

## Augsnes agroķīmisko analīžu metodes

### I. Organisko vielu saturs noteikšana (1. metode)

#### 1. Darbības sfēra.

Šī metode lietojama organisko vielu saturs noteikšanai augsnē, veicot to diagnostiku un augšņu agroķīmisko izpēti.

#### 2. Normatīvās atsauces.

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

#### 3. Princips.

3.1. Augsnē, kurā organisko vielu saturs ir līdz 15 %, organisko vielu saturu nosaka, oksidējot augsni ar kālija dihromāta ( $K_2Cr_2O_7$ ) šķīdumu sērskābē un izveidojušos trīsvērtīgo hromu, kas ir ekvivalents organisko vielu daudzumam, nosaka fotometriski.

3.2. Augsnē, kurā organisko vielu saturs lielāks par 15 %, organisko vielu saturu nosaka, dedzinot augsni mufelkrāsni temperatūrā  $525 \pm 25$  °C.

#### 4. Aparatūra.

4.1. Spektrofotometrs vai fotometrs.

4.2. Ūdens vanna.

4.3. Mufelkrāsns.

4.4. Svāri.

4.5. Maisītājs.

#### 5. Trauki un materiāli.

5.1. Dozators, 40 mL vai mērcilindrs, 50 mL.

5.2. Automātiskā birete.

5.3. Statīvi ar mēģenēm.

5.4. Mērkolbas, 1000 mL.

5.5. Biretes, 25, 100 mL.

5.6. Stikla nūjiņas.

#### 6. Reaģenti.

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

6.1. Dejonizēts ūdens.

6.2. Koncentrēta sērskābe ( $H_2SO_4$ ).

6.3. Mora sāls ( $FeSO_4 \cdot x(NH_4)_2SO_4 \cdot x6H_2O$ ) vai dzelzs sulfāts ( $FeSO_4 \cdot x7H_2O$ ).

6.4. Kālija dihromāts ( $K_2Cr_2O_7$ ).

6.5. Kālija permanganāts ( $KMnO_4$ ), standartviela.

#### 7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana.

7.1. Kālija dihromāta sērskābes šķīduma sagatavošana.

40 g  $K_2Cr_2O_7$  izšķīdina dejonizētā ūdenī, atšķaida līdz 1000 mL un ielej 3 L tilpuma termoizturīgā kolbā. Šķīdumam lēni nelielām porcijām maisot pielej 1000 mL sērskābes.

#### 7.2. Standartšķīduma sagatavošana.

40.2 g Mora sāls [ $FeSO_4 \cdot x(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ ] vai 28,0 g  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  izšķīdina 700 mL 0,5 M  $H_2SO_4$ . Šķīdumu filtrē (caur filtrpapīru) mērkolbā, atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 1000 mL. Sagatavotā šķīduma koncentrāciju nosaka, titrējot ar 0,05 M  $KMnO_4$ . Standartšķīdumu lieto fotometra kalibrēšanai.

#### 8. Darba gaita.

8.1. Organisko vielu saturs noteikšana augsnē, ja to saturs ir līdz 15 %.

8.1.1. Augsnes iesvaru analīzei ņem atkarībā no prognozējamā organisko vielu saturs augsnē (nosaka vizuāli).

8.1.1.1. 100 mg - ja organisko vielu saturs lielāks par 7 %.

8.1.1.2. 200 mg - ja organisko vielu saturs mazāks par 7 %.

8.1.2. Statīvos ievietotās mēģenēs ieber iesvaru. Mēģenēs ar augsni un deviņās tukšās mēģenēs, kas nepieciešamas darba standartšķīduma sagatavošanai, ielej 10 mL  $K_2Cr_2O_7$  sērskābes šķīduma. Ievieto stikla nūjiņas un samaisa. Statīvus ar mēģenēm ieliek vārošā ūdens vannā un tur vienu stundu, sākot no brīža, kad ūdens atkal ir uzvārījies. Vārīšanas laikā ik pēc 20 minūtēm mēģeņu saturu samaisa. Pēc stundas statīvus ar mēģenēm no vannas izņem un ievieto vannā ar aukstu ūdeni. Pēc atdzesēšanas mēģenēs ar augsnes paraugiem pielej 40 mL dejonizēta ūdens, bet mēģenēs, kas nepieciešamas darba standartšķīdumu sagatavošanai tabulā norādītos standartšķīduma 7.2. daudzumus.

**Tabula: Darba standartšķīdumu sagatavošanai nepieciešamie šķīdumu daudzumi un tiem atbilstošā organisko vielu masa**

Dejoni zēta ūdens tilpums (mL)	Standartšķīduma tilpums (mL)	Organisko vielu masa (mg)
40	0	0
38	2	1.03
36	4	2.07
32	8	4.14
30	10	5.17
25	15	7.76
20	20	10.3
15	25	0
10	30	12.9
		0
		15.5
		0

8.1.3. Ar maisīšanas ierīci šķīdumus samaisa. Atstāj līdz nākamajai dienai, lai augsnes daļiņas nogulsnējas. Tad fotometrē pie viļņa garuma 590 nm vai arī lieto oranži sarkano gaismas filtru ar maksimālo caurlaidību apgabalā 560-600 nm. Šķīdumus uzmanīgi pārnes kivetēs, tos nesadulķojot. Analīzes pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši kārtībai.

8.2. Organisko vielu saturs noteikšana augsnē, ja to saturs lielāks par 15 %.

Tīģelī iesver 2-5 g augsnes. Dedzina mufelkrāsnī vienu stundu  $525 \pm 25$  °C temperatūrā. Atdzesē. Sver. Atkārtoti dedzina līdz patstāvīgam svaram.

9. Rezultātu izteikšana.

9.1. Rezultātu izteikšana augsnēm ar organisko vielu saturu līdz 15 %.

9.1.1. Organisko vielu saturu (x), kas izteikts procentos analizējamā paraugā aprēķina pēc formulas:

$$x = \frac{A}{m} \cdot 100$$

A - organisko vielu saturs paraugā, kuru atrod tabulā, kas sastādīta pēc standartvielas grafika (mg);

M - analizējamā parauga masa (mg);

100 - koeficients pārrēķināšanai procentos.

9.1.2. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu organisko vielu saturu, izteiktu procentos. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti. Pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā 15 % pie organisko vielu saturs līdz 5 %, 7 % pie organisko vielu saturs virs 5 %.

9.2. Rezultātu izteikšana augsnēm ar organisko vielu saturu lielāku par 15 %.

9.2.1. Organisko vielu saturu (x), kas izteikts procentos, analizējamā paraugā aprēķina pēc formulas:

$$x = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

m - analizējamā parauga masa (mg);

$m_1$  - pelnu saturs analizējamā paraugā (mg);

100 - koeficients pārrēķināšanai procentos.

9.2.2. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu organisko vielu saturu, kas izteikts procentos. 5 % paraugu analīzi atkārtoti. Pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 10 %.

## II. Augsnes reakcijas pH noteikšana (2. metode)

1. Darbības sfēra.

Šī metode nosaka augsnes izvilkuma sagatavošanu un tās pH noteikšanu, veicot augsnes diagnostiku un agroķīmisko izpēti.

2. Normatīvās atsauces.

2.1. Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

2.2. LVS ISO 10390 Augsnes kvalitāte. pH noteikšana.

### 3. Princips

Augsnes reakciju pH nosaka potenciometriski 1 M KCl suspensijā, augsnes un šķīduma tilpumu attiecība ir 1 : 5.

### 4. Aparatūra un trauki.

- 4.1. pH-metrs ar kombinēto elektrodu.
- 4.2. Mērs - dozators (vismaz ar 5.0 mL tilpumu).
- 4.3. Pusautomātiskais daudzpozīciju dozators.
- 4.4. Paraugu disks ar iemontētiem traukiem.

### 5. Reāģenti.

(Lieto reāģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).

- 5.1. Dejonizēts ūdens.
- 5.2. Kālija hlorīds, 1 M KCl šķīdums.

### 6. Šķīdumi:

#### 6.1. 1 M KCl;

746,0 g KCl izšķīdina dejonizētā ūdenī, kura pH vērtība ir lielāka par 5,6, un atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 10 L.

#### 6.2. Standarta buferšķīdumi ar pH 4,01 un 7,00.

### 7. Darba gaita.

7.1. Analizējamo augsni iemēra ar mēru dozatoru un ieber paraugu diska attiecīgajā trauciņā. Kad trauciņi piepildīti, paraugu disku novieto zem dozatora un visus paraugus vienlaicīgi aplej ar 1 M KCl šķīdumu. Gaida 2 stundas. Pēc tam paraugu disku ievieto automātiskajā paraugu padevējā. Augsni ar šķīdumu maisa 40 sekundes.

7.2. pH aparātu iepriekš ieregulē mērīšanai ar standarta buferšķīdumiem pH 4,01 un 7,00. Mērījumu pareizību pārbauda ar kontrolaugsnēm.

### 8. Rezultātu izteikšana.

Rezultātus pieraksta ar precizitāti līdz 0,1 pH vienībai. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu pH lielumu. 5 % paraugu analīzi atkārt.

Prasības pH mērījumu atkārtojamībai tabulā.

**Tabula. Atkārtojamība**

pH intervāls	Pieļaujamā novirze
pH ≤ 7,00	
7,00 < pH < 7,50	0,15
7,50 ≤ pH ≤ 8,00	0,20
pH ≤ 8,00	0,30
pH > 8,00	0,40

### III. Kustīgā fosfora un kālija satura noteikšana ar Egnera - Rīma (DL) metodi (3. metode)

#### 1. Darbības sfēra.

Šī metode lietojama kustīgā fosfora un kālija satura noteikšanai augsnēs, veicot to agroķīmisko izpēti.

#### 2. Normatīvās atsauces.

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

#### 3. Princips

Kustīgo fosforu un kāliju no augsnes ekstrahē ar 0,02 M kalcija laktāta šķīdumu, kurš buferēts ar 5 M HCl šķīdumu līdz pH 3,5 – 3,7, augsnes un šķīduma attiecība 1 : 50. Fosfora daudzumu izvilcumā nosaka fosformolibdēnzilā kompleksa veidā fotometriski, kālija daudzumu- ar liesmas fotometru.

#### 4. Aparatūra.

4.1. Mikroplašu nolasītājs.

4.2. Iekārta izvilcumu dozēšanai.

4.3. Iekārta reaģentu dozēšanai.

4.4. Termostats – mikroplašu kratītājs.

4.5. Liesmas fotometrs.

4.6. pH-metrs.

4.7. Rotators ekstrahēšanai ar 30-35 apgriezieniem minūtē 45° leņķī.

4.8. Svari.

4.9. Dozators (desmitpozīciju).

4.10. Žāvēšanas skapis.

#### 5. Trauki, materiāli.

5.1. 10-pozīciju plastmasas kasetes un filtrpiltuves.

5.2. Mērkolbas, 100, 250, 1000 mL.

5.3. Filtrpapīrs.

5.4. Megabloki.

5.5. Mikroplates.

5.6. Stikla vai plastmasas balons.

#### 6. Reaģenti.

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

6.1. Dejonizēts ūdens.

6.2. Amonija molibdāts ((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> x 4H<sub>2</sub>O).

6.3. Askorbīnskābe (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>).

6.4. Kālija- antimonila tartrāts (K(SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>).

6.5. Kalcija laktāts (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>CaO<sub>6</sub> x 5H<sub>2</sub>O).

6.6. Sērskābe (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

6.7. Hlorūdeņražskābe (HCl);

6.8. Kālija dihidrogēnfosfāts (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>).

6.9. Kālija hlorīds (KCl).

#### 7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana.

7.1. Ekstrahenta sagatavošana:

120,0 g kalcija laktāta  $C_6H_{10}CaO_6 \times 5H_2O$ , sildot izšķīdina 700 - 800 mL dejonizēta ūdens, pielej 40 mL 10 M HCl. Stikla vai plastmasas balonā 5.6. atšķaida līdz 20 L. Šķīdumam pH jābūt no 3,5 līdz 3,7. Šķīdumu gatavo analīzes dienā.

7.2. Reāģenta A sagatavošana:

7.2.1. 1000 mL mērkolbā ielej 500 mL dejonizēta ūdens, uzmanīgi pielej 70 mL  $H_2SO_4$  [blīvums ( $\rho$ ) = 1,835 g mL<sup>-1</sup>], samaisa un atdzesē;

7.2.2. 6 g  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \times 4H_2O$ , sildot izšķīdina 200 mL dejonizēta ūdens, atdzesē;

7.2.3. 0,145 g  $K(SbO)C_4H_4O_6$ , sildot izšķīdina 100 mL dejonizēta ūdens, atdzesē.

7.2.4. mērkolbā sērskābes šķīdumam ūdenī 7.2.1. vispirms pielej amonija molibdāta šķīdumu 7.2.2., tad kālija antimonila tartrāta šķīdumu 7.2.3. Atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 1000 mL. Šķīdumu var glabāt ledusskapī 2 mēnešus.

7.3. Reāģenta B sagatavošana:

Izšķīdina 0,5 g askorbīnskābes 100 mL reāģenta A. Reāģentu B gatavo analīzes dienā.

7.4. Standartšķīdumu sagatavošana fosfora noteikšanai:

7.4.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar  $P_2O_5$  koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>;

500 mL mērkolbā ieber 0,959 g  $KH_2PO_4$ , kurš iepriekš izkarsēts žāvēšanas skapī 4.10. 100 - 105 °C temperatūrā līdz pastāvīgai masai. Izšķīdina dejonizētā ūdenī. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei;

7.4.2. Standartšķīduma sagatavošana ar  $P_2O_5$  koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>.

1000 mL mērkolbā ielej 100 mL pamatstandartšķīdumu 7.4.1. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.4.3. Darba standartšķīdumu sagatavošana fosfora noteikšanai.

250 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos standartšķīduma 7.4.2. daudzumus. Uzpilda ar ekstrahentu 7.1. līdz zīmei.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais fosfora saturs**

Standartšķīduma 7.4.2. tilpums (mL)	$P_2O_5$ (mg L <sup>-1</sup> darba standartšķīduma)	$P_2O_5$ (mg kg <sup>-1</sup> augsnes)
0	0	0
2,5	1,0	50
5,0	2,0	100
10,0	4,0	200
15,0	6,0	300

Darba standartšķīdumus gatavo analīzes dienā un lieto fotometra kalibrēšanai.

7.5. Standartšķīdumu sagatavošana kālija noteikšanai:

7.5.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar  $K_2O$  koncentrāciju 10 mg mL<sup>-1</sup>.

250 mL mērkolbā dejonizētā ūdenī izšķīdina 3,955 g KCl, kas iepriekš izkarsēts žāvēšanas skapī 4.10. 100 - 105 °C temperatūrā līdz pastāvīgai masai. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.5.2. standartšķīduma sagatavošana ar  $K_2O$  koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>.

5 mL pamatstandartšķīduma 7.5.1. ielej 500 mL mērkolbā. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.5.3. darba standartšķīduma sagatavošana ar  $K_2O$  koncentrāciju 10 mg L<sup>-1</sup>.

10 mL standartšķīduma 7.5.2. 100 mL mērkolbā atšķaida ar ekstrahentu 7.1 līdz zīmei.

#### 8. Darba gaita.

8.1.  $2 \pm 0,1$ g augsnes parauga, lietojot dozatoru 4.9., aplej ar  $100 \pm 1$  mL ekstrahenta 7.1. Ekstrahenta temperatūrai jābūt  $20 \pm 2$  °C. Ekstrahē 1,5 stundas. Filtrē caur filtrpapīru 5.3. Ar izvilkumu dozēšanas iekārtu 4.2 filtrātu iepilda megablokos 5.4.

8.2. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> saturu filtrātā nosaka fotometriski mikroblokos 5.5. Viļņa garums 620 nm. Var izmantot sarkano gaismas filtru ar caurlaidības maksimumu apgabalā 600-710 nm. Kalibrē, lietojot standartšķīdumus 7.4.3.

8.3. Kālija saturu nosaka ar liesmas fotometru. Kalibrē, lietojot ekstrahentu 7.1. un darba standartšķīdumu 7.5.3.

8.4. Analīžu rezultātu pareizību pārbauda ar kontrolaugsnēm. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši aparātu instrukcijām un izstrādātajām programmām.

#### 9. Rezultāta izteikšana:

9.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> un K<sub>2</sub>O saturu mg kg<sup>-1</sup> augsnes. 5 % paraugu analīzi atkārtoti.

9.2. Pieļaujamās novirzes fosfora saturam no vidējā aritmētiskā ir 35 % - ja P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir līdz 50 mg kg<sup>-1</sup>, 15 % - ja P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir no 50 – 150 mg kg<sup>-1</sup>, 10 % - ja P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir lielāks par 150 mg kg<sup>-1</sup>;

9.3. Pieļaujamās novirzes kālija saturam no vidējā aritmētiskā ir šādas: 15 %- ja K<sub>2</sub>O ir līdz 100 mg kg<sup>-1</sup>, 10 %- ja K<sub>2</sub>O ir no 100 - 300 mg kg<sup>-1</sup> un 7 % - ja K<sub>2</sub>O lielāks par 300 mg kg<sup>-1</sup>.

### **IV. Apmaiņas magnija satura noteikšana kalcija laktāta (DL) ekstraktā ar atomabsorbcijas metodi (4. metode)**

#### 1. Darbības sfēra.

Šī metode lietojama augsnēm, kurās karbonātu saturs ir zemāks par 3 %.

#### 2. Normatīvās atsauces.

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

#### 3. Princips

3.1. Apmaiņas magniju no augsnes ekstrahē ar 0,02 M kalcija laktāta šķīdumu, kurš buferēts ar 5 M HCl šķīdumu līdz pH 3,5-3,7. Augsnes un ekstrahenta attiecība ir 1 : 50.

3.2. Apmaiņas magnija saturu nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru, viļņa garums 285,2 nm. Tajā pašā ekstraktā nosaka kustīgo fosforu fotometriski fosformolibdēnzilā kompleksa veidā un kustīgo kāliju - ar liesmas fotometru.

#### 4. Aparatūra.

4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs.

4.2. Automātiskā šķidrums dozēšanas iekārta.

4.3. pH-metrs.

4.4. Svāri.

4.5. Rotators ekstrahēšanai ar 30 apgriezieniem minūtē 45° leņķī.

4.6. Dozators vai mērcilindrs, 100 mL.

4.7. Desmitpozīciju plastmasas kasetes.

4.8. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves.

4.9. Plastmasas mēģenes.

4.10. Filtrpapīrs.

5. Reaģenti

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

5.1. Dejonizēts ūdens.

5.2. Kalcija laktāts ( $C_6H_{10}CaO_6 \times 5H_2O$ ).

5.3. Hlorūdeņražskābe (HCl).

5.4. Stroncija hlorīds ( $SrCl_2 \times 6H_2O$ ).

5.5. Magnija oksīds (MgO).

6. Reaģentu šķīdumu sagatavošana:

6.1. Kalcija laktāta šķīdums, 0,02 M

120 g kalcija laktāta  $C_6H_{10}CaO_6 \times 5H_2O$ , sildot izšķīdina 700 - 800 mL dejonizēta ūdens, pielej 80 mL 5 M HCl. Atšķaida līdz 20 L. Šķīdumam ir jābūt ar pH no 3,5 līdz 3,7. Šķīdumu gatavo analīzes dienā.

6.2. Stroncija hlorīda šķīdums.

6.2.1. Stroncija hlorīda rezerves šķīdums, 20 mg mL<sup>-1</sup>.

Nosver 60,81 g  $SrCl_2 \times 6H_2O$  ar precizitāti līdz 0,01 g, ieber 1 L mērkolbā, pielej 3 mL koncentrētas hlorūdeņražskābes un ar dejonizētu ūdeni atšķaida līdz zīmei.

6.2.2. Stroncija hlorīda darba šķīdums.

125 mL stroncija hlorīda rezerves šķīduma 6.2.1. atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 1 L.

7. Standartšķīdumu sagatavošana:

7.1. Pamatstandartšķīdums, 1mg mL<sup>-1</sup> Mg.

Magnija oksīdu MgO divas stundas izkarsē 500 °C temperatūrā. 1000 mL mērkolbā iesver 1,658 g MgO ar precizitāti līdz 0,001 g, izšķīdina 100 mL dejonizēta ūdens un 120 mL apmēram 1 M HCl šķīduma. Atšķaida līdz zīmei ar dejonizētu ūdeni un rūpīgi samaisa.

Var lietot arī sertificētu Mg pamatstandartšķīdumu.

7.2. Kalibrēšanas standartšķīdumi 0, 0.4, 1.0, 2.0, 4.0 mg L<sup>-1</sup> Mg

100 mL mērkolbā ielej 10 mL ekstrakta 6.1., 12.5 mL  $SrCl_2 \times 6H_2O$  šķīduma 6.2.1., pamatstandartšķīdumu 7.1. attiecīgi 0; 40; 100; 200; 400 µL un atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

8. Darba gaita

2,0 g augsnes aplej ar 100 mL ekstrakta 6.1., ekstrahē 1,5 stundas, filtrē. Izmantojot automātisko šķidrums dozēšanas iekārtu, iegūtos ekstraktus sagatavo analīzēm, atšķaidot tos plastmasas mēģenītēs 1 : 10 ar stroncija hlorīda darba šķīdumu 6.2.2. Mēģeņu saturu sajauc. Magnija saturu ekstraktos nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru. Analīžu rezultātu pareizību pārbauda ar kontrolaugsnēm. Veic tukšos mērījumus. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši aparātu instrukcijām un izstrādātajām programmām.

9. Rezultātu izteikšana

9.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % paraugu analīzi atkārto.

9.2. Pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 15 %, ja magnija saturs nepārsniedz 600 mg kg<sup>-1</sup> augsnes un 10 %, ja lielāks par 600 mg kg<sup>-1</sup> augsnes.

## V. Apmaiņas kalcija satura noteikšana (5. metode)



## 5.1. Apmāiņas kalcijsa satura fotometriska noteikšana (5.1. metode)

### 1. Darbības sfēra..

Šī metode lietojama kalcijsa satura noteikšanai augsnēs, kurās  $pH_{KCl}$  ir zemāks par 6,9.

### 2. Normatīvās atsauces.

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips.

3.1. Kalcijsa ekstrahē ar 1 M KCl šķīdumu ( $pH$  5,6-6,0), augsnes un šķīduma attiecībai esot

1 : 2,5.

3.2. Metodes pamatā ir krāsainu kalcijsa savienojumu veidošanās ar O-krezolftaleīnu sārmainā vidē, kuru veido 2-amino-2-metil-1-propanols.

### 4. Aparatūra:

4.1. Fotoelektrokolorimetrs;

4.2. Iekārta reaģentu dozēšanai;

4.3. pH-metrs;

4.4. Svāri;

4.5. Žāvēšanas skapis.

### 5. Trauki, materiāli:

5.1. Dozators vai mērcilindrs, 25 mL;

5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;

5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;

5.4. Filtrpapīrs;

5.5. Mērkolbas, 100, 500 mL;

5.6. Mēģenes;

5.7. Statīvi;

5.8. Mikromēģenes;

5.9. Optiskās kivetes (vienreizējas lietošanas);

5.10. Pipete, 5 mL.

### 6. Reaģenti:

(Jālieto reaģenti tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).

6.1. Kālijsa hlorīds (KCl);

6.2. Kalcijsa karbonāts ( $CaCO_3$ );

6.3. Hidroksihinolīns ( $C_9H_7NO$ );

6.4. O-krezolftaleīns;

6.5. 2-amino-2-metil-1-propanols ( $((CH_3)_2C(NH_2)CH_2OH)$ );

6.6. Hlorūdeņražskābe [blīvums ( $\rho$ ) = 1.19 g mL<sup>-1</sup>] (HCl);

6.7. Dejonizēts ūdens.

### 7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

#### 7.1. Bufēršķīduma sagatavošana

155,75 g 2-amino-2-metil-1-propanolu izšķīdina nelielā dejonizēta ūdens daudzumā. Šķīdumu ieļej 500 mL mērkolbā. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei. Šķīduma pH jābūt 10,5-10,7, ja pH ir lielāks, to noregulē līdz vajadzīgajam lielumam ar koncentrētu hlorūdeņražskābi.

## 7.2. O-krezolftaleīna šķīduma sagatavošana

500 mL mērkolbā 5 mL HCl ( $\rho = 1,19 \text{ g mL}^{-1}$ ) izšķīdina 0,143 g hidroksihinolīna un 0,102 g O-krezolftaleīna. Pēc katra reaģenta pievienošanas šķīdumu maisa līdz pilnīgai izšķīšanai. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

## 7.3. 1 M KCl sagatavošana.

Sk. 2. metodes 6.1. punktu.

## 7.4. Krāsojošā šķīduma sagatavošana.

Sajauc vienādās attiecībās šķīdumus 7.1. un 7.2. Šķīdumu gatavo analīzes dienā.

## 8. Standartšķīdumu sagatavošana

### 8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Ca koncentrāciju $10 \text{ mg L}^{-1}$ .

500 mL mērkolbā 25 mL HCl ( $\rho = 1,19 \text{ g mL}^{-1}$ ) izšķīdina 12,51 g  $\text{CaCO}_3$  (izkarsēts  $100\text{-}105 \text{ }^\circ\text{C}$  temperatūrā līdz pastāvīgai masai). Uzpilda ar 1 M KCl līdz zīmei.

### 8.2. Darba standartšķīdumu sagatavošana

100 mL mērkolbās ielej tabulā norādīto šķīduma 8.1. daudzumus. Uzpilda ar 1 M KCl šķīdumu līdz zīmei. Šķīdumus gatavo analīzes dienā. Lieto fotoelektrokolorimetra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais kalcija saturs**

Šķīduma tilpums (mL)	Ca koncentrācija darba standartšķīdumā ( $\text{mg L}^{-1}$ )	Ca saturs augsnē ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
0	0	0
0,2	20	50
2,0	200	500
4,0	400	1000

## 9. Darba gaita

10 g minerālaugsnes vai 5 g kūdrainas augsnes aplej ar 25 mL 1 M KCl šķīduma, maisa vienu minūti. Atstāj uz 16-20 stundām līdz nākamajai dienai. Filtrē. Izvilkumos, tos 5 reizes atšķaidot, nosaka kalciju fotometriski, viļņu garums 540 nm. Reaģentu dozēšana un kalcija satura mērīšana notiek atbilstoši aparātu instrukcijām un izstrādātajām programmām. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

## 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % paraugu analīzi atkārtoti.

10.2. Pieļaujamās novirzes no vidējā aritmētiskā ir 12,5 %- ja kalcija saturs nepārsniedz  $1000 \text{ mg kg}^{-1}$  augsnes un 10 % - ja tas ir lielāks par  $1000 \text{ mg kg}^{-1}$ .

## **5.2. Apmaiņas kalcija (Ca) satura noteikšana ar atomu absorbcijas metodi (5.2.metode)**

## 1. Darbības sfēra

Šī metode piemērojama kalcijsatura noteikšanai augsnēs.

## 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

## 3. Princips:

3.1. Kalcijs ekstrahē ar 1 M KCl šķīdumu (pH 5,6-6,0) augsnes un šķīduma attiecībai esot 1:2,5;

3.2. Kalcijsaturu nosaka ar atomu absorbcijas spektrofotometru pie viļņu garuma 422,7 nm.

## 4. Aparatūra:

4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs;

4.2. Automātiskā šķīduma dozēšanas iekārta;

4.3. pH-metrs;

4.4. Svari.

## 5. Trauki, materiāli:

5.1. Dozators vai mērcilindrs 25 mL;

5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;

5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;

5.4. Plastmasas statīvi;

5.5. Plastmasas mēģenes;

5.6. Stikla mēģenes;

5.7. Mērkolbas;

5.8. Pipetes;

5.9. Mikropipetes.

## 6. Reaģenti:

(Jālieto reaģenti tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).

6.1. Kālija hlorīds (KCl);

6.2. Hlorūdeņražskābe (HCl);

6.3. Stroncija hlorīds ( $\text{SrCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ );

6.4. Kālija hidroksīds (KOH);

6.5. Dejonizēts ūdens.

## 7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

### 7.1. 1 M KCl šķīdums:

746,0 g KCl izšķīdina dejonizētā ūdenī un atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 10 L.

Šķīdumam jābūt ar pH 5,6-6,0. Ja pH mazāks par 5,6 vajadzīgo pH lielumu iestāda, pielejot 10% KOH šķīdumu, ja pH lielāks par 6,0, pielej 10% HCl līdz vajadzīgam skābumam.

### 7.2. Stroncija hlorīda šķīdums:

7.2.1. Stroncija hlorīda rezerves šķīdums 20 mg mL<sup>-1</sup>;

Nosver 60,81 g  $\text{SrCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$  ar precizitāti 0,01 g, ieber 1 litra mērkolbā, pielej 3 mL konc. HCl un ar dejonizētu ūdeni atšķaida līdz zīmei.

7.2.2. Stroncija hlorīda darba šķīdums:

125 mL stroncija hlorīda rezerves šķīduma (7.2.1.) atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz 1 litram.

### 7.3. Standartšķīdumu sagatavošana:

7.3.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Ca koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>.

Lieto rūpnieciski ražotu sertificētu Ca pamat standartšķīdumu.

7.3.2. Kalibrēšanas standartšķīdumi: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 mg L<sup>-1</sup> Ca  
100 mL mērkolbā ielej 5 mL ekstrakta (7.1.), 12, 5 mL SrCl<sub>2</sub> x 6 H<sub>2</sub>O šķīduma (7.2.1.), pamatstandartšķīdumu (7.3.1.) attiecīgi 0, 100, 200, 300, 400, 500 μL un atšķaida ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

#### 8. Darba gaita

10 g minerālaugsnes vai 5 g kūdrainas augsnes aplej ar 25 mL 1 M KCl šķīduma (7.1.), maisa 1 minūti. Atstāj uz 16-20 stundām līdz nākamajai dienai. Filtrē. Izmantojot automātisko šķīduma dozēšanas iekārtu, iegūtos ekstraktus sagatavo analīzēm, atšķaidot tos plastmasas mēģenītēs 1:10 ar 1 M KCl šķīdumu (7.1.) un 1: 20 ar stroncija hlorīda darba šķīdumu (7.2.2.). Mēģeņu saturu sajauc. Ca saturu ekstraktos nosaka ar atomabsorbcijas spektrofotometru. Analīžu rezultātu pareizību pārbauda ar kontrolaugsnēm. Veic tukšos mērījumus. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši iekārtu lietošanas instrukcijām un izstrādātajām programmām.

#### 9. Rezultātu izteikšana

Skat. Metodi 5.1. p. 10.

### VI. Kustīgā sēra satura noteikšana (6. metode)

#### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama sēra satura noteikšanai augsnēs, kurās pH<sub>KCl</sub> ir zemāks par 6,9.

#### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

#### 3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā sēra (S-SO<sub>4</sub>) ekstrakcija no augsnes ar 1 M KCl šķīdumu (augsnēs un ekstrahenta attiecība minerālaugsnēm 1: 2,5, kūdrainām augsnēm 1: 5) ar tai sekojošu sulfātu izgulsnēšanu ekstraktā ar BaCl<sub>2</sub> šķīdumu un turbidimetrisku bārija sulfāta noteikšanu uzduļķojumā pēc optiskā blīvuma. Bārija sulfāta daļiņu stabilizācijai lieto polivinilspirtu.

#### 4. Aparatūra:

- 4.1. Spektrofotometrs;
- 4.2. Svari;
- 4.3. Ūdens vanna ar elektrisko apsildi;
- 4.4. Žāvēšanas skapis;
- 4.5. pH-metrs.

#### 5. Trauki, materiāli:

- 5.1. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;
- 5.2. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;
- 5.3. Mēģenes;
- 5.4. Statīvi;
- 5.5. Dozators vai mērcilindrs;
- 5.6. Mērkolbas;
- 5.7. Filtrpapīrs.

#### 6. Ķīmiskie reaģenti

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

- 6.1. Kālija hlorīds (KCl);

- 6.2. Hlorūdeņražskābe (HCl);
- 6.3. Bārija hlorīds ( $\text{BaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ );
- 6.4. Nātrija hidroksīds (NaOH);
- 6.5. Nātrija sulfāts ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ );
- 6.6. Polivinilspirts;
- 6.7. Trilons B ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \times 2\text{H}_2\text{O}$ );
- 6.8. Dejonizēts ūdens.

#### 7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

7.1. Bārija hlorīda šķīduma sagatavošana sulfātu izgulsnēšanai.

20 g  $\text{BaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$  ieber 1000 mL vārglāzē, pielej 800 mL dejonizēta ūdens un 60 mL 1 M HCl šķīduma. Vārglāzi ievieto karstā ūdens vannā. Karstam šķīdumam pielej 5 g polivinilspirta, iepriekš sajauktu ar nelielu ūdens daudzumu. Nepārtraukti maisot, silda ūdens vannā, līdz izveidojas caurspīdīgs šķīdums. Tad atdzesē, pārlej šķīdumu 1000 mL mērkolbā un uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei. Pirms lietošanas filtrē.

7.2. Mazgāšanas šķīduma sagatavošana;

5 g trilona B izšķīdina 1000 mL NaOH, kura koncentrācija ir  $5 \text{ g L}^{-1}$  šķīduma.

7.3. 1 M KCl sagatavošana (Sk. 2. metodes 6.1. punktu);

7.4. 1 M HCl sagatavošana (Sk. 8. metodes 7. punktu.).

#### 8. Standartšķīdumu sagatavošana

8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar sēra koncentrāciju  $0.1 \text{ mg mL}^{-1}$

1000 mL mērkolbā ieber 0,443 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (iepriekš izžāvēts līdz pastāvīgai masai pie temperatūras  $100\text{--}105 \text{ }^\circ\text{C}$ ) un izšķīdina 1 M KCl šķīdumā. Uzpilda ar 1 M KCl līdz zīmei.

8.2. Darba standartšķīdumu sagatavošana.

250 mL mērkolbās ielej tabulā norādīto šķīduma 8.1. daudzumus. Atšķaida ar 1 M KCl šķīdumu līdz zīmei. Šķīdumus gatavo analīzes dienā. Lieto spektrofotometra kalibrēšanai. Darba standartšķīdumu krāsu reakciju veic analogiski izvilkumu krāsu reakcijai un vienlaicīgi ar to.

**Ttabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais sulfātu sēra saturs**

Šķīduma 8.1. tilpums (mL)	Sēra koncentrācija darba standartšķīdumā ( $\text{mg L}^{-1}$ )	Sēra saturs augsnē ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
0	0	0
8	3,2	8
20	8,0	20

#### 9. Darba gaita

9.1. 10 g minerālaugsnes vai 5 g kūdrainas augsnes aplej ar 25 mL 1 M KCl šķīdumu, vienu minūti maisa. Filtrē pēc 16-20 stundām nākamajā dienā.

9.2. Mēģenēs ielej 5 mL filtrāta, pielej 5 mL šķīduma 7.1. Samaisa. Fotometrē pēc 30 minūtēm kivetēs, kuru optiskā slāņa biezums ir 50 mm pie viļņu garuma 520 nm. Darbu ar spektrofotometru veic atbilstoši tā kārtībai. "Duļķes" ir optiski stabilas 7 stundas. Pirms ieliešanas kivetē mēģenes saturu rūpīgi sajauc. Analīzes pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

9.3. Spektrofotometra kivetes pēc darba 1 stundu mērcē šķīdumā 7.2.

## 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti.

10.2. Pieļaujamās novirzes no vidējā aritmētiskā var būt 35 %, ja sēra saturs augsnē ir līdz  $2,5 \text{ mg kg}^{-1}$ , 15 % - ja sēra saturs augsnē ir no  $2,5\text{-}5 \text{ mg kg}^{-1}$  un 10 % - ja augstāks par  $5 \text{ mg kg}^{-1}$ .

## VII. Kustīgā bora satura fotometriska noteikšana ar azometīnu H (7. metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama kustīgā bora satura noteikšanai minerālaugsnēs un kūdras augsnēs, veicot to agroķīmisko izpēti.

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips

Kustīgā bora noteikšanas metode pamatojas uz bora ekstrakciju ar karstu ūdeni, kas satur  $0,1 \text{ \% MgSO}_4 \times 7 \text{ H}_2\text{O}$ . Augsnes un ekstrahenta attiecība minerālaugsnēm ir 1 : 5, kūdrainām augsnēm 1 : 10. Organiskās vielas, kas nokļūst izvilkumā un traucē bora noteikšanu, oksidē ar  $\text{KMnO}_4$  šķīdumu. Vara, dzelzs un alumīnija ietekmi novērš, tos saistot kompleksā ar trilonu B. Ar acetāta buferšķīduma palīdzību sasniedz vajadzīgo pH bora un azometīna H krāsainā kompleksā savienojuma iegūšanai. Kustīgā bora saturu nosaka fotometriski.

### 4. Aparatūra:

- 4.1. Spektrofotometrs;
- 4.2. Svari;
- 4.3. Smilšu vanna ar elektrisko apsildi;
- 4.4. Ūdens vanna ar elektrisko apsildi;
- 4.5. pH-metrs.

### 5. Trauki, materiāli:

- 5.1. Koniskas kolbas, 250 mL, kas nesatur boru;
- 5.2. Mēģenes, ķīmiski izturīgas;
- 5.3. Mērkolbas, 50, 100, 1000 mL;
- 5.4. Pipetes, 2, 5, 10 mL;
- 5.5. Dozators vai mērcilindrs, 50 mL;
- 5.6. Mēģeņu statīvs;
- 5.7. Filtrpapīrs.

### 6. Reaģenti

*(izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

- 6.1. Sērskābe, [blīvums ( $\rho$ ) =  $1,8392 \text{ g mL}^{-1}$ ] ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), (atšķaidīta ar dejonizētu ūdeni 1 + 2, 1 + 4 un 1 + 5 pēc tilpuma);
- 6.2. Magnija sulfāts ( $\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ ) (0,1 %  $\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$  šķīdums);
- 6.3. Askorbīnskābe ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ) (10 % šķīdums);
- 6.4. Amonija acetāts ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ );
- 6.5. Kālija permanganāts ( $\text{KMnO}_4$ );
- 6.6. Azometīna H mononātrija sāls ( $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NO}_8\text{S}_2\text{Na}$ );

- 6.7. Trilons B ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$ );  
 6.8. Borskābe ( $H_3BO_3$ );  
 6.9. Dejonizēts ūdens (jāatbilst ISO 3696 2. klasei).

7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

7.1. 0.8 % azometīna H šķīduma sagatavošana.

0,8 g azometīna H un 2,0 g askorbīnskābes izšķīdina 30 mL dejonizēta ūdens, uzmanīgi sildot ūdens vannā 90 - 100 °C temperatūrā. Atdzisušu uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz 100 mL.

7.2. Maskējošā buferšķīduma (pH = 5,2) sagatavošana

500 g  $CH_3COONH_4$  un 10 g trilona B 1000 mL mērkolbā izšķīdina dejonizētā ūdenī. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei. Iegūtajam šķīdumam pievieno sērskābi (atšķaidītu 1 : 4) līdz pH = 5,2 ± 0,2.

7.3. Maskējošā buferšķīduma (pH = 6.0) sagatavošana.

500 g  $CH_3COONH_4$  un 10 g trilona B izšķīdina dejonizētā ūdenī, uzpilda līdz 1000 mL. Iegūtajam šķīdumam pievieno  $H_2SO_4$  (atšķaidītu 1:2) līdz pH = 6,0 ± 0,2.

7.4. Krāsojošā šķīduma sagatavošana minerālaugsnēm.

Sajauc šķīdumus 7.1. un 7.2. attiecībā 1: 1. Šķīdumu gatavo noteikšanas dienā.

7.5. Krāsojošā šķīduma sagatavošana kūdrainām augsnēm

Sajauc šķīdumus 7.1. un 7.3. attiecībā 1:1. Šķīdumu gatavo noteikšanas dienā.

7.6. Oksidējošā šķīduma sagatavošana minerālaugsnēm.

Sajauc  $H_2SO_4$  (atšķaidītu 1: 5) un 1 %  $KMnO_4$  šķīdumu attiecībā : 1. Šķīdumu gatavo noteikšanas dienā.

7.7. Oksidējošā šķīduma sagatavošana kūdrainām augsnēm.

Sajauc  $H_2SO_4$  (atšķaidītu 1 :2) un 3 %  $KMnO_4$  šķīdumu attiecībā 3 :7. Šķīdumu gatavo noteikšanas dienā.

8. Standartšķīdumu sagatavošana

8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar B koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>.

5,720 g  $H_3BO_3$  1000 mL mērkolbā izšķīdina dejonizētā ūdenī. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

8.2. Standartšķīduma sagatavošana ar B koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>.

10 mL šķīduma 8.1. ar dejonizētu ūdeni 100 mL mērkolbā atšķaida līdz zīmei.

8.3. Standartšķīduma sagatavošana ar B koncentrāciju 10 mg L<sup>-1</sup>.

10 mL šķīduma 8.2. atšķaida ar 0.1 %  $MgSO_4 \times 7H_2O$  šķīdumu līdz zīmei 100 mL mērkolbā. Šķīdumu gatavo noteikšanas dienā.

8.4. Darba standartšķīdumu sagatavošana.

50 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos šķīduma 8.3. daudzumus. Atšķaida ar 0,1 %  $MgSO_4 \times 7H_2O$  šķīdumu līdz zīmei. Šķīdumus gatavo noteikšanas dienā. Lieto spektrofotometra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīdumu daudzumi un tiem atbilstošais bora saturs**

Standartšķīduma 8.3. tilpums (mL)	Bora koncentrācija darba standartšķīdumā (mg L <sup>-1</sup> )	Bora saturs minerālaugsnēs (mg kg <sup>-1</sup> )	Bora saturs kūdrainās augsnēs (mg kg <sup>-1</sup> )
0	0	0	0

2,0	0,4	2,0	4,0
4,0	0,8	4,0	8,0

## 9. Darba gaita

9.1. 10 g minerālaugsnes vai 5 g kūdrainas augsnes ieber 100 mL koniskās plastmasas kolbās. Uzlej 50 mL 0.1 %  $\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$  šķīduma. Pievieno attecēs dzesinātājus. Vāra smilšu vannā piecas minūtes no uzvārīšanas brīža. Filtrē karstu. Paralēli vāra un filtrē kontrolaugšņu paraugus un tukšo mērījumu.

9.2. No atdzesētajiem minerālaugšņu izvilkumiem un darba standartšķīdumiem analīzēm ņem 5 mL, ielej sausā mēģenē. Pielej 0,5 mL šķīduma 7.6., samaisa. Statīvu ar mēģenēm 10 minūtes tur vāroša ūdens vannā. Atdzesē. Pievieno 0,5 mL 10 % askorbīnskābes šķīduma, samaisa līdz izšķīst izkritušās mangāna dioksīda nogulsnes. Caurspīdīgam šķīdumam pielej 4 mL šķīduma 7.4. Mēģenes sakrata un novieto uz 2 stundām tumšā vietā bora kompleksā savienojuma izveidei. Fotometrē 30 - 40 mm kivetēs pie viļņu garuma 420 nm attiecībā pret tukšo mērījumu. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši kārtībai.

9.3. No kūdraino augšņu izvilkumiem un darba standartšķīdumiem analīzēm ņem 5 mL, ielej sausā mēģenē. Pielej 1 mL šķīduma 7.7., samaisa. Statīvu ar mēģenēm 15 minūtes tur vāroša ūdens vannā. Atdzesē. Pielej 0,5 mL 10 % askorbīnskābes šķīduma. Samaisa. Pielej 4 mL šķīduma 7.5. Samaisa un atstāj uz 2 stundām tumšā vietā. Analīzi turpina kā punktā 9.1.

## 10. Rezultātu izteikšana:

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti;

10.2. Pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 30 % - ja bora saturs nepārsniedz  $0,5 \text{ mg kg}^{-1}$  augsnes un 20 % - ja tas lielāks par  $0,5 \text{ mg kg}^{-1}$ .

## VIII. Kustīgā vara satura noteikšana ar atomabsorbcijas metodi (8. metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama kustīgā vara satura noteikšanai augsnē.

PIEZĪME. Kopš 1999. gada pēc šīs metodes nosaka kustīgā vara saturu augsnē tikai zinātniskās pētniecības projektu vai programmu ietvaros savstarpēji salīdzināmu datu iegūšanai. Veicot augšņu agroķīmisko izpēti lauksaimnieciskās ražošanas vajadzībām, šī metode aizstāta ar starptautiski atzītu metodi, nosakot cinku, varu un mangānu EDTA ekstraktā (sk. 12. metodi).

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā vara ekstrakcija no augsnes ar 1 M hlorūdeņražskābes šķīdumu, augsnes un šķīduma attiecībai esot 1:10. Vara saturu augsnē nosaka, mērot brīvo vara atomu gaismas absorbciju.

### 4. Aparatūra:

4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs ar vara lampu;

4.2. Rotators ar 30 - 40 apgriezieniem minūtē vai kratītājs ar 75 reižu pārvietošanos minūtē;

4.3. Svari;



#### 4.4. Kompresors.

#### 5. Trauki, materiāli:

- 5.1. Dozators vai mērcilindrs, 50 mL;
- 5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;
- 5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;
- 5.4. Mērkolbas, 100, 1000 mL;
- 5.5. Pipetes, 1,5, 10 mL;
- 5.6. Mēģenes;
- 5.7. Statīvi;
- 5.8. Filtrpapīrs;
- 5.9. Acetilēns (sašķidrināts).

#### 6. Reāģenti:

(Jālieto reāģenti tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).

- 6.1. Hlorūdeņražskābe (HCl);
- 6.2. Vara sulfāts ( $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ );
- 6.3. Sērskābe ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ );
- 6.4. Dejonizēts ūdens (jāatbilst ISO 3696 2. klasei).

#### 7. Ekstrahenta - 1 M HCl šķīduma sagatavošana

82,5 mL HCl [blīvums ( $\rho$ ) = 1,185 g mL<sup>-1</sup>] atšķaida līdz 1000 mL ar dejonizētu ūdeni.

#### 8. Standartšķīdumu sagatavošana:

- 8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Cu koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>  
3,929 g  $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$  izšķīdina dejonizētā ūdenī, kas satur 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $\rho = 1,835 \text{ g mL}^{-1}$ ). Atšķaida mērkolbā līdz 1000 mL ar dejonizētu ūdeni;
- 8.2. Standartšķīduma sagatavošana ar Cu koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>  
100 mL mērkolbā ielej 10 mL šķīduma 8.1. Atšķaida ar ekstrahenta šķīdumu 7. līdz zīmei;
- 8.3. Standartšķīduma sagatavošana ar Cu koncentrāciju 10 mg L<sup>-1</sup>  
50 mL mērkolbā ielej 5 mL šķīduma 8.2. Atšķaida ar šķīdumu 7. līdz zīmei. Šķīdumu gatavo analīzes dienā;
- 8.4. Darba standartšķīdumu sagatavošana  
100 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos standartšķīduma 8.3. daudzumus. Atšķaida ar šķīdumu 7. līdz zīmei. Darba standartšķīdumus gatavo analīzes dienā. Lieto atomabsorbsijas spektrometra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais vara saturs**

Standartšķīduma 8.3. tilpums (mL)	Vara koncentrācija darba standartšķīdumā (mg L <sup>-1</sup> )	Vara saturs augsnē (mg kg <sup>-1</sup> )
0	0	0
1	0,1	1
3	0,3	3
5	0,5	5
8	0,8	8

10	1,0	10
----	-----	----

## 9. Darba gaita

9.1. 5 g augsnes aplej ar 50 mL ekstrahenta. Ekstrahenta temperatūra  $20 \pm 2$  °C. Ekstrahē ar rotatoru vienu stundu. Filtrē. Vienlaikus sagatavo trīs kontroles jeb tukšos mērījumus, kas ietver sevī visas analīzes stadijas, atskaitot parauga iesvēršanu.

9.2. Vara koncentrāciju izvilkumos nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru pie viļņa garuma 324.7 nm, atomizācijai izmantojot acetilēna - gaisa maisījumu.

9.3. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši kārtībai. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

## 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti.

10.2. Ja vara saturs ir no 1-3 mg kg<sup>-1</sup>, tad pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 25 %, ja tas lielāks par 3 mg kg<sup>-1</sup> - 21 %.

## IX. Kustīgā mangāna satura noteikšana ar atomabsorbcijas metodi (9. metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama mangāna satura noteikšanai augsnēs.

PIEZĪME. Kopš 1999. gada pēc šīs metodes nosaka kustīgā mangāna saturu augsnē tikai zinātniskās pētniecības projektu vai programmu ietvaros savstarpēji salīdzināmu datu iegūšanai. Veicot augšņu agroķīmisko izpēti lauksaimnieciskās ražošanas vajadzībām, šī metode aizstāta ar starptautiski atzītu metodi, nosakot cinku, varu un mangānu EDTA ekstraktā (sk. 12. metodi).

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā mangāna ekstrakcija no augsnes ar 0,05 M sērskābes šķīdumu, augsnes un šķīduma attiecībai esot 1:10. Mangāna saturu augsnē nosaka, mērot brīvo mangāna atomu gaismas absorbciju.

### 4. Aparatūra:

- 4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs ar mangāna lampu;
- 4.2. Rotators ar 30 - 40 apgriezieniem minūtē vai kratītājs ar 75 reižu pārvietošanos minūtē;
- 4.3. Svāri
- 4.4. Kompresors.

### 5. Trauki, materiāli:

- 5.1. Dozators vai mērcilindrs, 50 mL;
- 5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;
- 5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;
- 5.4. Mērkolbas, 100, 1000 mL;
- 5.5. Pipetes, 1, 5, 10 mL;
- 5.6. Mēģenes;
- 5.7. Statīvi;
- 5.8. Filtrpapīrs;

## 5.9. Acetilēns (sašķidrināts).

## 6. Reāģenti

(Jālieto reāģenti tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).

6.1. Sērskābe ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ );

6.2. Mangāna sulfāts ( $\text{MnSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ );

6.3. Dejonizēts ūdens (jāatbilst ISO 3696 2. klasei).

7. Ekstrahenta – 0,05 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  šķīduma sagatavošana

2,8 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [blīvums ( $\rho$ ) = 1,835 g mL<sup>-1</sup>] atšķaida līdz 1000 mL ar dejonizētu ūdeni.

8. Standartšķīdumu sagatavošana

8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Mn koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>.

4.388 g  $\text{MnSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$  1000 mL mērkolbā izšķīdina dejonizētā ūdenī un uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

8.2. Standartšķīduma sagatavošana ar Mn koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>.

100 mL mērkolbā ielej 10 mL šķīduma 8.1. Uzpilda ar šķīdumu 7. līdz zīmei.

8.3. Darba standartšķīdumu sagatavošana.

100 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos standartšķīduma 8.2. daudzumus. Atšķaida ar šķīdumu 7. līdz zīmei. Darba standartšķīdumus gatavo analīzes dienā. Lieto atomabsorbcijas spektrometra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīdumu daudzumi un tiem atbilstošais mangāna saturs**

Standartšķīduma 8.2. tilpums (mL)	Mangāna koncentrācija darba standartšķīdumā (mg L <sup>-1</sup> )	Mangāna saturs augsnē (mg kg <sup>-1</sup> )
0	0	0
1	1	10
3	3	30
5	5	50
8	8	80
10	10	100

## 9. Darba gaita

9.1. 5 g augsnes aplej ar 50 mL ekstrahenta. Ekstrahenta temperatūra  $20 \pm 2$  °C. Ekstrahē ar rotatoru vai kratītāju 4.2. vienu stundu. Filtrē. Vienlaikus sagatavo trīs kontroles jeb tukšos mērījumus, kas ietver sevī visas analīzes stadijas, atskaitot parauga iesvēršanu.

9.2. Mangāna koncentrāciju izvilkumos, tos iepriekš piecas reizes atšķaidot, nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru pie viļņa garuma 279,5 nm, atomizācijai izmantojot acetilēna un gaisa maisījumu. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši kārtībai. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

## 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % analīzes paraugu analīzi atkārt.

10.2. Pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 14 %.

## X. Kustīgā cinka satura noteikšana ar atomabsorbcijas metodi (10. metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode piemērojama kustīgā cinka noteikšanai augsnēs.

PIEZĪME. Kopš 1999. gada pēc šīs metodes nosaka kustīgā cinka saturu augsnē tikai zinātniskās pētniecības projektu vai programmu ietvaros savstarpēji salīdzināmu datu iegūšanai. Veicot augšņu agroķīmisko izpēti lauksaimnieciskās ražošanas vajadzībām, šī metode aizstāta ar starptautiski atzītu metodi, nosakot cinku, varu un mangānu EDTA ekstraktā (sk. 12. metodi).

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā cinka ekstrakcija no augsnes ar amonija acetāta buferšķīdumu, kura pH = 4,8, augsnes un ekstrakta attiecībai esot 1 :10. Cinka saturu augsnē nosaka, mērot brīvo cinka atomu gaismas absorbciju.

### 4. Aparatūra:

- 4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs ar cinka lampu un fona korektoru;
- 4.2. Rotators ar 30-40 apgriezieniem minūtē vai kratītājs ar 75 reižu pārvietošanos minūtē;
- 4.3. Svari;
- 4.4. Kompresors;
- 4.5. pH-metrs.

### 5. Trauki:

- 5.1. Dozators vai mērcilindrs, 50 mL;
- 5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;
- 5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;
- 5.4. Mērkolbas, 100, 1000 mL;
- 5.5. Pipetes, 1, 5, 10 mL;
- 5.6. Mēģenes;
- 5.7. Statīvi;
- 5.8. Filtrpapīrs;
- 5.9. Acetilēns (sašķidrināts).

### 6. Reaģenti:

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

- 6.1. Etiķskābe (CH<sub>3</sub>COOH);
- 6.2. Amonija hidroksīds (NH<sub>4</sub>OH);
- 6.3. Cinks granulētais (Zn);
- 6.4. Hlorūdeņražskābe (HCl);
- 6.5. Dejonizēts ūdens (jāatbilst ISO 3696 2. klasei).

### 7. Ekstrahenta - amonija acetāta buferšķīduma ar pH 4,8 sagatavošana

Šķīdumu gatavo ar dejonizētu ūdeni no etiķskābes un amonija hidroksīda. 1000 mL šķīduma satur 108 mL 98 % CH<sub>3</sub>COOH un 75 mL 25 % NH<sub>4</sub>OH. Pagatavotā šķīduma pH pārbauda ar pH-metru.

Ja ir pH novirze no 4,8, pielej etiķskābi vai amonija hidroksīdu, lai šķīduma pH būtu 4,8.

#### 8. Standartšķīdumu sagatavošana

8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Zn koncentrāciju  $1 \text{ mg mL}^{-1}$ .

1000 mL mērkolbā ielej 7 mL HCl, kura atšķaidīta ar dejonizētu ūdeni : 1, izšķīdina 1.000 g granulēto Zn. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

8.2. Standartšķīduma sagatavošana ar Zn koncentrāciju  $10 \text{ mg L}^{-1}$ .

1000 mL mērkolbā ielej 10 mL šķīduma 8.1. Līdz zīmei uzpilda ar HCl, kas atšķaidīta ar dejonizētu ūdeni attiecībā 1: 100.

8.3. Darba standartšķīdumu sagatavošana

100 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos šķīduma 8.2. daudzumus. Uzpilda ar ekstrahentu 7. līdz zīmei. Šķīdumus gatavo analīzes dienā. Lieto atomabsorbcijas spektrometra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais cinka saturs**

Šķīduma daudzums (mL)	Zn saturs darba standartšķīdumā ( $\text{mg L}^{-1}$ )	Zn saturs augsnē ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
0	0	0
1	0,1	1
3	0,3	3
5	0,5	5
8	0,8	8
10	1,0	10

#### 9. Darba gaita

9.1. 5 g augsnes aplej ar 50 mL ekstrahenta. Ekstrahenta temperatūra  $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Ekstrahē ar rotatoru vienu stundu. Filtrē. Vienlaikus sagatavo trīs kontroles jeb tukšos mērījumus, kas ietver sevī visas analīzes stadijas, atskaitot parauga iesvēršanu.

9.2. Cinka koncentrāciju izvilkumos nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru pie viļņa garuma 213,9 nm, traucējošo elementu ietekmi novēršot ar fona korektora palīdzību, atomizācijai izmantojot acetilēna un gaisa maisījumu. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši kārtībai. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

#### 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti.

10.2. Ja cinka saturs ir no  $0,5\text{-}1,0 \text{ mg kg}^{-1}$ , tad pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 34 %, ja lielāks par  $1 \text{ mg kg}^{-1}$ - 28 %, ja lielāks par  $2 \text{ mg kg}^{-1}$ - 13 %.

## XI. Apmaiņas magnija satura fotometriska noteikšana (11. metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama apmaiņas magnija satura noteikšanai augsnēs, kurās  $\text{pH}_{\text{KCl}}$  zemāks par 6.9.

PIEZĪME. Pēc šīs metodes no 2004. gada nosaka apmaiņas magnija saturu augsnēs tikai zinātniskās pētniecības projektu vai programmu ietvaros savstarpēji salīdzināmu datu iegūšanai. Veicot augšņu agroķīmisko izpēti lauksaimnieciskās ražošanas vajadzībām, šī metode aizstāta ar DL metodi, nosakot Mg tāpat kā fosforu un kāliju kalcija laktāta ekstraktā (sk. 4. metodi).

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3. Princips

3.1. Apmaiņas magniju ekstrahē no augsnes ar 1 M KCl šķīdumu ( $\text{pH}$  5,6-6,0), augsnes un estrahenta attiecība 1: 2.5.

3.2. Magnija fotometriskās noteikšanas metodes pamatā ir krāsainu magnija savienojumu veidošanās sārmainā vidē. Mangāna, dzelzs un alumīnija traucējošo ietekmi novērš ar hidroksilamīnu un trietanolamīnu, krāsainā kompleksa koagulāciju- ar polivinilspirtu.

### 4. Aparatūra:

- 4.1. Fotometrs
- 4.2. Iekārta reaģentu dozēšanai
- 4.3. pH-metrs;
- 4.4. Svāri;
- 4.5. Mufelkrāsns.

### 5. Trauki, materiāli:

- 5.1. Dozators vai mērcilindrs, 25 mL;
- 5.2. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;
- 5.3. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;
- 5.4. Mērkolbas, 100, 500, 1000 mL;
- 5.5. Filtrpapīrs;
- 5.6. Mēģenes;
- 5.7. Statīvi;
- 5.8. Mikromēģenes;
- 5.9. Optiskās kivetes (vienreizējas lietošanas);
- 5.10. Pipete, 5 mL.

### 6. Reāģenti:

*(Izmanto reāģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

- 6.1. Kālija hlorīds (KCl);
- 6.2. Magnija oksīds (MgO);
- 6.3. Titāndzeltenais ( $\text{C}_{28}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_4$ );
- 6.4. Trietanolamīns ( $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_3$ );
- 6.5. Hidroksilamīna hlorīds ( $\text{HONH}_2\text{Cl}$ );
- 6.6. Polivinilspirts;
- 6.7. Nātrija hidroksīds (NaOH);
- 6.8. Kālija hidroksīds (KOH (10 % šķīdums));

6.9. Hlorūdeņražskābe (HCl ( $\rho = 1.19 \text{ g/cm}^3$ ));

6.10. Dejonizēts ūdens.

7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

7.1. Krāsojošā reaģenta sagatavošana:

Krāsojošo reaģentu gatavo, ielejot 1 L mērkolbā 500 mL dejonizēta ūdens un pielejot norādītajā secībā reaģentus 7.1.1., 7.1.2., 7.1.3. un 7.1.4. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.1.1. 0,60 g hidroksilamīna hlorīda izšķīdina 12 mL dejonizēta ūdens;

7.1.2. 6,25 g trietanolamīna izšķīdina 25 mL dejonizēta ūdens;

7.1.3. 0,025 g titāndzeltenā izšķīdina 50 mL dejonizēta ūdens;

7.1.4. 1,0 g polivinilspirta, karsējot ūdens vannā, izšķīdina 50 mL dejonizēta ūdens;

7.2. 2 M NaOH sagatavošana;

40 g NaOH izšķīdina dejonizētā ūdenī, atdzesē. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz 500 mL.

7.3. 1 M KCl sagatavošana.

746 g KCl izšķīdina dejonizētā ūdenī. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz 10 L. Šķīdumam ir jābūt ar pH 5,6-6,0. Ja pH ir mazāks par 5,6, vajadzīgo pH lielumu iegūst, pielejot KCl šķīdumam 10 % KOH šķīdumu, ja pH ir lielāks par 6,0, pielej 10 % HCl šķīdumu līdz vajadzīgam skābumam.

7.4. 25 % HCl šķīduma sagatavošana

1000 mL mērkolbā ielej 300 mL dejonizēta ūdens, pielej 634,8 mL HCl [blīvums ( $\rho$ ) = 1,19 g/cm<sup>3</sup>]. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.5. 10 % HCl šķīduma sagatavošana

243 mL HCl ( $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) atšķaida līdz 1000 mL ar destilētu ūdeni.

8. Standartšķīdumu sagatavošana

8.1. Pamatstandartšķīduma sagatavošana ar Mg koncentrāciju 1 mg mL<sup>-1</sup>.

0,829 g MgO (iepriekš izkarsētu pie 500 °C līdz pastāvīgai masai) ieber 500 mL mērkolbā, pielej 10 mL 25 % HCl šķīdumu, izšķīdina. Uzpilda ar 1 M KCl līdz zīmei.

8.2. Darba standartšķīdumu sagatavošana.

100 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos pamatstandartšķīduma 8.1. daudzumus. Uzpilda ar 1 M KCl šķīdumu līdz zīmei. Darba standartšķīdumus gatavo analīzes dienā un lieto fotoelektrokolorimetra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais magnija saturs**

Pamatstandartšķīduma 8.1. tilpums (mL)	Mg koncentrācija darba standartšķīdumā (mg L <sup>-1</sup> )	Mg saturs augsnē (mg kg <sup>-1</sup> )
1,0	10	25
2,0	20	50
4,0	40	100

9. Darba gaita

10 g minerālaugsnes vai 5 g kūdrainas augsnes aplej ar 25 mL 1 M KCl, krata vienu minūti. Atstāj uz 16-20 stundām līdz nākamajai dienai. Filtrē. Izvilkumos, tos 5 reizes atšķaidot, magniju nosaka fotometriski, viļņa garums 540 nm. Darbs ar aparāturu

tiek veikts atbilstoši instrukcijām un izstrādātajām programmām. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolaugsnēm.

#### 10. Rezultātu izteikšana

10.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % paraugu analīzi atkārtoti.

10.2. Pieļaujamās novirzes no vidējā aritmētiskā ir 15 % - ja magnija saturs nepārsniedz  $600 \text{ mg kg}^{-1}$  augsnes, 10 % - ja lielāks par  $600 \text{ mg kg}^{-1}$  augsnes.

### **XII. Kustīgā vara, cinka un mangāna noteikšana augsnē EDTA ekstraktā ar atomabsorbcijas spektrometru (12. metode)**

#### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama kustīgā vara, cinka un mangāna satura noteikšanai augsnēs. Augšņu agroķīmiskajā izpētē lauksaimnieciskās ražošanas vajadzībām tā ieviesta 1999. gada rudenī.

#### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

#### 3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā vara, cinka un mangāna ekstrakcija no augsnes ar 0,05 M etilēndiamīntetraetiskābes dinātrija sāls šķīdumu, augsnes un ekstrahenta attiecībai esot 1 : 10. Vara, cinka un mangāna saturu ekstraktā nosaka ar atomabsorbcijas metodi.

#### 4. Aparatūra:

4.1. Laboratorijas aparatūra;

4.2. Rotators ar 30-40 apgriezieniem minūtē vai kratītājs ar 75 reižu pārvietošanos minūtē;

4.3. Atomabsorbcijas spektrometrs ar vara, cinka un mangāna lampām, ar fona kompensācijas lampu un degli acetilēna un gaisa maisījumam;

4.4. Svari;

4.5. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;

4.6. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves.

#### 5. Reaģenti

(Analīzei izmantojami tikai reaģenti ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi un tikai destilēts vai dejonizēts ūdens, kas pēc ISO 3696 atbilst 2. klasei.)

5.1. Etilēndiamīntetraetiskābes dinātrija sāls (EDTA), ekstrahents, 0,05 M šķīdums.

Izšķīdina  $18,612 \pm 0,001 \text{ g}$  EDTA un atšķaida ar ūdeni līdz 1000 mL. Noslēgtā un tumšā traukā šķīdumu var uzglabāt ilgstoši.

#### 6. Standartšķīdumi:

6.1. Vara, cinka un mangāna pamatstandartšķīdumi un standartšķīdumi.

Lieto sertificētus Cu, Zn, Mn pamatstandartšķīdumus.

6.1.1. Varš, pamatstandartšķīdums ar Cu koncentrāciju  $1 \text{ mg mL}^{-1}$ .

6.1.2. Varš, standartšķīdums ar Cu koncentrāciju  $10 \text{ mg L}^{-1}$ .

10,0 mL vara pamatstandartšķīduma (6.1.1.) 1000 mL mērkolbā atšķaida ar ūdeni līdz zīmei.



6.1.3. Cinks, pamatstandartšķīdums ar Zn koncentrāciju  $1 \text{ mg mL}^{-1}$ .

6.1.4. Cinks, standartšķīdums ar Zn koncentrāciju  $10 \text{ mg L}^{-1}$ .

10,0 mL cinka pamatstandartšķīduma (6.1.3.) 1000 mL mērkolbā atšķaida ar ūdeni līdz zīmei.

6.1.5. Mangāns, pamatstandartšķīdums ar Mn koncentrāciju  $1 \text{ mg mL}^{-1}$ .

6.1.6. Mangāns, standartšķīdums ar Mn koncentrāciju  $100 \text{ mg L}^{-1}$ .

100,0 mL mangāna pamatstandartšķīduma (6.1.5.) 1000 mL mērkolbā atšķaida ar ūdeni līdz zīmei.

6.4. Multielementu (Cu, Zn, Mn) kalibrēšanas standartšķīdumi.

100 mL mērkolbās ielej 0 mL, 1.00 mL, 3.00 mL, 5.00 mL, 8.00 mL un 10.00 mL vara (6.1.2.), cinka (6.1.4.). 100 mL mērkolbās ielej 0 mL; 0,5 mL; 3,0 mL un 5 mL mangāna (6.1.6.) standartšķīdumus. Atšķaida ar ekstrahentu (5.1.) līdz zīmei.. Kalibrēšanas šķīdumus gatavo analīzes dienā.

## 7. Darba gaita

5 g augsnes aplej ar 50,0 mL ekstrahenta (5.1.). Ekstrahē ar rotatoru (4.2.) divas stundas. Filtrē (var arī centrifugēt). Vienlaikus gatavo trīs kontroles jeb tukšos mērījumus, kas ietver sevī visas analīzes stadijas, atskaitot parauga iesvēršanu. Ekstraktā nosaka vara, cinka un mangāna saturu pie viļņu garuma attiecīgi 324,7 nm (Cu), 213,9 nm (Zn) un 279,5 nm (Mn) ar atomabsorbcijas spektrometru. Lai noteiktu mangāna saturu ekstraktā, tas ir piecas reizes jāatšķaida ar EDTA (5.1.). Darbu ar aparāturu veic atbilstoši iekārtu lietošanas instrukcijām. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolparaugiem.

PIEZĪME. Visi trauki, kuri tiek lietoti noteikšanai, pirms lietošanas jāizskalo ar ekstrahanta šķīdumu (5.1.). Filtrpapīrs nedrīkst saturēt Cu, Zn, Mn.

## 8. Rezultātu izteikšana

8.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreizēju mērījumu. 5 % augsnes paraugu analīzi atkārtoti.

8.2. Varam pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 25 % - ja tā saturs augsnē ir  $1\text{-}3 \text{ mg kg}^{-1}$  un 21 % - ja tā saturs ir lielāks par  $3 \text{ mg kg}^{-1}$ .

8.3. Cinkam pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 34 % - ja tā saturs augsnē ir  $0,5\text{-}1 \text{ mg kg}^{-1}$ , 28 % - ja lielāks par  $1 \text{ mg kg}^{-1}$  un 13 % - ja lielāks par  $2 \text{ mg kg}^{-1}$ .

8.4. Mangānam pieļaujamā novirze no vidējā aritmētiskā ir 14 %.

## XIII. Ūdenī šķīstošā nātrija satura fotometriska noteikšana (13.metode)

### 1. Darbības sfēra

Šī metode lietojama ūdenī šķīstoša nātrija satura noteikšanai augsnēs.

### 2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām analīzēm (kārtības 22.-32.punkts).

### 3.Principis.

Metodes pamatā ir ūdenī šķīstoša nātrija ekstrakcija ar dejonizēto ūdeni. Nātrija daudzumu izvilcumā nosaka ar liesmas fotometru.

### 4. Aparatūra:

4.1. Liesmas fotometrs;

4.2. Kratītājs ar 75 reižu pārvietošanos minūtē;

4.3. Svari.

5. Trauki, materiāli:

5.1. Mērkolbas, 100, 250 mL;

5.2. Mērcilindri 100, 250 mL;

5.3. Pipetes 1 mL;

5.4. Piltuves;

5.5. Filtrpapīrs lēnai filtrēšanai.

6. Reāģenti

*(Izmanto reāģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

6.1. Dejonizēts ūdens.

6.2. Standarts: sertificēts nātrija standartšķīdums ar nātrija koncentrāciju 1000 mg L<sup>-1</sup>.

7. Reāģentu šķīdumu sagatavošana:

7.1. Standartšķīdumu sagatavošana nātrija satura noteikšanai;

7.1.1. Pamatstandartšķīdums - sertificētais nātrija standartšķīdums ar nātrija koncentrāciju 1000 mg L<sup>-1</sup>.

7.1.2. Standartšķīduma sagatavošana ar nātrija koncentrāciju 10 mg L<sup>-1</sup> tabulā:

1,0 mL pamatstandartšķīduma 7.1.1. Ielej 100 mL mērkolbā. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei.

7.1.3. Kalibrēšanas pārbaudes standartšķīduma sagatavošana ar nātrija koncentrāciju 2 mg L<sup>-1</sup>:

0,2 mL pamatstandartšķīduma 7.1.1. ielej 100 mL mērkolbā. Uzpilda ar dejonizētu ūdeni līdz zīmei..

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais nātrija saturs**

Standartšķīduma 7.1.1. tilpums (mL)	Na (mg L <sup>-1</sup> ) darba standartšķīdums, (mL)	Na (mg kg <sup>-1</sup> ) augsnes pie augsnes un ūdens attiecības 1 : 5	Na (mg kg <sup>-1</sup> ) augsnes pie augsnes un ūdens attiecības 1 : 10
0	0	0	0
0,2	2	10	20
1,0	10	50	100

8. Darba gaita.

8.1. Augsnes iesvaru analīzei ņem atkarībā no prognozējamā organisko vielu satura augsnē (nosaka vizuāli):

8.1.1. 30 ± 0,1 g - ja organisko vielu saturs ir līdz 30%;

8.1.2. 15 ± 0,1 g - ja organisko vielu saturs ir lielāks par 30%.

8.2. Nosvērtus augsnes paraugus aplej ar 150 ± 0,1 mL dejonizētu ūdeni.

Kolbas ievieto kratītājā un krata 15 min. Filtrē caur filtrpapīru. Pirmo filtrāta porciju līdz 10 mL nolej. Filtrātam jābūt dzidram. Pēc filtrēšanas filtrātus samaisa un tad izmanto nātrija satura noteikšanai.

8.3. Nātrija saturu filtrātā nosaka ar liesmas fotometru. Viļņa garums 588-590 nm.

Kalibrē, lietojot standartšķīdumus 7.1.2. un 7.1.3.

8.4. Analīžu rezultātu pareizību pārbauda ar kontrolaugsnēm. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši aparātu instrukcijām un izstrādātajām programmām.

9. Rezultāta izteikšana

9.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu nātrija saturu  $\text{mg kg}^{-1}$  augsnes. 5% paraugu analīzi atkārtoti.

9.2. Pieļaujamās novirzes nātrija saturam no vidējā aritmētiskā ir 13%.

#### **XIV. Kustīgā dzelzs satura noteikšana ar atomabsorbcijas metodi (14. metode)**

1. Darbības sfēra

Šī metode piemērojama kustīgā dzelzs satura noteikšanai augsnēs.

2. Normatīvās atsauces

Paraugu sagatavošana ķīmiskajām (kārtības 22.-32. punkts).

3. Princips

Metodes pamatā ir kustīgā dzelzs ekstrakcija no augsnes ar 1N hlorūdeņražskābes šķīdumu, augsnes un šķīduma attiecībai esot 1:10. Dzelzs saturu augsnē nosaka, mērot brīvo dzelzs atomu gaismas absorbciju.

4. Aparatūra:

4.1. Atomabsorbcijas spektrometrs ar dzelzs lampu;

4.2. Rotators ar 30-40 apgriezieniem minūtē vai kratītājs ar 75 reižu pārvietošanas minūtē;

4.3. Svāri;

4.4. Kompresors.

5. Trauki, materiāli:

5.1. Mērkolbas, 100, 1000 mL;

5.2. Dozators vai mērcilindrs 50 mL;

5.3. Desmitpozīciju plastmasas kasetes;

5.4. Desmitpozīciju plastmasas filtrpiltuves;

5.5. Pipetes 1, 5, 10 mL;

5.6. Mēģenes;

5.7. Statīvi;

5.8. Filtrpapīrs;

5.9. Acetilēns (sašķidrināts).

6. Reaģenti:

*(Izmanto reaģentus tikai ar atzītu analītiskās tīrības pakāpi).*

6.1. Dejonizēts ūdens;

6.2. Hlorūdeņražskābe (HCl);

6.3. Standarts: sertificētais dzelzs standarsšķīdums ar Fe koncentrāciju  $1000 \text{ mg L}^{-1}$ .

7. Reaģentu šķīdumu sagatavošana

7.1. Ekstrahenta – 1 N HCl šķīduma sagatavošana

82,5 mL HCl (blīvums  $\rho = 1,185 \text{ g mL}^{-1}$ ) atšķaida līdz 1000 mL ar dejonizēto ūdeni.

7.2. Standartsšķīdumu sagatavošana Fe satura noteikšanai

- 7.2.1. Pamatstandartšķīdums - sertificētais Fe standartšķīdums ar Fe koncentrāciju 1000 mg L<sup>-1</sup>.
- 7.2.2. Standartšķīduma sagatavošana ar Fe koncentrāciju 100 mg L<sup>-1</sup>: 100 mL mērkolbā ielej 10 mL šķīduma 7.2.1. Uzpilda ar destilēto ūdeni līdz zīmei.
- 7.2.3. Darba. standartšķīduma sagatavošana 100 mL mērkolbās ielej tabulā norādītos standartšķīduma 7.2.2. daudzumus.
- Atšķaida ar šķīdumu 7.1. līdz zīmei. Darba standartšķīdumu gatavo analīzes dienā. Lieto atomabsorbcijas spektrometra kalibrēšanai.

**Tabula: Darba standartšķīdumu gatavošanai nepieciešamie šķīduma daudzumi un tiem atbilstošais dzelzs saturs**

Standartšķīduma 7.2.2. tilpums (mL)	Fe (mg L <sup>-1</sup> ) darba standartšķīdums	Fe (mg kg <sup>-1</sup> ) augsnes pie augsnes un ekstrahenta attiecības 1 : 10
0	0	0
1	1	10
2	2	20
3	3	30
4	4	40
5	5	50

## 8. Darba gaita

8.1. 5 g augsnes aplej ar 50 mL ekstrahenta. Ekstrahenta temperatūra 20 ± 2°C. Ekstrahē ar rotatoru vai kratītāju 4.2. vienu stundu. Filtrē. Vienlaikus sagatavo kontrolaugsnī un tukšo paraugu, kas ietver sevī visas analīzes stadijas, atskaitot tukšo parauga iesvēršanu.

8.2. Dzelzs koncentrāciju izvilkmumos, tos iepriekš apmēram 50-100 reizes atšķaidot, nosaka ar atomabsorbcijas spektrometru pie viļņa garuma 248 nm, atomizācijai izmantojot acetilēna un gaisa maisījumu. Darbs ar aparāturu tiek veikts atbilstoši iekārtu lietošanas instrukcijai. Rezultātu pareizību kontrolē ar kontrolparaugiem.

## 9. Rezultāta izteikšana

9.1. Par analīzes rezultātu pieņem vienreiz noteiktu dzelzs saturu mg kg<sup>-1</sup> augsnes. 5% paraugu analīzi atkārti.

9.2. Pieļaujamās novirzes dzelzs saturam no vidējā aritmētiskā ir 14%.