استخلاص النايتروجين من التربة

يستخلص النايتروجين من نموذج التربة بعد هضم نموذج التربة مع حامض الكبريتيك المركز بوجود مادة مساعدة على اكسدة المادة العضوية حيث يسحق محلول التربة والحامض ويضاف له كبريتات البوتاسيوم او الصوديوم والتي تساعد على رفع درجة الغليان للمزيج وبذلك يمكن استخدام حرارة الهضم اعلى مع وجود عامل مساعد على اكسدة المادة العضوية مثل النحاس والسلينيوم وبهذه العملية يحول النايتروجين الى امونيا بعدها يتم تقديره باحدى الطرق المتوفرة (Hesse 1972) .

المواد الكيميائية اللازمة للهضم :-

1 – حامض الكبريتيك المركز والخالي من النايتروجين (98%)

2 – خليط العامل المساعد والمكون من (100) غم من كبريتات البوتاسيوم و (10) غم من كبريتات النحاس المائية (يجب ان تكون بشكل مسحوق مجفف على حرارة 210) و(1) غم من السلينيوم حيث تسحق وتخلط في هاون خزفي .ان الغرض من اضافة كبريتات البوتاسيوم هو لرفع درجة غليان حامض الكبريتيك وقد يستعاض عنها باستخدام كبريتات الصوديوم.

هضم التربة (طريقة العمل) :-

1 – زن (1) غم من تربة جافة هوائيا (0.15 ملم) الى انبوب هضم سعة (100) مل

2 – اضف حوالي (5-5.5) غم من الخليط المساعد او المحفز و(15) مل من حامض الكبريتيك المركز (في حجرة شفط الابخرة) رج بعناية ضع قمع زجاجي في اعلى الانبوب بعدها ضع الانبوب على الحامل واتركه طوال الليل .

3 – قم برفع درجة الحرارة اسفل الانبوب حتى(370) م عندها سيتكاثف حامض الكبريتيك حتى منتصف عنق الانبوب تابع التسخين لمدة حوالي (3) حتى يصبح محلول الهضم رائقا تماما

4 – ارفع حامل الانبوب من جهاز الهضم ثم ضع الانبوب يبرد حتى تصل حرارته الى درجة حرارة الغرفة

5 – اضف ببطئ حوالي (15) مل من الماء المقطر الى الانابيب برد ثم اكمل الحجم الى (100) مل بالماء المقطر .اذا تصلبت محتويات الانبوب ولم تنحل سخن الانبوب مرة ثانية حتى ذوبان الترسبات (الجبس) ثم برد باستخدام صنبور الماء

6 – جهز دوما لكل عينة مهضومة انبوب شاهد

المواد الكيميائية لغرض تحليل النايتروجين بطريقة كلداهل

1 – محلول خليط الكواشف وهو عبارة عن مزيج من (0.1) غم من صبغة البروم الكلسيرول الخضراء مع (0.07) غم من صبغة المثيل الاحمر في (100) مل من كحول اثيلي (95%) .ينظم لون المحلول الى اللون الوسيط البنفسجي المزرق عند (pH4.5) باستخدام محاليل مخففة من هيدروكسيد الصوديوم او حامض الهايدروكلوريك حسب ال (pH) .ان لون الدليل يكون وردي عند pH اقل من (4.2) واخضر مزرق عند pH اعلى من (4.9) .

2 – محلول هيدروكسيد الصوديوم (10N) ويحضر باذابة (420) غم من هيدروكسيد الصوديوم في لتر من الماء المقطر على ان يترك لعدة ايام لغرض ترسيب كاربونات الصوديوم الناتجة من اذابة الغاز الجوي

3 – محلول حامض البوريك مع الكاشف ويحضر من اذابة (20) غم من حامض البوريك النقي في حوالي (100) مل من الماء المقطر الساخن بعدها يبرد ويضاف له (20) مل من محلول خليط الكواشف ثم اضف قطرات من محلول هيدروكسيد الصوديوم (1M يحضر بكمية قليلة) الى ان يصبح لون المحلول بنفسجي محمر بعدها خفف بالماء المقطر الى لتر .

4 – حامض الهايدروكلوريك بتركيز (0.01N) .

خطوات التقطير :-

ضع (5) مل من محلول حامض البوريك والكاشف في دورق مخروطي سعة (50) مل وضع علامة عند حجم (35) مل ثم ضع الدورق اسف المكثف بحيث تكون نهاية المكثف فوق المحلول .

اضف (10-20) مل من مستخلص التربة المهضومة الى وعاء التفاعل واضف اليه (15) مل من محلول هيدروكسيد بعدها اضف القليل من الماء استمر بعملية التقطير الى ان يصبح حجم المحلول في دورق الاستلام (35) مل حيث تتم عملية التقطير ونزول النشادر الى حامض البوريك فيتحول حامض البوريك الى بورات الامونيوم حيث يتحول اللون من بنفسجي الى اخضر وبعد ذلك يسحح مع حامض الهيدروكلوريك (0.01N) فيتحول اللون الى البنفسجي من جديد تؤخذ القراءة من السحاحة .

ملاحظة :- عدد مليمكافئات حامض Hcl = عدد مليمكافئات بورات الامونيوم و= عدد مليمكافئات النايتروجين

$$N\% \text{ in Soil} = (V-B) \times N \times R \times 14 \times 100/Wt \times 1000$$

V = حجم حامض الهايدروكلوريك المستهلك في معايرة العينة (مل)

B = حجم حامض الهايدروكلوريك المستهلك في معايرة الشاهد (مل)

N = عيارية حامض الهايدروكلوريك

14 = الوزن الذري للازوت

Wt = وزن التربة الجافة هوائيا

البوتاسيوم القابل للاستخلاص :-

ان هذا الجزء من بوتاسيوم التربة هو مجموع البوتاسيوم الذائب في الماء والبوتاسيوم المتبادل .في هذه الطريقة يستخدم محلول ملحي حيادي من اجل استبدال الكاتيونات الموجودة على معقد التربة المتبادلة .لذلك يشار الى تركيز الكاتيونات المقدرة بهذه الطريقة على انه متبادل بالنسبة للترب الغير كلسية اما بالنسبة للترب الكلسية فيشار الى تركيز الكاتيونات على انها متبادلة+ذائبة (Richards ,1954) .

الاجهزة :-

1 – جهاز التحليل الطيفي باللهب مع الملحقات

2 – جهاز طرد مركزي بمعدل 3000 دورة /دقيقة

3 – جهاز الرج الكهربائي الترددي

المحاليل :-

أ – محلول خلات الامونيوم N1 (NH_4OAc)

اضف (57) مل من حامض الخليك المركز (CH_3COOH) الى (800) مل من الماء المقطر ثم اضف (68) مل من ماءات الامونيوم المركزة (NH_4OH) امزجه جيدا ثم دع المزيج ليبرد.

عدل درجة pH الى (7.0) باضافة حامض الخليك اوماءات الامونيوم واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر.

ب – محلول الام القياسي

جفف حوالي (3) غم من كلوريد البوتاسيوم بالفرن على درجة حرارة (120) م لمدة 2- (1) ساعة برد بالمجفف واحفظه في زجاجة محكمة الاغلاق

اذب (1.907) غم من كلوريد البوتاسيوم المجفف في الماء المقطر واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر هذا المحلول يحتوي على (1000) ppm من البوتاسيوم (محلول الام)

حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول الام كالاتي خفف (20,15,10,8,6,4,2) مل من محلول الام الى (100) مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منها ماء مقطر او محلول خلات الامونيوم N1 هذه المحاليل تحتوي على

(200,150,100,80,60,40,20) ppm من البوتاسيوم على التوالي

طريقةالعمل :-

1 – زن (5) غم من تربة جافة هوائيا (اقل من 2 ملم) وانقلها الى انبوب طرد مركزي سعة (50) مل ثم اضف مل ثم اضف (33) مل من محلول خلات الامونيوم ثم رج لمدة (5) دقائق على جهاز الرج الكهربائي .يجب اغلاق الانابيب بسدادات مطاطية نظيفة ومصنوعة من مادة البولي اثيلين واستبعاد مادة الفلين الذي يسبب وقوع بعض الاخطاء.

2 – ثفل حتى يصبح السائل رائقا ثم يجمع المستخلص في دورق حجمي سعة (100) مل عبر ورقة ترشيح لاستبعاد اي جزيئات من التربة تكرر هذه العملية مرتين اضافيتين وجمع المستخلص في كل مرة

3 – خفف مستخلصات الامونيوم المركبة الى الحجم بمحلول خلات الامونيوم N1

4 – اقرا سلسلة المحاليل القياسية المناسبة للبوتاسيوم وارسم المنحنى البياني

5 – اقرا تركيز العينات (مستخلصات التربة) وخذ قراءات الطيف على جهاز التحليل الطيفي باللهب بطول موجة (767) nm

6 – احسب تركيز البوتاسيوم طبقا للمنحنى البياني

الحساب

من اجل البوتاسيوم القابل للاستخلاص في التربة

Extractable K(ppm) = ppm K (standard curve) χ A/Wt

حيث ان A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص بالمل

Wt = وزن التربة الجافة هوائيا بالغم

البوتاسيوم الذائب

في هذا الجزء تقدر كمية البوتاسيوم المستخلصة من التربة بواسطة الماء المقطر

طريقة العمل :-

1 – زن (5) غم من التربة الجافة هوائيا (اقل من 2 ملم) الى دورق ارلينماير سعة (250) مل اضف (100) مل من الماء المقطر ثم رج بواسطة الرجاج الكهربائي لمدة ساعة كاملة

2 – رشح ومن ثم اقرا تركيز البوتاسيوم الذائب في جهاز التحليل الطيفي باللهب

الحساب

من اجل البوتاسيوم الذائب في التربة :-

Soluble K(ppm) = ppm K (standard curve) χ A/Wt

البوتاسيوم المتبادل :-

يشكل عادة البوتاسيوم المتبادل الموجود في مواقع التبادل او على سطوح معادن الطين الجزء الاكبر من اجمالي البوتاسيوم القابل للاستخلاص ويمكن استنتاج كميته من المعادلة التالية

Exchangable K (ppm) = Etractable K (ppm) – Soluble K (ppm)