УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ ДЛЯ ВЫСШИХ

СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**Л. Н. АЛЕКСАНДРОВА, О. А. НАЙДЕНОВА**

**ЛАБОРАТОРНО-ПРАКТИЧЕСКИЕ**

**ЗАНЯТИЯ ПО ПОЧВОВЕДЕНИЮ**

Издание 3-е, переработанное и дополненное

Допущено Главным управлением

выс­шего и среднего сельскохозяйственного

образования Министерства сельского

хо­зяйства СССР в качестве учебного пособия

для студентов агрономических факультетов

сельскохозяйственных вузов

ЛЕНИНГРАД «КОЛОС»

ЛЕНИНГРАДСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ • 1976

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ** МnО **ПЕРСУЛЬФАТНЫМ**

**КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Метод основан на окислении Мп2+ персульфатом аммония или калия в присутствии серебра до МnО - 4, об­разующего окрашенный раствор:

2Мn2+ + 5S2O2 -8 + 8Н2O = 2МnО4 + 10SO2 --4+ 16Н+.

В дальнейшем определение ведется колориметриче­ским путем сравнения со стандартными растворами. Окисление марганца хорошо идет в сернокислой или азотнокислой среде. В солянокислом растворе происхо­дит восстановление Мn04 до Мn2+. Поэтому НС1 пред­варительно удаляют выпариванием.

Для определения МnО берут 25—50 мл фильтрата от Si02, помещают в фарфоровую чашечку и выпари­вают на водяной бане досуха. Сухой остаток смачивают концентрированной азотной кислотой и вновь выпари­вают досуха, повторяя эту обработку кислотой 2—3 раза. Затем растворяют сухой остаток 20 мл горячей дистил­лированной воды, добавляют 1 мл Н3Р04 с плотностью 1,7 (фосфорная кислота препятствует образованию осад­ка Мn02. Н20) и 1 мл 1- или 0,5%-ного раствора AgN03 (катализатор), тщательно перемешивают и ставят на во­дяную баню на 20—30 мин. Если наблюдается выпаде­ние осадка AgCl (от следов С1), раствор фильтруют че­рез плотный фильтр, промывают фильтр 2—3 раза го­рячим 5%-ным раствором H2S04 так, чтобы общий объем фильтрата не превышал 30—40 мл. Затем к ана­лизируемому раствору добавляют около 1 г персуль­фата калия (или аммония), перемешивают и нагревают до первого пузырька, при этом появляется фиолетовое окрашивание раствора за счет иона МnО4. Вновь добавляют некоторое количество персульфата, следя за интенсивностью окраски раствора. Персульфат добав­ляют до тех пор, пока интенсивность фиолетовой окрас­ки раствора не перестанет увеличиваться. Если появ­ляется красно-фиолетовая окраска раствора, в последний добавляют несколько капель H2SO4 (плотность 1,84) до изменения окраски в фиолетовую. Окрашенный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу на 50 или 100 мл, доводят до метки 5%-ной H2S04 (или дистилли­рованной водой) и колориметрируют на визуальном ко­лориметре или фотоколориметре.

Содержание МnО в процентах на сухую почву вы­числяют по формуле

*x= аV-К\_\_\_*

 *bc*.1000 '

где *а* — содержание Мn в испытуемом растворе, най­денное при колориметрировании, мг;

*V* — общий объем фильтрата, мл;

*b* — объем фильтрата, взятый для анализа, мл;

100 —коэффициент для пересчета на 100 г почвы;

*К* — коэффициент пересчета на сухую почву;

1000 — коэффициент перевода миллиграммов МnО в граммы;

*с* — навеска почвы, г.

Реактивы. 1. HNO3 (плотность 1,4).

1. 10%-ный раствор H2S04.
2. 5%-ный раствор H2S04.
3. Н3РО4 (плотность 1,7).
4. 1%-ный или 0,5%-ный раствор AgN03.
5. Персульфат аммония (NH4)2S20s чистый для анализа кри­сталлический. Следует хранить в банке с притертой пробкой, в сухом месте.
6. Образцовый раствор МnО — 0,2228 г химически чистого КМn04 растворяют в 150—200 мл 5%-ной H2S04. Восстанавливают Мn04 до МnО, добавляя несколько капель Na2S, тщательно размешивая после каждой капли. Восстановление заканчивается при полном обесцвечивании раствора. Бесцветный раствор кипятят несколько минут до отсутствия запаха H2S, охлаждают, помещают в мерную колбу на 1 л, доводя до метки' 5%-ной H2S04. Раствор содержит 0,1 мг МnО в 1 мл. Перед колориметрированием из этого раствора готовят серию стандартных растворов.

8. Серия стандартных растворов для колориметрирования: из образцового раствора бюреткой отмеряют в химические стаканы вместимостью 100—150 мл следующие количества:

№ стакана 1234 56 789 10

Количество образцового

раствора, мл 1 2 3 5 7,5 10 12,5 15,0 17,5 20

Содержание МnО в 100 мл,

мг 0,1 0,2 0,3 0,5 0,75 1,0 1,25 1,5 1,75 2,00

В каждый стакан приливают по 50 мл дистиллированной воды и по 1 мл Н3РО4 (плотность 1,7), а затем по 1 мл AgNO3 и по 1 г сухого персульфата, содержимое тщательно перемешивают и на­гревают до кипения. После 2—3-минутного охлаждения добавляют еще персульфат до устойчивой фиолетовой окраски при нагревании. Затем окрашенные растворы охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерные колбы вместимостью 100 мл, доводят 5%- ным раствором H2S04 до метки и используют для колориметриро­вания.