الكلية	كلية الزراعة
القسم	التربة والموارد المائية
المادة باللغة الانجليزية	Soil, water and plant analysis
المادة باللغة العربية	تحليل تربة وماء ونبات
المرحلة الدراسية	الثانية
اسم التدريسي	د. حارث صداع مضعن خلف
عنوان المحاضرة باللغة الانجليزية	Sample Dissolution
عنوان المحاضرة باللغة العربية	اذابة العينة
رقم المحاضرة	5
المصادر والمراجع	حسين علي جبار وآخرون (2008). دليل تحاليل التربة والنبات والمياه. وزارة التعليم العالي – العراق. Jones, J. B. (2001). Laboratory Guide for Conducting Soil Tests and Plant Analysis. CRC Press. Miller, R. O. (1998). Microwave Digestion of Plant Tissue in a Closed Vessel. Handbook of Reference Methods for Plant Analysis. CRC Press.

محتوى المحاضرة

محاضرة (5)

اذابة العينة : Sample Dissolution

اعتمادا على نوع المادة المراد تحليلها ، وكذلك نوع التحليل المطلوب ، فان هذه العينات تجري عليها جملة من المعاملات تهدف الى جلب العناصر المراد تحليلها للمحلول وفي نفس الوقت يراعى تقليل التداخل بين العناصر والمركبات الاخرى قدر الامكان . وبما ان العناصر الموجودة في التربة توجد بصور مختلفة (ذائبة و متبادلة ومثبتة وضمن التركيب

البلوري .....الخ) لذلك يمكن تقسيم طرق الحصول على المستخلص الى طريقتين هما (الاستخلاص بعد تحطيم مادة التربة بالكامل كما في حالة تقدير المحتوى الكلي من العناصر وبدون تحطيم مادة التربة كما في حالة تقدير العناصر الجاهزة في التربة) . اما المواد العضوية فعادة ما تهضم وتحول فيها صيغ العناصر الى صيغ غير عضوية قبل التقدير كما في حالة الهضم بطريقة كلداهل .

طرق تذويب العينة :

تتم اذابة العينات بطريقتين :

أ – الصهر بكاربونات الصوديوم Na_2CO_3 .

ب – الهضم بواسطة الحوامض مثل حامض الهيدروفلوريك HF . والبر كلوريك $HClO_4$ والفسفوريك H_3PO_4 والكبريتيك H_2SO_4 . هنالك بعض المعادن والتي تتواجد عادة بكميات قليلة في التربة مثل Chromite و Zircon لا تصبح ذائبة بهاذين الطريقتين وتوجد طرق اخرى للصهر مثل استعمال اوكسيد الصوديوم Na_2O و $K_2S_2O_7$.

تحطيم المادة العضوية : Destruction of organic material

المواد العضوية على اختلاف انواعها يتم تحليلها بأكسدة هذه المواد اما عن طريق الارماد الجاف dry ashing او الهضم الرطب wet digestion .

1 – الارماد الجاف : dry ashing

تعتبر هذه الطريقة المبسطة من بين اكثر طرق التحليل للمواد العضوية والبيولوجية والتي يمكن من خلالها استعادة وتقدير كل من الرصاص والزنك والانتيمون والكروم والمولبدنم والسترونتيوم والحديد وبفقد قليل بسبب الاستبقاء (Retention) وهو بقاء المواد على

جدران الاوعية المستخدمة مما يسبب تلوث العينات اللاحقة واختلاف الوزن الحقيقي فضلا عن التطاير والذي يحدث لبعض العناصر مثل الزئبق مما يسبب الفقد بالوزن . وعادة ما تستعمل لهذا الغرض جفن البورسلين . الرصاص عادة ما يتطاير عند درجات حرارة اكثر من 500 درجة مئوية خاصة بوجود الكلوريد وفي حالة تقدير الرصاص يفضل استعمال الجفن البلاتينية للتقليل من الفقد بسبب الاستبقاء . عند اضافة مادة مؤكسدة للعينة فانه يمكن زيادة كفاءة الارماد باستعمال نترات المغنيسيوم التي تعد من بين اكثر المواد فائدة وعند استعمالها يمكن استرداد وتقدير كل من الزرنيخ والنحاس والفضة فضلا عن العناصر المشار اليها اعلاه .

العينات السائلة او الرطبة يجب تجفيفها عن طريق التسخين الهادئ قبل وضعها بالفرن (Muffle furnace) . كما ان درجة حرارة الفرن ترفع تدريجيا الى اقصى درجة حرارة مطلوبة لمنع الاحتراق السريع والتزبد (تكون رغوة على السطح foaming) . بعد انتهاء عملية الارماد تغسل المخلفات (الرماد الموجود في الجفن) مع 1 او 2 مل من حامض مركز من HCL 6 M وتنقل الى بيكر او دورق لاتمام العمليات اللاحقة لعملية التقدير .

من التقنيات الاخرى المستعملة في هذا المجال هي الارماد في درجات حرارة واطئة Low temperature ashing – ويتم ذلك بمساعدة تفريغ كهربائي لموجات ذات تردد راديوي A radio frequency discharge والتي تنتج جذور اوكسجين فعالة تعمل على مهاجمة واكسدة المادة العضوية في درجات حرارة واطئة .

وبهذه الطريقة يمكن استعمال درجة حرارة اقل من 100 م° وبذلك يمكن تقليل الفقد بسبب التطاير الى ادنى حد ممكن ، كما يقل التلوث بالعناصر المنطلقة من الجفن والجو وكذلك يقل الفقد بسبب الاستبقاء .

2 – الهضم الرطب : Wet digestion

يتم الهضم الرطب باستعمال مزيج من حامضي النتريك والكبريتيك والتي تعد ثاني اكثر الطرق شيوعا . عادة تستعمل كميات قليلة من حامض الكبريتيك مثلا 5 مل مع كمية اكثر من حامض النتريك 20 – 30 مل . والهضم الرطب عادة ما يتم في اوعية كلداهل . يعمل حامض النتريك على تحطيم معظم المادة العضوية ولكن لا ترتفع درجة الحرارة لمستوى كافي لتحطيم الكميات القليلة المتبقية من المادة العضوية . يتعرض حامض النتريك للتبخر خلال عملية الهضم ويبقى فقط حامض الكبريتيك الذي يتكاثف مكونا ابخرة بيضاء من الكبريتات SO_3 في الدورق . في هذه المرحلة يصبح المحلول حار جدا وعندها يعمل حامض الكبريتيك على اكسدة البقية المتبقية من المادة العضوية وقد يحصل في هذه المرحلة تفحم في الدورق في حالة وجود كمية كبيرة من المادة العضوية او مواد عضوية عالية المقاومة للاكسدة . في هذه الحالة قد تضاف كمية اضافية من حامض النتريك وتستمر عملية الهضم حتى يصبح لون المحلول رائقا و ان جميع عملية الهضم تتم في Fume hood مع الحذر الشديد وتجنب التسمم بالأبخرة .

يستعمل مزيج اكثر كفاءة في اكسدة المادة العضوية يتكون من مزيج حامض الكبريتيك والبركلوريك والنتريك وبنسبة حجمية حوالي 1 : 1 : 3 على التوالي . تقريبا 10 مل من

هذا المحلول تكفي لهضم 10 مل من المادة العضوية الطازجة . يعد حامض البركلوريك مادة فعالة وكفوءة في اكسدة ما يتبقى من المادة العضوية عندما يسخن محلول الهضم ويفقد ما به من ماء . تسخن العينة لحين غليان حامض النتريك وتبخره . يلاحظ عندها تكون ابخرة من حامض البركلوريك والتي تكون اقل كثافة من ابخرة SO_3 ولكنها تملئ الدورق بسرعة اكبر . ان حامض البركلوريك يغلي حين ظهور ابخرة من SO_3 والتي تشير الى تبخر جميع حامض البركلوريك . هنالك احتمال ضئيل لحصول انفجار ناتج عن حامض البركلوريك مادام قد اضيفت كمية كافية من حامض النتريك لتحطيم معظم المادة العضوية ولا زال هنالك حامض النتريك في الجفنة لمنع جفاف العينة . كفاءة المزيج يمكن زيادتها بدرجة عالية باضافة المولبدنم . حال تبخر الماء وحامض النتريك فان عملية الهضم تتم بشدة عالية مع تكون رغوة ، وان عملية الهضم تتم بعدة ثواني وبهذه المعاملة يمكن اختزال زمن الهضم بدرجة كبيرة جدا .

يستعمل احيانا مزيج من حامض النتريك والبركلوريك ، ويجب الانتباه لعدم تبخر حامض البركلوريك لحد الجفاف والا قد يؤدي لحدوث انفجار شديد . هذه الطريقة لا ينصح باستعمالها الا لذوي الخبرة العالية .

مزيج حامض النتريك والبركلوريك والكبريتيك يمكنه كميا استرداد كل من عناصر الزنك ، السلينيوم ، الزرنيخ ، النحاس ، الكوبلت ، الفضة ، الكاديوم ، انتيمون ، antimony والكروم ، المولبدنيوم ، السترونيوم ، والحديد . استعمال حامض الكبريتيك غالبا ما يؤدي الى فقد

الرصاص . مزيج حامض النتريك والبركلوريك يمكن استعماله لتقدير الرصاص وكل العناصر السابقة .

لا يمكن تقدير الزئبق بطريقة الترمد الجاف بسبب الطبيعة التبخيرية للزئبق ومركباته ويجب استعمال طريقة الهضم الرطب و باستعمال معدات الاسترداد reflux apparatus .

مقارنة بين الارماد الجاف والهضم الرطب :

الارماد الجاف	الهضم الرطب
1 – طريقة بسيطة ورخيصة	طريقة صعبة ومكلفة
2 – تخلو من الاخطاء الموجبة (مواد كيميائية قليلة)	وجود اخطاء موجبة(مواد كثيرة)
3 – اخطاء بسبب الاستبقاء والتطاير	لا توجد هذه الاخطاء
4 – الوقت 2 – 4 ساعة	الوقت نصف الى ساعة
5 – يتطلب حرارة عالية	حرارة اقل
6 – لا يستعمل للزئبق بسبب التطاير	لا يستعمل الكبريتيك في تقدير الرصاص