

М. Г. Баннов

Определение фосфора в хвое древесных пород по методу Дениже в модификации Мещерякова

(Сибирский технологический институт)

За последние годы в нашей стране стали уделять большое внимание удобрению леса. Одним из методов определения потребности древесных пород в удобрениях может быть диагностика питания растений по химическому анализу листьев.

Многие исследователи при определении фосфора в растениях, с целью диагностики потребности их в элементах питания, широко используют колориметрический метод, основанный на образовании фосфорно-молибденовой сини (метод Дениже).

В настоящее время разработано большое количество модификаций колориметрического определения фосфорной кислоты по образованию молибденовой сини. Существенным недостатком многих способов определения фосфора является появление в растворах мути, изменение интенсивности синей окраски, поэтому многие авторы (Труог и Мейер, 1929*; Ш. Р. Цинцадзе, 1931; В. Т. Куркаев, 1959) рекомендуют заканчивать колориметрирование не позднее чем через 10—15 минут после добавления хлористого олова. Эта особенность усложняет работу при массовых анализах. А. М. Мещеряков [2] в своей модификации устранил эти недостатки путем применения комбинированного восстановителя (тиомочевина и хлористое олово). Окрашенные растворы после прибавления хлористого олова сохраняются без изменения интенсивности окраски и без помутнения в течение 6—8 часов, что является очень удобным для проведения массовых анализов. В связи с тем, что этот способ не был ранее

* Цитирую по Д. М. Хейфец, 1960.

проверен на определение общего фосфора в хвое древесных пород с целью диагностирования потребности растений в элементах питания, мы осенью 1966 года провели проверку этого метода на стойкость соединения фосфорно-молибденовой сини, а также на его воспроизводимость и точность. Объектом исследования была хвоя лиственницы сибирской, сосны, кедра сибирского.

Ход анализа: озоление проводили по способу В. В. Пиневича [3], который считаем наиболее подходящим для проведения валового анализа хвои древесных пород, благодаря его простоте, удобству и быстрой выполнению. Навеску 100 мг размолотой, воздушно-сухой хвои помещали в колбу Кьельдаля емкостью 50 мл, заливали 2 мл H_2SO_4 (уд. вес 1,84) и сразу же прибавляли 1 мл 30-процентной H_2O_2 . После этого колбы с навесками ставили в десятигнездный колбонагреватель. Если через 15—20 минут происходило помутнение содержимого колбы, в остывшие колбы вновь добавляли 1—2 капли H_2O_2 и нагревали, повторяя до тех пор, пока содержимое колб не обесцветится. Этот способ позволяет произвести озоление 20 образцов на десятигнездном колбонагревателе за 1—1,5 часа.

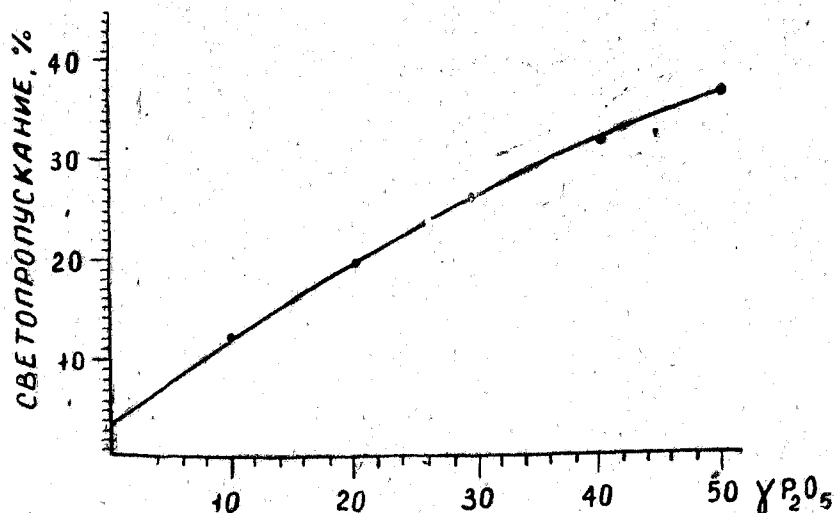


Рис. 1.

Обесцвеченная и охлажденная смесь из колб переливалась в мерные колбы объемом 100 мл и доводилась дистиллированной водой до метки. Из полученного раствора (ис-

ходная проба) брали 3—5 мл (в зависимости от количества P_2O_5) и переносили в мерные колбы объемом 100 мл, затем к нейтрализованному (по альфа-динитрофенолу) анализируемому раствору приливали по 4 мл молибденового реактива (реактив 1), 2 мл тиомочевины (реактив 2) и дистиллированной воды до 80—90 мл. После тщательного перемешивания в анализируемый раствор прибавляли 1 мл хлористого олова (реактив 3) и доводили дистиллированной водой до метки. После этого производили колориметрирование на фотоколориметре Ланге в 100 мл-вых кюветах с желтым фильтром. Количество фосфора определяли по калибровочной кривой (рис. 1), которая строилась на основе образцовых растворов, приготовленных из однозамещенного фосфорнокислого калия из расчета от 10 γ до 50 γ P_2O_5 в 100 мл.

Для определения стойкости молибденовой сини при определении P_2O_5 в хвое древесных пород была приготовлена одна проба, из которой были взяты исходные вытяжки объемом по 3—6—9 мл в 3-кратной повторности и через определенные промежутки времени (от 5 минут до 6 часов) после прибавления хлористого олова их колориметрировали. Результаты анализов приведены в таблице 1.

Таблица 1
Изменение интенсивности окраски соединения «фосфорно-молибденовой сини» при определении P_2O_5 в хвое древесных пород в 1966 г. по методу Дениже в модификации Мещерякова)

Исходная вы- тяжка в мл	Время между добавлением хлористого олова и колориметрированием, мин.									$(M \pm m)^*$	Отклонение от среднего, %	
	5	10	20	30	60	120	180	240	300			360
	Отсчеты по фотоколориметру											
3,0	9,0	10,1	11,2	11,7	12,7	11,8	11,7	12,3	11,8	11,8	11,9±0,16	1,30
6,0	18,0	18,0	21,1	21,0	21,2	20,7	20,2	20,3	20,3	20,4	20,7±0,15	0,75
9,0	27,0	27,7	29,6	29,7	29,3	28,4	27,4	28,3	28,0	28,0	28,6±0,37	1,30

Из таблицы 1 видно, что интенсивность окраски молибденовой сини после прибавления хлористого олова возрастает в течение 20 минут и затем устанавливается стабильная интенсивность окраски на протяжении всего исследуемого времени (6 часов). Отклонение от среднего не превышало 1,5%, т. е. оно лежит в пределах точности работы прибора. Поэтому можно считать, что колориметрирование дает достаточ-

* Средние отсчеты колориметра вычислялись, начиная с 20-минутного интервала.

но точные результаты, если оно проводится в течение 6 часов, начиная с 20 минут после прибавления хлористого олова.

С целью определения воспроизводимости данного метода по определению P_2O_5 в хвое древесных пород нами была проанализирована хвоя сосны обыкновенной в 10-кратной повторности в трех вариантах: 1) в исходной вытяжке; 2) в исходной вытяжке + $6 \gamma P_2O_5$; 3) в исходной вытяжке + $6 \gamma P_2O_5$ (таблица 2).

Таблица 2 показывает, что отклонение от среднего во всех трех вариантах не превышает $0,4 \gamma P_2O_5$ в 100 мл раствора, а максимальное относительное отклонение не выше 1,47%, то есть воспроизводимость данного метода при определении P_2O_5 в хвое сосны обыкновенной достаточна.

В другом опыте были проанализированы в 10-кратной повторности пробы хвои сосны обыкновенной, кедра сибирского и лиственницы сибирской в исходных растворах и с дополнительным внесением P_2O_5 в количестве 2 мг и 3,33 мг в каждую повторность пробы из расчета на 1 г хвои.

Результаты анализов даны в таблице 3.

Из таблицы № 3 видно, что среднее отклонение в исходных пробах составляет 1,57%, максимальное — 2,09. В пробах с дополнительным насыщением исходных растворов P_2O_5 в количестве — 2 мг между расчетным содержанием фосфора и фактически обнаруженным средние относительные отклонения составляют — 1,80%, а максимальные — 2,7% — при дополнительном насыщении P_2O_5 в количестве 3,33 мг среднее относительное отклонение — 3,4%, максимальное — 4,7%. Приведенные данные показывают, что точность данного метода при разных условиях насыщения анализируемого материала фосфором достаточно высокая.

Реактивы: 1) серная кислота, уд. вес 1,84; 2) перекись водорода 30%; 3) молибденовый реактив. Окись молибдена 3,762 г растворяется в 75 мл H_2SO_4 , уд. вес 1,785, при слабом кипении. Остывший раствор переливают в мерную колбу объемом 500 мл с 300 мл дистиллированной воды, охлаждают и доводят до черты; 4) тиомочевина 5% водного раствора; 5) хлористое олово 0,25 г растворяют в 4 мл конц. HCl на водяной бане. К раствору прибавляют 4 мл H_2O ; 6) стандартный раствор готовят из перекристаллизованного KH_2PO_4 из расчета 0,002 мг P_2O_5 в 1 мл.

Выводы

1. Воспроизводимость и точность метода Дениже в модификации Мещерякова достаточно высока для проведения колориметрического определения фосфора в хвое древесных пород с целью диагностики потребности растений в элементах питания.

2. При определении общего фосфора в хвое древесных пород по указанному методу достаточно точные результаты получаются при колориметрировании в течение 6 часов, начиная с 20 минут после прибавления хлористого олова.

ЛИТЕРАТУРА

1. Куркаев В. Т. Ускоренное определение азота, фосфора и калия в растениях из одной навески. «Почвоведение», 1959, № 9.
2. Мещеряков А. М. Применение тиомочевины для колориметрического определения фосфорной кислоты. «Почвоведение», 1956, № 3.
3. Пиневич В. В. Определение азота и фосфора в растительном материале из одной навески. Докл. ВАСХНИЛ, вып. 1, 1955.
4. Цицалдзе Ш. Р. Колориметрический метод определения фосфорной и мышьяковой кислоты (применительно к почвенным вытяжкам, удобрениям и пр.). «Удобрения и урожай», 1931, № 9.
5. Хейфец Д. М. Определение фосфора в почве. «Агрохимические методы исследования почв». М., 1960.