>
до 2	500-700
2-4	250-350
4-7	100-200
более 7	50- 100

Пробы почвы или породы взвешивают с погрешностью не более 1 мг и помещают в пробирки, установленные в штативы. К пробам приливают по 10 см³ хромовой смеси. В каждую пробирку помещают стеклянную палочку и тщательно перемешивают пробу с хромовой смесью. Затем штативы с пробирками опускают в кипящую водяную баню. Уровень воды в бане должен быть на 2-3 см выше уровня хромовой смеси в пробирках. Продолжительность нагревания суспензий - 1 ч с момента закипания воды в бане после погружения в нее пробирок. Содержимое пробирок перемешивают стеклянными палочками через каждые 20 минут. По истечении 1 ч штативы с пробирками помещают в водяную баню с холодной водой. После охлаждения в пробирки приливают по 40 см³ воды. Затем из пробирок вынимают палочки, тщательно перемешивают суспензии барботацией воздуха и оставляют для оседания твердых частиц и полного осветления надосадочной части раствора. Вместо отстаивания допускается проводить фильтрование суспензий через беззольные фильтры (синяя лента).

Приготовление растворов сравнения. В девять пробирок наливают

по 10 см³ хромовой смеси и нагревают их в течение 1 ч в кипящей водяной бане вместе с анализируемыми пробами. После охлаждения в пробирки приливают указанные далее в таблице объемы дистиллированной воды и раствора восстановителя. Растворы тщательно перемешивают барботацией воздуха.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем воды, см ³	40	38	36	32	30	25	20	15	10
Объем раствора восстановителя, см ³	0	2	4	8	10	15	23	25	30
Масса органического вещества в растворе сравнения, мг эквивалентная объему восстановителя									
	0	1,03	2,07	4,14	5,17	7,76	10,3	12,9	15,5

Фотометрирование растворов проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1-2 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 590 нм или используя оранжево-красный светофильтр с максимумом пропускания в области 560 - 600 нм. Растворы в кювету фотоэлектроколориметра переносят осторожно, не взмучивая осадка расчет. Массу органического вещества в анализируемой пробе определяют по градуировочному графику. При построении градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массу органического вещества в миллиграммах, соответствующую объему восстановителя в растворе сравнения, а по оси ординат - соответствующее показание прибора.

Массовую долю органического вещества (X) в процентах вычисляют

$$\text{по уравнению} \quad X = m/m_1 \cdot 100,$$

где m - масса органического вещества в анализируемой пробе, найденная по графику, мг;

m_1 - масса пробы, мг;

100 - коэффициент пересчета в проценты.

Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца для двусторонней доверительной вероятности $P = 0,95$

<i>Массовая доля органического вещества, %</i>	<i>Допускаемые отклонения, %(отн.)</i>
менее 3	20
3-5	15
более 5	10

Аппаратура и материалы:

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Баня водяная.
3. Весы торсионные или другие с погрешностью не более 1 мг.
4. Пробирки стеклянные термостойкие вместимостью 50 см³
5. Штатив для пробирок.
6. Бюретка или дозатор для отмеривания 10 см³ хромовой смеси.
7. Палочки стеклянные длиной 30 см.
8. Цилиндр или дозатор для отмеривания 40 см³ воды.
9. Груша резиновая со стеклянной трубкой или устройство для барботации
10. Бюретка вместимостью 50 см³.
11. Колбы мерные вместимостью 1 дм³.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»

1. Понятие лабораторной посуды
2. Виды лабораторной посуды.
3. Техника отбора растительных образцов.
4. Техника отбора почвенных образцов.
5. Технические средства отбора почвенных образцов.
6. Формы калия в почве
7. Методы определения калия в почве.
8. Что такое макроэлементы.
9. Что такое микроэлементы
10. Определение гумуса. Составные части гумуса
11. Методы определения органического вещества почвы.
12. Значение, принцип и ход анализа определения в почве нитратного азота с помощью ионоселективного электрода.
13. Значение, принцип и ход анализа определения нитрификационной способности почвы по Кравкову в модификации почвенного института им. В.В. Докучаева.
14. Значение, принцип и ход анализа определения содержания аммонийного азота с помощью реактива Несслера.
15. Значение, принцип и ход анализа определения содержания подвижного фосфора в карбонатных почвах по методу Б.П. Мачигина.
16. Значение, принцип и ход анализа определения содержания обменного калия в почве по методу Б.П. Мачигина в модификации ЦИНАО.
17. Значение, принцип и ход анализа потенциометрического определения рН почвы.
18. Значение, принцип и ход анализа определения суммы поглощенных оснований по Каппену-Гильковицу.
19. Значение, принцип и ход анализа определения гумуса почвы по методу Тюринга в модификации ЦИНАО.

ВОПРОСЫ К ЭКЗАМЕНУ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»

Теоретические вопросы

1. Инструментальные методы определения базовых характеристик агрофизического состояния почвы.
2. Методы определения плотности сложения, агрегатного состава, водопропускной структуры.
3. Методы изучения гидрофизических свойств почвы.
4. Методы диагностики переуплотнения почвы. Определение физико-механических свойств почвы.
5. Спектральные методы анализа. Сущность методов.
6. Электрохимические методы анализа. Сущность методов.
7. Хроматографические методы анализа. Сущность методов.
8. Термические методы анализа. Сущность методов.
9. Понятие об аналитических приборах.
10. Типы аналитических приборов.
11. Спектральный анализ.
12. Сущность фотометрии.
13. Использование пламенной фотометрии в агрономических исследованиях. Основные приборы.
14. Атомно-абсорбционный спектральный анализ, сущность метода.
15. Потенциометрия. Сущность потенциометрии.
16. Применение потенциометрических методов в агрономии: диагностика pH, ионов Ca, K, Cl, NO₃.
17. Современные инструментальные методы определения базовых характеристик агрохимического состояния почвы.
18. Классические методы определения кислотности почвы и доступных элементов питания.
19. Определение тяжелых металлов.
20. Биохимические методы исследования растений.
21. Отбор, этикетирование, транспортировка и хранение проб для анализа.

22. Средние пробы культурных растений и подготовка их к анализу – отбор с отдельных растений, мелкоделяночных посевов, крупных делянок.

23. Биологические свойства почвы, их значение для растений и возможность регулирования.

24. Инструментальные методы определения базовых характеристик биологических свойств почвы.

25. Методы определения органического вещества почвы.

26. Методы определения дыхания.

27. Методы определения микробиологической активности.

28. Агрохимическая служба РФ и ее роль в химизации земледелия.

Практико-ориентированные задания

1. Значение, принцип и ход анализа определения в почве нитратного азота с помощью ионоселективного электрода.

2. Значение, принцип и ход анализа определения нитрификационной способности почвы по Кравкову в модификации почвенного института им. В.В. Докучаева.

3. Значение, принцип и ход анализа определения содержания аммонийного азота с помощью реактива Несслера.

4. Значение, принцип и ход анализа определения содержания подвижного фосфора в карбонатных почвах по методу Б.П. Мачигина.

5. Значение, принцип и ход анализа определения содержания обменного калия в почве по методу Б.П. Мачигина в модификации ЦИНАО.

6. Значение, принцип и ход анализа потенциометрического определения рН почвы.

7. Значение, принцип и ход анализа определения суммы поглощенных оснований по Каппену-Гильковицу.

8. Значение, принцип и ход анализа определения гумуса почвы по методу Тюрина в модификации ЦИНАО.

ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА ДОКЛАДОВ, СТАТЕЙ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»

1. Плодородие почвы, его виды. Пути повышения эффективного плодородия.
2. Потенциальное и эффективное плодородие почв. Основные приемы повышения эффективного плодородия почв.
3. Составные части почвы и их роль в питании растений.
4. Емкость поглощения и состав поглощенных катионов почв.
5. Реакция почвенного раствора. Виды кислотности. Роль разных видов кислотности почв в питании растений.
6. Что такое буферность и какова ее роль в питании растений и применении удобрений.
7. Агрофизические, биологические и агрохимические показатели плодородия.
8. Дайте определение нитрификационной способности почвы.
9. Источники поступления и потерь азота из почвы. Усвоение растениями аммиачного и нитратного азота.
10. Круговорот азота в природе. Мероприятия по улучшению азотного баланса в земледелии.
11. От каких факторов зависит скорость нитрификации?
12. Содержание и формы фосфора в почве.
13. Содержание и формы калия в почве.
14. Как определить удобрения, содержащие аммиак?
15. Микроудобрения, их характеристика, особенности применения
16. Основные микроудобрения – свойства и условия эффективного применения.
17. Понятие о комплексных удобрениях. Их экономическое и агротехническое значение.

ПРИМЕРНАЯ ТЕМАТИКА РЕФЕРАТОВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ»

1. Инструментальные методы определение базовых характеристик агрофизического состояния почвы.
2. Методы определения плотности сложения, агрегатного состава, водопропускной структуры.
3. Методы изучения гидрофизических свойств почвы.
4. Методы диагностики переуплотнения почвы. Определение физико-механических свойств почвы.
5. Спектральные методы анализа. Сущность методов.
6. Электрохимические методы анализа. Сущность методов.
7. Хроматографические методы анализа. Сущность методов.
8. Термические методы анализа. Сущность методов.
9. Понятие об аналитических приборах.
10. Типы аналитических приборов.
11. Спектральный анализ.
12. Сущность фотометрии.
13. Использование пламенной фотометрии в агрономических исследованиях. Основные приборы.
14. Атомно-абсорбционный спектральный анализ, сущность метода.
15. Потенциометрия. Сущность потенциометрии.
16. Применение потенциометрических методов в агрономии.
17. Современные инструментальные методы определение базовых характеристик агрохимического состояния почвы.
18. Классические методы определения кислотности почвы и доступных элементов питания.
19. Методы определение тяжелых металлов.
20. Биохимические методы исследования растений.
21. Биологические свойства почвы, их значение для растений.
22. Инструментальные методы определение базовых характеристик биологических свойств почвы.
23. Методы определения органического вещества почвы.
24. Методы определения дыхания.
25. Методы определения микробиологической активности.

26. Агрохимическая служба РФ и ее роль в химизации земледелия.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

а) основная литература:

1. 1. ЭБС "Znanium" Кидин, В. В. Агрохимия : учеб.пособие / В. В. Кидин. - Москва : ИНФРА-М, 2015. - 351 с. - (Гр. УМО). — Режим доступа: <http://znanium.com/bookread2.php?book=465823>

2. ЭБС «Лань»: Ягодин, Б.А. Агрохимия [Электронный ресурс] : учеб. / Б.А. Ягодин, Ю.П. Жуков, В.И. Кобзаренко. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2016. — 584 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/87600>.

3. ЭБС «Лань»: Мамонтов, В.Г. Методы почвенных исследований [Электронный ресурс] : учебник / В.Г. Мамонтов. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2016. — 260 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/76275>.

б) дополнительная литература:

1. 1. ЭБС «Лань»: Семендяева, Н.В. Методы исследования почв и почвенного покрова [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Н.В. Семендяева, А.Н. Мармулев, Н.И. Добротворская. — Электрон. дан. — Новосибирск : НГАУ, 2011. — 202 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/4578>.

2. ЭБ «Труды ученых СтГАУ»: Лабораторный практикум по агрохимии [электронный полный текст] : пособие для студентов вузов по направлению 35.03.04 «Агрономия», профиль «Агрономия», «Защита растений», «Плодоовощеводство» и 35.04.04 «Агрономия» (магистр) / А. Н. Есаулко, В. В. Агеев, А. И. Подколзин, В. Г. Сычев, Ю. И. Гречишкина, О. Ю. Лобанкова, А. А. Беловолова, М. С. Сигида, С. А. Коростылёв, Е. В. Голосной, Н. В. Громова, А. В. Воскобойников, Е. А. Саленко, А. Ю. Ожередова ; СтГАУ. - 4-е изд., перераб. и доп. - Ставрополь, 2017. - 2,20 МБ. - ISBN 5-9596-0148-6.

3. ЭБС «Лань»: Семендяева, Н.В. Инструментальные методы исследования почв и растений [Электронный ресурс] : учебно-методическое пособие / Н.В. Семендяева, Л.П. Галеева, А.Н. Мармулев. — Электрон. дан. — Новосибирск : НГАУ, 2013. — 116 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/44515>.

4. ЭБ "Труды ученых СтГАУ": Агрохимическое обследование и мониторинг почвенного плодородия [электронный полный текст] : учеб. пособие по землеустройству и кадастрам / А. Н. Есаулко, В. В. Агеев, Л. С. Горбатко, А. И. Подколзин, О. Ю. Лобанкова, Ю. И. Гречишкина, В. И. Радченко, О. А. Подколзин, Н. В. Громова, М. С. Сигида, С. А. Коростылев, Е. В. Голосной, С. В. Динякова, Е. А. Устименко, А. Ю.

Фурсова, А. В. Воскобойников ; СтГАУ. - Ставрополь : АГРУС, 2013. - 2,21 МБ.

5. Агрехимическое обследование и мониторинг почвенного плодородия : учеб. пособие для студентов вузов / А. Н. Есаулко [и др.] ; СтГАУ. - Ставрополь : АГРУС, 2013. - 352 с. - (Гр. УМО).(предыдущие издания)

6. Агеев, В. В. Агрехимия (Южно-Российский аспект) : учебник для студентов вузов по агрех. специальностям. Т. 1 : Питание растений. Свойства почвы в связи с питанием растений и применением удобрений / под ред. В. В. Агеева. - Ставрополь : СтГАУ, 2005. - 488 с. : ил. - (Гр. МСХ РФ).

7. Агеев, В. В. Агрехимия (Южно-Российский аспект) : учебник для студентов вузов по агрех. специальностям. Т. 2 : Удобрения. Системы удобрения. Экология / под ред. В. В. Агеева. - Ставрополь : СтГАУ, 2006. - 480 с. : ил. - (Гр. МСХ РФ).

8. Ягодин, Б. А. Агрехимия : учебник для вузов / под ред. Б. А. Ягодина. - М. : Колос, 2002. - 584 с.: ил.

9. Муравин, Э. А. Агрехимия : учебник для бакалавров по направлению "Агрехимия" / Э. А. Муравин, Л. В. Ромодина, В. А. Литвинский. - Москва : Академия, 2014. - 304 с. - (Высшее образование. Бакалавриат. Гр. УМО).

10. Юдин, Ф. А. Методика агрехимических исследований : учеб. пособие для высш. с.-х. учеб. заведений. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Колос, 1980. - 366 с. : ил. - (Учебники и учеб. пособия для высш. с.-х. учеб. заведений).

11. Минеев, В. Г. . Агрехимия : учебник для вузов по направлению 510700 "Почвоведение" и специальности 013000 "Почвоведение". - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Изд-во МГУ; КолосС, 2004. - 720 с. : ил. - (Классический университетский учебник. Гр.).

12. Плодородие (периодическое издание)

13. Агрехимия (периодическое издание)


14. Проблемы агрехимии и экологии (периодическое издание)

15. Электронная библиотека диссертаций Российской государственной библиотеки <http://elibrary.rsl.ru/>

16. Международная реферативная база данных WebofScience. <http://wokinfo.com/russian/>

17. Международная реферативная база данных SCOPUS. <http://www.scopus.com/>

18. Международная база данных ProQuest AGRICULTURAL AND ENVIRONMENTAL SCIENCE DATABASE <https://search.proquest.com/agricenvironm/>



ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ