

Тема 8.1 Определение удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки почвы – 6 ч.

Изучите ГОСТ 26423-85. Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки и методику «Определение удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки почвы».

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
 - 3.1. Приготовить раствор хлористого калия концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) – 100 см³ (расчеты)
 - 3.2. Определить коэффициента поправки при $t = 23^{\circ}\text{C}$
4. Обработка результатов

Источники:

1. ГОСТ 26423-85. Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки
2. Методика в соответствии с ГОСТ 26423-85. Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки

Методика для проведения лабораторного занятия «Определение удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки почвы» (методика в соответствии с ГОСТ 26423-85. Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки)

1. Сущность метода

Сущность метода заключается в извлечении водорастворимых солей из почвы дистиллированной водой при отношении почвы к воде 1:5 и определении удельной электрической проводимости водной вытяжки с помощью кондуктометра и рН с помощью рН-метра.

2. Оборудование, реактивы

- кондуктометр с диапазоном измерений 0,01-100 мСм/см и погрешностью измерений не более 5%;
- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г
- ротатор с оборотом на 360°, или пропеллерная мешалка
- рН-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 рН с электродами

- колбы конические вместимостью 250, 500 см³ по ГОСТ 25336-82
- воронки стеклянные по ГОСТ 25336-82
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74
- пипетки 2-го класса точности
- стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336-82
- чашки фарфоровые диаметром 7 см³
- термометр лабораторный с диапазоном измерений 15-30 °С и ценой делений 1°
- термостат с автоматической регулировкой, обеспечивающий температуру нагревания 105 °С или электрическая плитка
- баня водяная
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76
- калий хлористый по ГОСТ 4234-77, х.ч.
- стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда по ГОСТ 8.135-2004
- вода, дистиллированная по ГОСТ 6709-72 с удельной электрической проводимостью не более $5 \cdot 10^{-6}$ См/см

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление раствора хлористого калия концентрации с (KCl) 0,01 моль/дм³ (0,01 н.)

0,746 г хлористого калия взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

3.2. Определение константы кондуктометрической ячейки (датчика)

Датчик кондуктометра погружают в раствор хлористого калия концентрации 0,01 моль/дм³ и определяют электрическую проводимость.

Константу датчика (C), см⁻¹, вычисляют по формуле

$$C = \frac{1,411}{a \cdot k}$$

где 1,411 - удельная электрическая проводимость раствора хлористого калия концентрации 0,01 моль/дм³ при 25 °С, мСм/см;

a - измеренная электрическая проводимость раствора хлористого калия концентрации 0,01 моль/дм³, мСм;

k - коэффициент поправки для приведения электрической проводимости, измеренной при данной температуре, к 25 °С.

Если прибор имеет температурный компенсатор, $k = 1$. При отсутствии температурного компенсатора определяют температуру раствора хлористого калия с помощью лабораторного термометра и находят значение коэффициента по таблице

°С	20	21	22	23	24	25	26	27
k	1,118	1,092	1,067	1,044	1,021	1,000	0,979	0,960

4. Проведение анализа

4.1. Приготовление водной вытяжки из почвы

Пробы почвы массой 30 г, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, помещают в конические колбы на 500 см³. К пробам приливают цилиндром по 150 см³ дистиллированной воды. Почву с водой перемешивают в течение 3 мин на ротаторе или с помощью пропеллерной мешалки и оставляют на 5 мин для отстаивания.

4.2. Определение электрической проводимости

После 5-минутного отстаивания в суспензию погружают датчик кондуктометра и определяют электрическую проводимость. После каждого определения датчик тщательно промывают дистиллированной водой. Если прибор не имеет автоматического температурного компенсатора, определяют температуру анализируемых вытяжек или дистиллированной воды, находящейся в тех же условиях.

4.3. Измерение pH

Часть почвенной суспензии, полученной по п.4.1, объемом 20 см³ сливают в химический стакан вместимостью 50 см³ и используют для измерения pH.

Настройку pH-метра проводят по трем буферным растворам с pH 4,01, 6,86 и 9,18, приготовленным из стандарт-титров. Показания прибора считывают не ранее чем через 1,5 мин после погружения электродов в измеряемую среду, после прекращения дрейфа измерительного прибора. Во время работы настройку прибора периодически проверяют по буферному раствору с pH 6,86.

4.4. Фильтрация суспензий

В воронки помещают двойные складчатые фильтры. Край фильтра должен быть расположен на 0,5-1 см ниже края воронки. В начале фильтрации необходимо перенести на фильтр возможно большее количество почвы.

Струю суспензии направляют на боковую стенку воронки, чтобы не порвать фильтр. Первую порцию фильтрата объемом до 10 см³ отбрасывают и только затем начинают собирать фильтрат в чистый сухой приемник. Мутные фильтраты перефильтровывают.

Если почва имеет щелочную реакцию и содержит мало растворимых солей, для ускорения фильтрации и получения прозрачного фильтрата используют целлюлозную массу. Для ее приготовления фильтровальную бумагу измельчают, помещают в термостойкий стеклянный или фарфоровый стакан и наливают дистиллированную воду в таком объеме, чтобы бумагу можно было перемешивать стеклянной палочкой. Стакан с размокшей бумагой кипятят при постоянном помешивании до получения однородной массы. Горячей целлюлозной массой запаривают двойные фильтры,

вложенные в воронки. После того как стечет вода, фильтры высушивают в термостате при температуре 50 °С или на воздухе и используют для фильтрования. По окончании фильтрования фильтраты тщательно перемешивают круговыми движениями и используют для определения катионно-анионного состава водной вытяжки. Анализ начинают с определения ионов карбоната и бикарбоната.

4.5. Определение плотного остатка вытяжки

Отбирают пипеткой 25 см³ фильтрата, помещают в высушенную и взвешенную с погрешностью не более 0,001 г фарфоровую чашку и ставят на водяную баню для выпаривания фильтрата. По окончании выпаривания чашку помещают в термостат, выдерживают в нем в течение 3 ч при температуре 105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

5. Обработка результатов

5.1. За результат анализа принимают значение единичного определения.

Удельную электрическую проводимость анализируемой вытяжки (X), мСм/см, вычисляют по формуле

$$X = a \cdot C \cdot k$$

где

a - измеренная электрическая проводимость вытяжки, мСм;

C - константа кондуктометрической ячейки (датчика), см⁻¹;

k - коэффициент температурной поправки для приведения электрической проводимости, измеренной при данной температуре, к 25 °С, найденный по таблице.

5.2. Массовую долю плотного остатка водной вытяжки в анализируемой почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 500}{25}$$

где

m - масса чашки с остатком, г;

m_1 - масса пустой чашки, г;

500 - коэффициент пересчета в проценты;

25 - объем пробы вытяжки, см³.

5.3. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P = 0,95$ от среднеарифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют:

11% - при определении удельной электрической проводимости до 0,3 мСм/см; 7% - св. 0,3 мСм/см;

30% - при массовой доле плотного остатка св. 0,1 до 0,3%; 10% - св. 0,3 до 1,0%; 7% - св. 1,0%;

0,2 единицы рН - при измерении рН.

