

جمهوری اسلامی ایران
معاونت برنامه‌ریزی و نظارت راهبردی رئیس جمهور

**دستورالعمل تجزیه های آزمایشگاهی نمونه های خاک
و آب
نشریه شماره ۴۶۷**

وزارت جهاد کشاورزی
موسسه تحقیقات خاک و آب

<http://www.swri.ir>

معاونت نظارت راهبردی
دفتر نظام فنی اجرایی
<http://tec.mporg.ir>



بسمه تعالی

ریاست جمهوری

معاون برنامه ریزی و نظارت راهبردی رییس جمهور

شماره : ۱۰۰/۱۱۳۱۹۹	بخشنامه به دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور و پیمانکاران
تاریخ : ۱۳۸۷/۱۱/۲۹	
موضوع : دستورالعمل تجزیه‌های آزمایشگاهی نمونه‌های خاک و آب	
به استناد آیین‌نامه استانداردهای اجرایی طرح‌های عمرانی، موضوع ماده (۲۳) قانون برنامه و بودجه و در چارچوب نظام فنی و اجرایی کشور (مصوبه شماره ۴۲۳۳۹/ت ۳۳۴۹۷ هـ، مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیأت محترم وزیران)، به پیوست نشریه شماره ۴۶۷ دفتر نظام فنی اجرایی، با عنوان « دستورالعمل تجزیه‌های آزمایشگاهی نمونه‌های خاک و آب » از نوع گروه سوم ابلاغ می‌شود. دستگاه‌های اجرایی، مهندسان مشاور، پیمانکاران و عوامل دیگر می‌توانند از این نشریه به عنوان راهنما استفاده کنند و در صورتی که روش‌ها، دستورالعمل‌ها و راهنمای بهتری در اختیار داشته باشند، رعایت مفاد این بخشنامه الزامی نیست. عوامل یاد شده باید نسخه‌ای از دستورالعمل‌ها، روش‌ها یا راهنماهای جایگزین را به دفتر نظام فنی اجرایی ارسال کنند. امیرمنصور برقی معاون برنامه ریزی و نظارت راهبردی رییس جمهور	

اصلاح مدارک فنی

خواننده گرامی

دفتر نظام فنی اجرایی معاونت برنامه‌ریزی و نظارت راهبردی رییس جمهور، با استفاده از نظر کارشناسان برجسته مبادرت به تهیه این نشریه کرده و آن را برای استفاده به جامعه مهندسی کشور عرضه نموده است. با وجود تلاش فراوان، این اثر مصون از ایرادهایی نظیر غلطهای مفهومی، فنی، ابهام، ابهام و اشکالات موضوعی نیست.

از این‌رو، از شما خواننده گرامی صمیمانه تقاضا دارد در صورت مشاهده هرگونه ایراد و اشکال فنی

مراتب را به صورت زیر گزارش فرمایید:

- ۱- شماره بند و صفحه موضوع مورد نظر را مشخص کنید.
 - ۲- ایراد مورد نظر را به صورت خلاصه بیان دارید.
 - ۳- در صورت امکان متن اصلاح شده را برای جایگزینی ارسال نمایید.
 - ۴- نشانی خود را برای تماس احتمالی ذکر فرمایید.
- کارشناسان این دفتر نظرهای دریافتی را به دقت مطالعه نموده و اقدام مقتضی را معمول خواهند داشت. پیشاپیش از همکاری و دقت نظر جنابعالی قدردانی می‌شود.

نشانی برای مکاتبه: تهران، میدان بهارستان، خیابان صفی‌علی‌شاه، مرکز تلفن ۳۳۲۷۱، دفتر نظام فنی اجرایی

Email: tsb.dta@mporg.ir

web: <http://tec.mporg.ir/>

بسمه تعالی

پیشگفتار

گسترده‌ی مطالعات خاکشناسی، نیاز به مطالعه خاک با اهداف، عمق و دامنه متفاوت مانند مراحل تفصیلی دقیق، تفصیلی، نیمه تفصیلی و اجمالی و نیاز به مطالعه خاک در اکثر طرح‌های سرمایه گذاری کشور، ایجاد انسجام و هماهنگی در نظام مطالعات دستگاه‌های اجرایی و مشاوران بخش خصوصی به منظور رعایت استانداردها و ارتقاء کیفیت مطالعات، سهولت در امر تشکیل، بهسازی و تکمیل بانک داده‌های ملی خاک؛ استفاده از تجهیزات و فناوری‌های جدید و به کارگیری روش‌های نوین در انجام مطالعات یاد شده را ضرورتی اجتناب ناپذیر می‌نماید.

از این رو معاونت نظارت راهبردی ریاست جمهوری حسب وظیفه قانونی وفق ماده ۲۳ قانون برنامه و بودجه و آیین نامه استانداردهای اجرایی طرح‌های عمرانی مصوب ۳۰ تیر ماه ۱۳۵۲ هیات وزیران و در چارچوب نظام فنی اجرایی کشور (مصوبه شماره ۴۲۳۳۹/ت ۳۳۴۹۷ هـ مورخ ۱۳۸۵/۴/۲۰ هیات محترم وزیران) به پیشنهاد موسسه تحقیقات خاک تدوین «تهیه شرح خدمات و دستورالعمل انجام مطالعات و آزمایش‌های خاکشناسی» را در دستور کار خود قرار داد.

یکی از مراحل اساسی شناخت و ارزیابی خصوصیات خاک، انجام تجزیه‌های فیزیکی، شیمیایی و کانی شناسی نمونه هاست. بدیهی است که هدف نمونه برداری و نحوه استفاده از نتایج آزمایشگاهی نقش تعیین کننده ای در انتخاب روش‌های آزمایشگاهی دارد. بعنوان نمونه شناخت خصوصیات مختلف فیزیکی و شیمیایی نمونه‌های خاک در طرح‌های کشاورزی، سدسازی، احداث راه و فرودگاه، شهرسازی و نظایر آنها امری ضروری است، اما نوع خصوصیات مورد نظر و روش‌های اندازه گیری (تجزیه‌های آزمایشگاهی) هریک از آنها برای کاربری‌های یاد شده متفاوت می باشد.

این نشریه با عنوان «دستورالعمل تجزیه‌های آزمایشگاهی برای مطالعات خاکشناسی» با هدف ارائه مناسب ترین روش‌های ارزیابی خصوصیات مختلف فیزیکی، شیمیایی و کانی شناسی نمونه‌های خاک و آب برای کاربرد در مطالعات خاکشناسی ایران و ایجاد هماهنگی در انتخاب روش‌های استاندارد، کنترل کیفیت و تضمین کیفیت، صحت و دقت داده‌ها و سهولت اندازه‌گیری‌ها در آزمایشگاه‌های خاک و آب بخش دولتی و آزمایشگاه‌های بخش خصوصی در شش فصل به شرح زیر تهیه گردیده است:

- فصل اول به روش‌های نمونه برداری صحرائی و آماده سازی نمونه ها در آزمایشگاه اختصاص دارد،
- فصل دوم تجزیه‌های فیزیکی خاک را ارائه می نماید،
- فصل سوم و چهارم به تجزیه‌های شیمیایی نمونه‌های خاک و آب می پردازد، و
- فصل پنجم نیز به تشریح روش تعیین کانی‌های رسی و میکرومورفولوژی خاک اختصاص داده شده است.
- فصل ششم (ضمائم) به معرفی روش‌های جایگزین برای برخی اندازه‌گیری‌های خاک و آب با توجه به محدودیتهای آزمایشگاه‌های فعال در این زمینه در شرایط موجود بر اساس دستورالعمل‌های مؤسسه تحقیقات خاک و آب پرداخته است.

معاون نظارت راهبردی

زمستان ۱۳۷۸

**عنوان نشریه: دستورالعمل تجزیه‌های آزمایشگاهی برای مطالعات خاکشناسی
(شماره ۴۶۷)**

تهیه کننده:

مهندسین مشاور رویان

بررسی کنندگان:

معاون دفتر نظام فنی اجرایی، معاونت برنامه ریزی و نظارت راهبردی ریاست جمهوری	آقای مهندس علیرضا دولتشاهی
رئیس گروه آب، کشاورزی، منابع طبیعی و محیط زیست مسئول دفتر نظام فنی اجرایی، معاونت برنامه ریزی و نظارت راهبردی ریاست جمهوری	آقای مهندس خشایار اسفندیاری
نماینده موسسه تحقیقات خاک و آب وزارت کشاورزی (نماینده وقت)	آقای مهندس محمد بغدادی
نماینده موسسه تحقیقات خاک و آب وزارت کشاورزی	آقای دکتر عزیز مومنی
مدیر پروژه در مهندسین مشاور رویان	آقای مهندس مهدی زرعکانی

تصویب کنندگان:

معاون دفتر نظام فنی اجرایی، معاونت برنامه ریزی و نظارت راهبردی ریاست جمهوری	آقای مهندس علیرضا دولتشاهی
رئیس گروه آب، کشاورزی، منابع طبیعی و محیط زیست مسئول دفتر نظام فنی اجرایی، معاونت برنامه ریزی و نظارت راهبردی ریاست جمهوری	آقای مهندس خشایار اسفندیاری
نماینده موسسه تحقیقات خاک و آب وزارت کشاورزی	آقای دکتر عزیز مومنی
نماینده دفتر بودجه سرمایه‌ای	آقای مهندس ناصر حاج مولانا

صفحه	عنوان
الف	پیشگفتار.....
۱	فصل اول - نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها
۳	۱-۱- نمونه برداری و آماده سازی نمونه های خاک در صحرا
۳	۱-۱-۱- کلیات
۶	۱-۱-۲- خلاصه روش
۷	۱-۱-۳- وسایل
۸	۱-۱-۴- مواد
۸	۱-۱-۵- روش کار
۱۴	۱-۱-۶- نکات
۱۵	۱-۱-۷- ایمنی
۱۶	۱-۱-۸- منابع
۱۸	۲-۱- تهیه و آماده سازی نمونه ها در آزمایشگاه
۱۸	۱-۲-۱- وسایل مورد نیاز
۱۹	۲-۲-۱- مواد لازم
۱۹	۳-۲-۱- روش کار
۲۱	۴-۲-۱- محاسبات
۲۲	۵-۲-۱- گزارش نتایج
۲۲	۶-۲-۱- ایمنی
۲۲	۷-۲-۱- منابع
۲۳	فصل دوم - تجزیه های فیزیکی خاک
۲۵	۱-۲- اندازه گیری میزان قطعات سنگی
۲۵	۱-۱-۲- وسایل
۲۶	۲-۱-۲- مواد
۲۶	۳-۱-۲- روش کار
۲۷	۴-۱-۲- محاسبات
۲۹	۵-۱-۲- گزارش نتایج
۳۰	۶-۱-۲- نکات
۳۰	۷-۱-۲- ایمنی
۳۰	۸-۱-۲- منابع
۳۰	۲-۲- اندازه گیری مقدار رطوبت خاک
۳۱	۱-۲-۲- وسایل
۳۱	۲-۲-۲- مواد
۳۱	۳-۲-۲- روش کار
۳۲	۴-۲-۲- محاسبات

صفحه	عنوان
۳۳	۵-۲-۲- گزارش نتایج
۳۳	۶-۲-۲- نکات
۳۴	۷-۲-۲- ایمنی
۳۳	۸-۲-۲- منابع
۳۳	۳-۲- اندازه گیری مقدار رطوبت اشباع خاک
۳۴	۱-۳-۲- وسایل
۳۴	۲-۳-۲- مواد
۳۵	۳-۳-۲- روش کار
۳۵	۴-۳-۲- محاسبات
۳۶	۵-۳-۲- گزارش نتایج
۳۶	۶-۳-۲- نکات
۳۶	۷-۳-۲- ایمنی
۳۶	۸-۳-۲- منابع
۳۷	۴-۲- تعیین توزیع اندازه ذرات خاک (بافت خاک)
۳۸	۱-۴-۲- تعیین توزیع اندازه ذرات خاک با پیپت
۵۳	۲-۴-۲- روش هیدرومتر
۶۲	۵-۲- جرم مخصوص (دانسیته) ظاهری (جرم مخصوص توده خاک)
۶۳	۱-۵-۲- روش کلوخه برای تعیین Dbf و Dbod
۶۸	۲-۵-۲- روش کلوخه برای تعیین Db33
۷۴	۳-۵-۲- روش سیلندر برای تعیین Dbf
۷۷	۶-۲- جرم مخصوص حقیقی (جرم مخصوص ذرات خاک)
۷۷	۱-۶-۲- روش پیکنومتر
۷۹	۷-۲- ذخیره آب خاک
۸۱	۱-۷-۲- تعیین ذخیره آب خاک در مکش های کمتر از ۲ بار، با استفاده از نمونه دست خورده
۸۴	۲-۷-۲- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از کلوخه در مکش های کمتر از ۱ بار
۸۸	۳-۷-۲- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از نمونه سیلندر در مکش های کمتر از ۱ بار
۹۱	۴-۷-۲- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از نمونه دست خورده در مکش های بالا
۹۳	۵-۷-۲- محاسبه رطوبت قابل استفاده خاک
۹۴	۸-۲- هدایت هیدرولیکی اشباع (آبگذری) خاک
۹۶	۱-۸-۲- روش تعیین هدایت هیدرولیکی اشباع با بار ثابت
۹۹	۲-۸-۲- روش تعیین هدایت الکتریکی اشباع با بار افتان
۱۰۳	۹-۲- ضریب انبساطی خطی
۱۰۳	۱-۹-۲- محاسبات
۱۰۵	۲-۹-۲- منابع

۱۰۷	فصل سوم - تجزیه‌های شیمیایی خاک.....
۱۰۹	۱-۳- واکنش (Ph) خاک
۱۰۹	۱-۱-۳ pH گل اشباع
۱۱۱	۲-۱-۳ pH خاک در نسبت ۱-۱ با آب.....
۱۱۳	۲-۳- املاح محلول و هدایت الکتریکی
۱۱۴	۱-۲-۳ پیش بینی نمک
۱۱۶	۲-۲-۳ عصاره‌گیری گل اشباع
۱۱۸	۳-۲-۳ هدایت الکتریکی عصاره اشباع
۱۱۹	۴-۲-۳ اندازه‌گیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم محلول بوسیله جذب اتمی
۱۲۴	۵-۲-۳ اندازه‌گیری آنیونهای سولفات، کلراید، نیتрат، نیتريت، فسفاتو و بروماید محلول بوسیله یون کرمتوگرافی
۱۲۹	۶-۲-۳ اندازه‌گیری آنیونهای کربنات و بی کربنات بوسیله تیترا تور اتوماتیک
۱۳۲	۷-۲-۳ برخی نسبتها و تخمینها در ارتباط با املاح محلول
۱۳۴	۳-۳- کربن آلی خاک با کمک تیترا تور اتوماتیک
۱۳۴	۱-۳-۳ وسایل
۱۳۵	۲-۳-۳ مواد
۱۳۵	۳-۳-۳ روش کار
۱۳۶	۴-۳-۳ محاسبات
۱۳۷	۵-۳-۳ گزارش
۱۳۷	۶-۳-۳ نکات
۱۳۸	۷-۳-۳ ایمنی
۱۳۸	۸-۳-۳ منابع
۱۳۸	۴-۳- اندازه‌گیری کربناتهای کلسیم در ذرات کوچکتر از ۲ میلی متر.....
۱۳۹	۱-۴-۳ وسایل
۱۳۹	۲-۴-۳ مواد
۱۴۰	۳-۴-۳ روش کار
۱۴۱	۴-۴-۳ محاسبات
۱۴۲	۵-۴-۳ گزارش نتایج
۱۴۲	۶-۴-۳ نکات
۱۴۲	۷-۴-۳ ایمنی
۱۴۳	۸-۴-۳ منابع
۱۴۳	۵-۳- اندازه‌گیری کیفی و کمی گچ در ذرات $<2\text{mm}$
۱۴۳	۱-۵-۳ وسایل
۱۴۴	۲-۵-۳ مواد

صفحه	عنوان
۱۴۴	۳-۵-۳- روش کار
۱۴۵	۳-۵-۴- محاسبات
۱۴۷	۳-۵-۵- گزارش نتایج
۱۴۷	۳-۵-۶- نکات
۱۴۷	۳-۵-۷- ایمنی
۱۴۸	۳-۵-۸- منابع
۱۴۸	۳-۶-۶- تبادل یون و کاتیونهای تبدالی
۱۵۰	۳-۶-۱- ظرفیت تبادل کاتیونی
۱۵۴	۳-۶-۲- ظرفیت تبادل کاتیونی موثر
۱۵۸	۳-۶-۳- کاتیونهای تبدالی قابل استخراج با استات آمونیوم
۱۶۳	۳-۶-۴- کاتیونهای تبدالی، قابل استخراج با NH_4Cl
۱۶۸	۳-۶-۵- اسیدیته قابل عصاره گیری با $ph=8.2, BaCl_2-TEA$
۱۷۱	۳-۶-۶- برخی نسبتها و تخمینها در ارتباط با تبادل یونی و کاتیونهای تبدالی
۱۷۳	۳-۷-۷- فسفر قابل جذب (عصاره گیری سدیم بی کربنات، اولسن)
۱۷۴	۳-۷-۱- وسایل
۱۷۴	۳-۷-۲- مواد
۱۷۵	۳-۷-۳- روش کار
۱۷۶	۳-۷-۴- محاسبات
۱۷۶	۳-۷-۵- گزارش
۱۷۷	۳-۷-۶- نکات
۱۷۷	۳-۷-۷- ایمنی
۱۷۷	۳-۷-۸- منابع
۱۷۷	۳-۸-۸- اندازه گیری مقادیر آهن، منگنز و آلومینیوم قابل عصاره گیری با سیترات - دیتیونات
۱۷۸	۳-۸-۱- وسایل
۱۷۸	۳-۸-۲- مواد
۱۸۰	۳-۸-۳- روش کار
۱۸۲	۳-۸-۴- محاسبات
۱۸۲	۳-۸-۵- گزارش نتایج
۱۸۲	۳-۸-۶- نکات
۱۸۲	۳-۸-۷- ایمنی
۱۸۳	۳-۸-۸- منابع
۱۸۳	۳-۹-۹- شاخص ملانیک
۱۸۳	۳-۹-۱- وسایل
۱۸۳	۳-۹-۲- مواد

صفحه	عنوان
۱۸۴	۳-۹-۳- روش کار
۱۸۴	۳-۹-۴- محاسبات
۱۸۴	۳-۹-۵- گزارش نتایج
۱۸۴	۳-۹-۶- نکات
۱۸۴	۳-۹-۷- ایمنی
۱۸۵	۳-۹-۸- منابع
۱۸۵	۳-۱۰-۱۰- قدرت ابقاء فسفر خاک
۱۸۵	۳-۱۰-۱- وسایل
۱۸۵	۳-۱۰-۲- مواد
۱۸۷	۳-۱۰-۳- روش کار
۱۸۷	۳-۱۰-۴- محاسبات
۱۸۷	۳-۱۰-۵- گزارش نتایج
۱۸۸	۳-۱۰-۶- نکات
۱۸۸	۳-۱۰-۷- ایمنی
۱۸۸	۳-۱۰-۸- منابع
۱۸۹	فصل چهارم - تجزیه‌های شیمیایی آبهای سطحی و زیرزمینی
۱۹۱	۴-۱- واکنش pH آب
۱۹۱	۴-۱-۱- وسایل
۱۹۱	۴-۱-۲- مواد
۱۹۱	۴-۱-۳- روش کار
۱۹۱	۴-۱-۴- محاسبات
۱۹۱	۴-۱-۵- گزارش نتایج
۱۹۲	۴-۱-۶- نکات
۱۹۲	۴-۱-۷- ایمنی
۱۹۲	۴-۱-۸- منابع
۱۹۲	۴-۲- هدایت الکتریکی
۱۹۲	۴-۲-۱- وسایل
۱۹۲	۴-۲-۲- مواد
۱۹۳	۴-۲-۳- روش کار
۱۹۳	۴-۲-۴- محاسبات
۱۹۳	۴-۲-۵- گزارش نتایج
۱۹۳	۴-۲-۶- نکات
۱۹۳	۴-۲-۷- ایمنی

صفحه	عنوان
۱۹۳	۴-۲-۸-منابع
۱۹۴	۴-۳-اندازه گیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم بوسیله دستگاه جذب اتمی
۱۹۴	۴-۳-۱-وسایل
۱۹۴	۴-۳-۲-مواد
۱۹۶	۴-۳-۳-روش کار
۱۹۷	۴-۳-۴-محاسبات
۱۹۸	۴-۳-۵-گزارش نتایج
۱۹۸	۴-۳-۶-نکات
۱۹۸	۴-۳-۷-ایمنی
۱۹۸	۴-۳-۸-منابع
۱۹۸	۴-۴-اندازه گیری آنیونهای بروماید، کلراید، نیترات، نیتريت، فسفات و سولفات به روش یون کرماتوگرافی
۱۹۹	۴-۴-۱-وسایل
۱۹۹	۴-۴-۲-مواد
۲۰۱	۴-۴-۳-روش کار
۲۰۲	۴-۴-۴-محاسبات
۲۰۳	۴-۴-۵-گزارش نتایج
۲۰۳	۴-۴-۶-نکات
۲۰۳	۴-۴-۷-ایمنی
۲۰۳	۴-۴-۸-منابع
۲۰۳	۴-۵-اندازه گیری آنیونهای کربنات و بی کربنات با استفاده از تیترا تور اتوماتیک
۲۰۳	۴-۵-۱-وسایل
۲۰۴	۴-۵-۲-مواد
۲۰۴	۴-۵-۳-روش کار
۲۰۵	۴-۵-۴-محاسبات
۲۰۵	۴-۵-۵-گزارش نتایج
۲۰۵	۴-۵-۶-نکات
۲۰۵	۴-۵-۷-ایمنی
۲۰۶	۴-۵-۸-منابع
۲۰۷	فصل پنجم - کانی های رسی و میکرومورفولوژی
۲۰۹	۵-۱-کانی های رسی
۲۰۹	۵-۱-۱-تهیه نمونه رس برای تجزیه به روش پراش اشعه ایکس
۲۱۲	۵-۱-۲-شناسایی کانیهای رسی
۲۱۲	۵-۱-۳-تفسیر داده های پراش اشعه ایکس
۲۱۴	۵-۱-۴-منابع

صفحه	عنوان
۲۱۶	۵-۲- میکرومورفولوژی
۲۱۶	۵-۲-۱- وسایل (مورد نیاز).....
۲۱۷	۵-۲-۲- مواد
۲۱۷	۵-۲-۳- روش کار
۲۲۰	۵-۲-۴- محاسبات
۲۲۰	۵-۲-۵- گزارش نتایج
۲۲۰	۵-۲-۶- نکات
۲۲۰	۵-۲-۷- ایمنی
۲۲۰	۵-۲-۸- منابع
۲۲۰	۵-۳- تفسیر مقاطع نازک
۲۲۲	۵-۳-۱- روش کار
۲۲۴	۵-۳-۲- منابع
۲۲۷	فصل ششم - ضمايم
۲۲۹	۶-۱- اندازه گیری بافت خاک به روش پی پت.....
۲۲۹	۶-۱-۱- وسایل
۲۲۹	۶-۱-۲- مواد
۲۲۹	۶-۱-۳- روش کار
۲۳۲	۶-۱-۴- محاسبات
۲۳۴	۶-۲- اندازه گیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم محلول در عصاره خاک و آب با تیتراسیون
۲۳۴	۶-۲-۱- وسایل
۲۳۴	۶-۲-۲- مواد
۲۳۴	۶-۲-۳- روش کار
۲۳۵	۶-۲-۴- محاسبات
۲۳۵	۶-۲-۵- گزارش نتایج
۲۳۵	۶-۲-۶- نکات
۲۳۶	۶-۳- اندازه گیری پتاسیم محلول در عصاره خاک و یا آب با فلیم فتومتری.....
۲۳۶	۶-۳-۱- وسایل
۲۳۶	۶-۳-۲- مواد
۲۳۷	۶-۳-۳- روش کار
۲۳۷	۶-۳-۴- محاسبات
۲۳۷	۶-۳-۵- گزارش نتایج
۲۳۷	۶-۳-۶- نکات
۲۳۸	۶-۴- اندازه گیری سدیم محلول در عصاره خاک و یا آب فلیم فتومتری
۲۳۸	۶-۴-۱- وسایل

صفحه	عنوان
۲۳۸	۶-۴-۲- مواد
۲۳۸	۶-۴-۳- روش کار
۲۳۹	۶-۴-۴- محاسبات
۲۳۹	۶-۴-۵- گزارش نتایج
۲۳۹	۶-۴-۶- نکات
۲۳۹	۶-۵-۵- اندازه گیری آنیون سولفات محلول در عصاره خاک و آب بوسیله تشکیل رسوب در استن
۲۳۹	۶-۵-۱- وسایل
۲۳۹	۶-۵-۲- مواد
۲۴۰	۶-۵-۳- روش کار
۲۴۰	۶-۵-۴- محاسبات
۲۴۱	۶-۵-۵- گزارش نتایج
۲۴۱	۶-۵-۶- نکات
۲۴۱	۶-۶-۶- اندازه گیری آنیون کلراید محلول در عصاره خاک و یا آب بوسیله نیترات نقره در مجاورت کرومات پتاسیم
۲۴۱	۶-۶-۱- وسایل
۲۴۱	۶-۶-۲- مواد
۲۴۲	۶-۶-۳- روش کار
۲۴۲	۶-۶-۴- محاسبات
۲۴۲	۶-۶-۵- گزارش نتایج
۲۴۲	۶-۶-۶- نکات
۲۴۳	۶-۷-۷- اندازه گیری کربنات و بی کربنات محلول در عصاره خاک و یا آب بوسیله تیتراسیون با تغییر رنگ معرف
۲۴۴	۶-۷-۱- وسایل
۲۴۴	۶-۷-۲- مواد
۲۴۴	۶-۷-۳- روش کار
۲۴۵	۶-۷-۴- محاسبات
۲۴۵	۶-۷-۵- گزارش نتایج
۲۴۵	۶-۷-۶- نکات
۲۴۵	۶-۸-۸- اندازه گیری کربن آلی به روش تیتراسیون با تغییر رنگ ارتوفانتروлін
۲۴۵	۶-۸-۱- وسایل
۲۴۶	۶-۸-۲- مواد
۲۴۶	۶-۸-۳- روش کار
۲۴۶	۶-۸-۴- محاسبات
۲۴۷	۶-۸-۵- گزارش نتایج
۲۴۷	۶-۸-۶- نکات
۲۴۷	۶-۹-۹- کربنات کلسیم معادل به روش خنثی سازی با اسید و تیتراسیون

صفحه	عنوان
۲۴۷	۶-۹-۱- وسایل
۲۴۸	۶-۹-۲- مواد
۲۴۸	۶-۹-۳- روش کار
۲۴۸	۶-۹-۴- محاسبات
۲۴۹	۶-۹-۵- گزارش نتایج
۲۴۹	۶-۹-۶- نکات
۲۴۹	۶-۱۰-۱۰- اندازه گیری ظرفیت تبادل کاتیونی به روش باور
۲۴۹	۶-۱۰-۱- وسایل
۲۴۹	۶-۱۰-۲- مواد
۲۵۰	۶-۱۰-۳- روش کار
۲۵۱	۶-۱۰-۴- محاسبات
۲۵۱	۶-۱۰-۵- گزارش نتایج
۲۵۲	۶-۱۱-۱۱- کرنات کلسیم فعال در خاک
۲۵۲	۶-۱۱-۱- وسایل
۲۵۲	۶-۱۱-۲- مواد
۲۵۲	۶-۱۱-۳- روش کار
۲۵۳	۶-۱۱-۴- محاسبات
۲۵۳	۶-۱۱-۵- گزارش نتایج
۲۵۳	۶-۱۲-۱۲- اندازه گیری نیتروژن کل خاک بر روش کج‌لدال
۲۵۳	۶-۱۲-۱- وسایل
۲۵۳	۶-۱۲-۲- مواد
۲۵۴	۶-۱۲-۳- روش کار
۲۵۵	۶-۱۲-۴- محاسبات

صفحه	عنوان
۴۰	جدول (۱-۲) - الک‌های مورد استفاده برای اندازه‌گیری کلاس‌های شن
۴۷	جدول (۲-۲) - زمانهای نمونه‌برداری در عمق ۱۰ سانتی متری، محلول ۰/۴۴۰۸ گرم در لیتر NaHMP، و ذرات با دانسیته ۲/۶۵ گرم بر سانتی مترمکعب
۴۸	جدول (۳-۲) - عمق نمونه‌برداری برای ذرات ۲ میکرونی رس، محل ۰/۴۴۰۸ گرم در لیتر NaHMP، و ذرات با دانسیته ۲/۶۵ گرم بر سانتی مترمکعب
۴۹	جدول (۴-۲) - مدت زمان سانتریفیوژ برای تعیین رس ریز
۵۷	جدول (۵-۲) - نتایج حاصل از قرائت هیدرومتر
۵۹	جدول (۶-۲) - نتایج حاصل از اندازه‌گیری شن
۵۹	جدول (۷-۲) - نتایج حاصل از اندازه‌گیری بافت با هیدرومتر با روش چهار قرائتی
۱۲۲	جدول (۱-۳) - برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی
۱۲۷	جدول (۲-۳) - ضریب رقت برای عصاره خاک براساس هدایت الکتریکی عصاره اشباع
۱۲۷	جدول (۳-۳) - تنظیم کلی دستگاه یون کروماتوگراف
۱۳۰	جدول (۴-۳) - تنظیم مشخصات pH
۱۳۶	جدول (۵-۳) - راهنمای وزن نمونه، حجمهای دی کرومات و اسید برای هضم کربن آلی
۱۴۷	جدول (۶-۳) - تبدیل قرائت $EC(dSm^{-1})$ نمونه به مقدار گچ برحسب میلی اکی والان در لیتر
۱۴۹	جدول (۷-۳) - مقدار معمول ظرفیت تبادل کاتیونی برای برخی از ترکیبات خاک
۱۶۱	جدول (۸-۳) - برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی
۱۷۰	جدول (۹-۳) - تنظیم دستگاه Ph - متر
۱۸۱	جدول (۱۰-۳) - برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی
۱۹۷	جدول (۱-۴) - برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی
۲۰۱	جدول (۲-۴) - ضریب رقت برای نمونه آب بر اساس هدایت الکتریکی آن
۲۰۲	جدول (۳-۴) - تنظیم کلی دستگاه یون کروماتوگراف
۲۰۴	جدول (۴-۴) - تنظیم مشخصات pH
۲۱۱	جدول (۱-۵) - زمان رسوبگذاری
۲۱۴	جدول (۲-۵) - پارامترهای پراش اشعه ایکس کانی‌های متداول خاک
۲۳۳	جدول (۱-۶) - عمق و زمان نمونه برداری برای ذرات کوچکتر از ۲۰۰ میکرون
۱۰۰	شکل (۱-۲) - سیستم بار افتان برای اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی اشباع

فصل ۱

مقررات عمومی

۱-۱- نمونه برداری و آماده سازی نمونه های خاک در صحرا

۱-۱-۱- کلیات

هماهنگ سازی نقشه ها، انتخاب محل نمونه برداری و تهیه نمونه های خاک از عوامل مؤثر بر تضمین کیفیت تجزیه های آزمایشگاهی هستند (برت، ۱۹۹۶). در واقع شرایط لازم برای یک تجزیه آزمایشگاهی موفق، نه در زمان انجام تجزیه نمونه، بلکه به خیلی پیشتر از آن برمی گردد (مجمع شناسایی خاک^۱، ۱۹۹۶؛ دایره حفاظت خاک^۲، ۱۹۸۴). این شرایط در صحرا شامل انتخاب و توصیف محل نمونه برداری و نیمرخ مربوطه و تهیه دقیق نمونه است. توصیف کامل محل نمونه برداری نه تنها زمینه را برای بررسی خصوصیات مختلف خاک فراهم می کند، بلکه ابزار مفیدی در ارزیابی و تفسیر نتایج آزمایشگاهی نمونه خاک است (پترسون، ۱۹۹۳). ثبت و توصیف زمین نما^۳، شکل اراضی^۴ و خصوصیات نیمرخ محل نمونه برداری به عنوان حلقه اتصال بین سلسله داده های آزمایشگاهی، افق های نمونه برداری شده، نیمرخ خاک، زمین نما و خصوصیات کلی منطقه مورد مطالعه شناسایی خاک تلقی می شود. اهداف پروژه یا مطالعات شناسایی خاک، اساس طراحی استراتژی نمونه برداری را تشکیل می دهد. برای دستیابی به نمونه های معتبر و قابل اعتماد، یک برنامه نمونه برداری دقیق لازم است. برنامه نمونه برداری می بایست در برگرفته انتخاب محل، عمق نمونه برداری، نوع و تعداد نمونه ها، تشریح روش نمونه برداری و شیوه تهیه زیر نمونه ها باشد. در این مورد هدف اولیه برنامه نمونه برداری، انتخاب محل و نیمرخ هایی است که معرف یک سری خاک هستند و نیز تهیه نمونه هایی است که معرف افق های مختلف نیمرخ خاک می باشند.

انواع مختلف طرح های نمونه برداری، مانند کارشناسی و زمین آماری وجود دارد. نمونه ها نیز انواع مختلفی دارند. برای مثال می توان از؛ نمونه های معرف، سیستماتیک، تصادفی و مرکب نام برد. آزمایشگاه شناسایی خاک^۵ (SSL)، به طور معمول طرح نمونه برداری کارشناسی را برای دستیابی به نمونه های معرف به کار می برد. نمونه برداری کارشناسی بر مبنای قضاوت نمونه بردار استوار است. که در آن دانش عمومی، تجربیات گذشته و اطلاعات فعلی درباره جامعه نمونه برداری به کار می آید و طیفی از آگاهی و شناخت تا حدس و گمان مورد استفاده قرار می گیرند (تیلر، ۱۹۸۸). یک نمونه معرف، نمونه ای است که تیپک جامعه نمونه برداری باشد و ترکیب و خصوصیات آن بتواند برای توصیف جامعه مورد نظر، نسبت به پارامتر اندازه گیری شده مورد استفاده قرار گیرد (تیلر، ۱۹۸۸).

هدف اولیه تهیه نمونه و آماده سازی آن در آزمایشگاه، همگن کردن و به دست آوردن نمونه خاک معرف برای استفاده در تجزیه های شیمیایی، فیزیکی و کانی شناسی خاک است. تحلیل گر و کنترل کننده نتایج آزمایشگاهی، هر دو فرض می کنند که نمونه تجزیه شده، معرف واقعی افق خاک مورد بررسی است. تلاش تمام دست اندرکاران آزمایشگاه بر این است که تغییرات تجزیه های آزمایشگاهی به حداقل ممکن کاهش یابد. کار دقیق آزمایشگاهی نمونه های خاک و آب به این معنی است که تغییرپذیری عمده در تعیین داده ها و نتایج، ناشی از تغییرپذیری نمونه است، یعنی نمونه برداری، متغیر محدود کننده دقت است. بنابر این انتخاب محل، تهیه نمونه و آماده سازی آن در تجزیه موفق نمونه خاک اموری بسیار اساسی هستند.

¹ - Soil Survey Staff (1996)

² - Soil Conservation Service - SCS, 1984

³ - Landscape

⁴ - Landform

⁵ - Soil Survey Laboratory (SSL)

ملاحظات ژئومرفیک

خاک یک مجموعه پیچیده و محیط زنده در زمین‌نماهای سطح زمین را تشکیل می‌دهد. هدف اولیه شناسایی خاک آن است که مجموعه پیوسته خاک را به نواحی مجزائی تفکیک کند که دارای خصوصیات مشابه هستند و بنابر این ایجاب می‌کند که واحدهای مشابه کاربری و مدیریت مشابهی داشته باشند. خاکها تنها در یک مقیاس مشاهده‌ای قابل شناختن یا مطالعه کامل نیستند. به جای آن، خاکشناسان مقیاس‌های چندگانه‌ای برای مطالعه و تفکیک خاکها، برای انتقال دانش به کاربران به کار می‌برند. برای اجرای موفقیت‌آمیز فرآیند سخت شناسایی خاک، به قیمت مناسب و در زمان معقول، خاکشناسان شناخت خود از نقاط مشاهداتی و توصیف خصوصیات خاک، آنها را به مناطق وسیع‌تر تعمیم می‌دهند.

واحدهای نقشه خاک سطوح مجزایی هستند که در حین مطالعات شناسایی خاک تعیین شده و بر روی نقشه خاک نشان داده می‌شوند. مشاهده، تشریح و طبقه‌بندی در مقیاس نیمرخ خاک (۱ تا ۷ متر مربع) انجام می‌شود که به عنوان نماینده، بخش کوچکی از هر واحد نقشه خاک را پوشش می‌دهد. پس از آن نیمرخ‌های انتخابی تشریح شده و برای تجزیه آزمایشگاهی نمونه‌هایی از آنها تهیه می‌شود که این نمونه‌ها فقط معرف بخش کوچکی از نقاط مشاهداتی هستند. تشریح نیمرخ‌ها و طبقه‌بندی آنها همراه داده‌های آزمایشگاهی برای نامگذاری دقیق واحدهای نقشه یا واحدهای زمین‌نمای درون واحد نقشه به دقت به کار می‌روند. خاکشناسان می‌توانند بر اساس تجربه و برقراری ارتباط قوی بین خاک، شکل اراضی، نهشته‌های رسوبی و فرآیندهای ژئومرفیک با اطمینان، اطلاعات نیمرخ خاک را به واحدهای نقشه خاک تعمیم دهند. بنابر این ژئومرفولوژی خاک چند نقش کلیدی در شناسایی خاک ایفا می‌کند که می‌توان آنها را به صورت زیر خلاصه کرد:

۱. ژئومرفولوژی یک مبنای علمی برای درک کمی روابط بین خاک- زمین‌نما، چینه نگاری، مواد مادری و پیشینه محل فراهم می‌کند.
 ۲. ژئومرفولوژی یک زمینه یا چارچوب جغرافیایی و زمین‌شناسی فراهم می‌کند که الگوی پراکنش خاکهای منطقه را توجیه می‌نماید.
 ۳. ژئومرفولوژی یک مبنای تئوریک برای درک و پیش‌بینی قابل قبول وقوع خاک در مقیاس زمین‌نما فراهم می‌کند. و،
 ۴. ژئومرفولوژی بطور مؤثر و موفقیت‌آمیز و به وضوح موقعیت خاک در واحد زمین‌نما را تشریح می‌نماید.
 ۵. در خلال مطالعات شناسایی خاک، خاکشناسان این کارکردها را با موفقیت به کار می‌برند.
- محل پیدایش خاکها می‌تواند با استفاده از سیمای زمین‌نماهای قابل مشاهده (نظیر- اشکال زمین، پوشش گیاهی، شیب، مواد مادری، بیرون‌زدگی‌های سنگ بستر، چینه نگاری، و زهکشی) به دقت پیش‌بینی شده و نقشه پراکنش خاکها تهیه شود.
- طراحی واحدهای نقشه، شامل تشخیص و نامگذاری اشکال زمین و نقاط مشاهداتی در موقعیت‌های مختلف زمین‌نما، مواد مادری و هیدرولوژی خاک است. خاکشناسان در هنگام توصیف واحدهای نقشه خاک و نیمرخ‌ها، مشاهدات و قضاوت‌های کارشناسی خود را به خدمت می‌گیرند. توصیف واحدهای نقشه خاک و نیمرخ‌ها بایستی مبین خصوصیات و افق‌های خاک، روابط زمین‌نما و سطوح ژئومرفیک و خواص مواد مادری باشد. هر طرح مطالعاتی در انتخاب محل یا نمونه‌برداری نیمرخ‌های خاک باید واحدهای ژئومرفولوژی را در نظر بگیرد و آنها را از یکدیگر تفکیک نماید.
- اهداف نمونه‌برداری یا مطالعه می‌تواند متفاوت باشد. هر نیمرخ شاهد بایستی دربرگیرنده توصیف کامل خاک و سطوح ژئومرفیک باشد. نیمرخ شاهد می‌باید معرف واحدهای زمین‌نمایی باشد که در آن واقع شده است. لازم به یادآوری است که واحد زمین‌نمایی که

نمونه‌برداری می‌شود می‌تواند چند مقیاسی باشد. این واحد می‌تواند یک لندفرم (نظیر تراس رودخانه‌ای یا تپه)، یکی از اجزاء سطوح ژئومرفیک (نظیر قله)، یک موقعیت شیب (نظیر پاشنه شیب) یا همه اینها باشد.

بایستی در نظر داشت که نیمرخ نمونه‌برداری شده باید هم معرف واحد طبقه‌بندی خاک و هم واحدهای زمین‌نما باشد. بنابر این در انتخاب محل نمونه برداری باید هر دو جنبه یاد شده در نظر گرفته شوند. باید توجه داشت که یک واحد منفرد زمین‌نما (مثل پشت شیب) ممکن است شامل یک یا چند واحد طبقه‌بندی خاک باشد. درصحرای یک واحد زمین‌نما آسانتر از یک واحد طبقه‌بندی خاک قابل تشخیص و شناسایی است. در هر واحد زمین‌نمای معین، واحد طبقه‌بندی غالب انتخاب می‌شود. حضور خاکها یا واحدهای طبقه‌بندی فرعی باید در توصیف خاک و همچنین توصیف واحد نقشه لحاظ شود.

نحوه پراکنش خاک در زمین‌نما از روابط زنجیروار^۱ تبعیت می‌کند. حائز اهمیت است که هم خصوصیات نیمرخ منفرد توصیف شود و هم روابط خاک-زمین‌نما مشخص گردد. این امر مستلزم آن است که خاکها به عنوان ردیف زنجیروار (یعنی نمونه‌های چندگانه در طول یک مسیرپیمایش) نمونه‌برداری شوند. این روش، فشرده به نظر می‌رسد اما تامین کننده اهداف چندگانه است. یک نیمرخ شاهد یا مجموعه نیمرخ ها، داده‌های ویژه بسیار مهمی فراهم می‌کنند و همچنین می‌توانند فرآیندها و الگوی زنجیروار را کمی کنند. این شیوه مطالعه، استفاده بهینه از عملیات میدانی و زمان در فرآیند نمونه‌برداری و نیز منابع آزمایشگاهی است. علاوه، این روش شناخت دقیقی از تمام خاکهای زمین‌نما را فراهم می‌کند. آخرین و شاید مهمترین نقش کلیدی، رابطه خاک-سطوح ژئومرفیک است که در خلال مطالعات شناسایی خاک ارزش آن را دارد که در بعضی از پروژه‌ها به طور خاص مطالعه شود.

با مطالعه مناسب سطوح ژئومرفیک، چینه نگاری یا مواد مادری، مشکلات پیچیده‌ای را می‌توان مرتفع کرد. برای مثال، یک لایه پوشش سیلتی یا شنی بر روی خاکها و یا لندفرم مجاور ممکن است منشاء بادی داشته باشد. یک مطالعه ژئومرفیک مناسب می‌تواند این فرضیه را آزمایش کند. در یک مجموعه سطوح ژئومورفیک دیگر، ارتباط پراکنش خاک و هیدرولوژی ممکن است به جای ارتفاع یا الگوی زمین‌نما، توسط روابط چینه نگاری کنترل شود. این فرضیه می‌تواند با مته زنی یا حفر نیمرخ‌های خاک با ماشین آلات مکانیکی بررسی شود.

نمونه‌برداری خاک، آب و بیولوژیکی از نیمرخ خاک

نیمرخ خاک به عنوان واحد نمونه‌برداری، ره‌آورد مجمع شناسایی خاک (۱۹۹۹) است، به این معنی که کوچکترین توده یک نوع خاک است و به اندازه کافی وسعت دارد که بتواند ماهیت و آرایش افق‌ها و حدود تغییرات خصوصیات خاک را به نمایش بگذارد (مجمع شناسایی خاک، ۱۹۹۳).

در آزمایشگاه شناسایی خاک نمونه‌های بیولوژیکی نیز به همراه نمونه‌برداری از نیمرخ یا بطور مستقل جمع‌آوری می‌شوند. شاخص‌های بیولوژیکی قابل اندازه‌گیری به عنوان مؤلفه‌ای برای ارزیابی کیفیت خاک در نظر گرفته شده‌اند (پنخورست و همکاران، ۱۹۹۷؛ گریگوریچ و همکاران، ۱۹۹۷). خواص بیولوژی زیادی به منظور استفاده بالقوه به عنوان شاخص کیفیت/سلامت خاک ارزیابی شده‌اند (دوران و پارکین، ۱۹۹۴؛ پنخورست و همکاران، ۱۹۹۵). از داده‌های بیولوژی و کربن خاک می‌توان در بررسی چرخه عناصر غذایی پر مصرف، زوال کیفیت خاک، ارزیابی منابع، پیش‌بینی تغییرات جهانی اقلیم، ارزیابی بلند مدت حاصلخیزی خاک، تحلیل اثرات فرسایش و عملیات مدیریت حفاظت خاک، استفاده کرد (فرانکس و همکاران، ۲۰۰۱).

^۱ Catenary

نمونه‌های آب در موارد محدودی برای تأیید پروژه‌های تحقیقی خاص تجزیه می‌شوند. این پروژه‌ها مشخصاً پروژه‌های تحقیقاتی هستند که شامل پایش فصلی انتقال عناصر غذایی نظیر ازت (N) و فسفر (P) از طریق جریانهای سطحی و زیرسطحی اراضی کشاورزی به آبراهه‌ها و تالابها می‌باشند.

۱-۱-۲- خلاصه روش

در این روش انتخاب نقاط به گونه ای انجام می شود که اهداف نمونه‌برداری را تامین نماید. نیمرخ خاک، تشریح شده و محل آن ژئورفرنس^۱ (تعیین موقعیت جغرافیایی) می‌شود. این توصیف‌ها شامل مشاهده ویژگیهای متمایز خاک نظیر بافت، رنگ، شیب، و عمق می‌باشد. تشریح ها همچنین ممکن است استنباطی از کیفیت خاک (حاصلخیزی و فرسایش‌پذیری خاک) و نیز عوامل خاکسازی (اقلیم، توپوگرافی، پوشش گیاهی و مواد مادری) باشد.

اغلب یک نیمرخ خاک حفر می‌شود. عمق و اندازه نیمرخ بستگی به جنس خاک و اهداف نمونه‌برداری دارد. لایه‌ها یا افق‌های خاک با خصوصیات مرفولوژیکی یکنواخت برای نمونه‌برداری مشخص می‌شوند. معمولاً بعد از مشخص نمودن لایه‌ها و قبل از نمونه‌برداری، عکس‌هایی از نیمرخ خاک برای ارائه در گزارش نهایی تهیه می‌شود. ماهیت متغیر یا مشکلات خاک های خاص، به عنوان نمونه ورتی‌سل‌ها، هیستوسل‌ها و خاکهای تحت تأثیر یخزدگی، ممکن است نیازمند حفاری یا شیوه‌های نمونه‌برداری خاص باشند. برای مثال، در ورتی‌سل‌ها، نیروی برشی که سطوح براق رسی^۲ را می‌سازد، خاک را به حدی برش می‌دهد که تشریح افق‌های رایج و معمول خاک، برای توصیف مرفولوژی خاک کفایت نمی‌کند.

برای تجزیه‌های شیمیایی، فیزیکی و کانی‌شناسی، نمونه‌های معرف تهیه و مخلوط می‌شود. با توجه به مرز افق‌ها و تغییرات کوتاه دامنه مشاهده شده، حدود عمودی و افقی نمونه‌برداری معرف تعیین می‌شود. بر روی کیسه نمونه برچسبی که نشان دهنده محل، شماره نیمرخ و افق نمونه‌برداری است چسبانده می‌شود. معمولاً ذرات با قطر ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر در صحرا الک و توزین شده و دور ریخته می‌شوند. بخش کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر در آزمایشگاه الک و توزین می‌شود. برای تعیین دانسیته ظاهری و مطالعه میکرومرفولوژی خاک کلوخه های دست نخورده تهیه می‌شوند. کلوخه‌ها از همان افق هایی از نیمرخ خاک برداشته می‌شوند که نمونه دست‌خورده تهیه شده است.

نمونه‌های بیولوژیک همراه نمونه‌برداری از نیمرخ و یا بطور مستقل تهیه می‌شوند. همانند نمونه‌برداری از نیمرخ، نمونه‌هایی برای تعیین بیوماس ریشه تهیه می‌شود که شامل انتخاب یک محل معرف، نمونه‌برداری افق به افق، و در صورت تغییر مرفولوژی و جرم ریشه، مشخص نمودن زیر افق‌ها و نمونه‌برداری از آنها می‌باشد. در برخی از خاکها نمونه‌های تهیه شده برای تجزیه‌های شیمیایی، فیزیکی و کانی‌شناسی نیز می‌توانند برای تجزیه بیولوژیک مورد استفاده قرار گیرند. نمونه‌های بیولوژیک را می‌توان به طور جداگانه هم در صحرا تهیه نمود. افق‌های O و لاشبرگ سطحی به طور جداگانه نمونه‌برداری می‌شوند. اگر تجزیه بیولوژی معینی مثل بیوماس میکروبی درخواست شده باشد، لازم است به منظور جلوگیری از تغییر جمعیت میکروبی، نمونه‌ها به سرعت و در بسته‌های یخ یا ژل به آزمایشگاه منتقل شده و بلافاصله در یخچال و دردمای (4°C) نگهداری شوند.

¹ - Georeference

² - Slickenside

همزمان با نمونه‌برداری از نیمرخ خاک، می‌توان نمونه‌های آب را نیز تهیه نمود. انتخاب محل نمونه‌برداری آب، نه تنها بستگی به هدف تحقیق دارد بلکه وابسته به شرایط محلی، عمق و تناوب نمونه‌برداری هم هست (ولتهورست، ۱۹۹۶). نمونه‌های آب نیز باید به سرعت و در بسته‌های یخ یا ژل به آزمایشگاه منتقل شده و بلافاصله به یخچال (4°C) منتقل شوند.

۱-۱-۳- وسایل

- کیسه‌های پلاستیکی برای مخلوط کردن نمونه‌ها
- کیسه‌های پلاستیکی زیپ دار برای انجماد نمونه‌های بیولوژیک
- برچسب
- کیسه پلاستیکی برای نمونه‌های خاک
- جعبه آلومینیومی برای انتقال قوطی‌های کلوخه و نمونه‌های دست‌نخورده به آزمایشگاه
- گونی برای حمل و نقل نمونه‌ها
- قوطی‌های مخصوص کلوخه
- کیت (جعبه) نمونه‌برداری، حاوی سیلندرهای نمونه‌برداری
- ماشین دوخت و گیره کاغذ
- توری‌های نازک^۱
- طناب
- گیره لباس
- ماژیک
- سینی نمونه‌برداری
- چاقوی نمونه‌برداری
- اسکنه
- چکش
- میخ
- متر
- فیلم عکاسی
- الک (۷/۵ سانتی مترو ۲۰ میلی‌متر)
- ورقه‌های پلاستیکی
- پارچه کتان
- دوربین عکاسی
- فریم (قالب) چوبی ۵۰×۵۰ سانتی‌متر

^۱ Hairnet

- قیچی باغبانی
- سطل
- ترازو، با ظرفیت 100-lb، برای قطعات سنگی
- ترازوی حساس با دقت ± 0.01 گرم برای توزین ریشه و بقایای گیاهی
- یخچال با بسته‌های یخی یا ژلی، برای نمونه‌های بیولوژیک
- ظروف نگهداری نمونه با درپوش پیچی شسته شده با اسید برای نمونه‌های آب
- دستکش پلاستیکی

۱-۱-۴- مواد

- استن
- آب، در آیفشان
- محلول رزین ساران

۱-۱-۵- روش کار

۱-۱-۵-۱- اهداف نمونه‌برداری و پروژه

نوع و تعداد نمونه‌ها تا حدودی وابسته به اهداف مطالعات و اطلاعات مورد نیاز است. الگوهای نمونه‌برداری بر اساس نوع پروژه‌ها و نیاز به شرح زیر می‌باشند:

پروژه‌های مرجع^۱

این پروژه‌ها برای پاسخ گوئی به مسائل مشخص در مورد شناسایی یا طبقه‌بندی خاکها، تهیه داده‌ها برای یک مقطع از واحد نقشه یا برای جمع‌آوری استانداردهای واسنجی طراحی می‌شوند. نمونه‌ها معمولاً از افقهای خاصی در ۳ تا ۵ محل که مرتبط با مسئله یا معرف واحد نقشه خاک است جمع‌آوری می‌شود. تعداد معدودی تجزیه خاص برای پاسخ به پرسش‌های مربوطه بر روی این نمونه‌ها انجام می‌شود. اگر برای آزمون ترکیب اجزاء واحد نقشه یک پیمایش بررسی می‌شود، ممکن است از هر نقطه پیمایش، نمونه مناسبی برای تجزیه‌هایی که برای تفکیک اجزاء واحد نقشه خاک ضروری هستند جمع‌آوری شود. همچنین ممکن است نمونه‌هایی به عنوان استاندارد برای پروژه شناسایی خاک، به منظور تعیین بافت، کربن آلی یا برای واسنجی تجزیه‌های میدانی مثل درصد اشباع بازی تهیه شود.

پروژه‌های شناسایی^۲

این پروژه‌ها برای به دست آوردن داده‌های جامع شناسایی خاک برای نیمرخ‌های معرف واحد نقشه یا نیمرخ که مطالعه تحقیقاتی در آن واقع شده، طراحی می‌شوند. نمونه‌های تهیه شده از هر افق، شامل حدود ۳ کیلوگرم نمونه دست‌خورده، و نیز کلوخه‌های طبیعی از ساختمان خاک برای تعیین دانسیته ظاهری و مطالعه میکرومرفولوژی خاک است. مجموعه استاندارد از

^۱ - Reference projects

^۲ - Characterization Projects

تجزیه‌های آزمایشگاهی بر روی نمونه‌های هر افق انجام می‌شود. بعلاوه، تجزیه‌های ویژه، نظیر کانی‌شناسی یا خواص اندیک ممکن است برای کسب اطلاعات تکمیلی در موردنیمرخ‌های خاص نمونه‌برداری شده درخواست شود.

پروژه‌های ژئومرفولوژی و چینه‌نگاری^۱

این پروژه‌ها برای مطالعه روابط خاک-شکل اراضی، و یا خاک-چینه‌نگاری-مواد مادری، طراحی می‌شود. برای مثال ممکن است پروژه خاصی برای مطالعه روابط بین کاتنای خاک، خواص مرفولوژیک آن نظیر عوارض ردوکسی‌مرفیک و هیدرولوژی منطقه طراحی شود. مطالعه دیگر ممکن است برای تعیین گسترش جانبی شکستگی‌های چینه‌نگاری طراحی شود. انتخاب محل نیمرخ، تحت تأثیر اهداف مطالعه است اما اغلب به گونه‌ای تعیین می‌شود که معرف یک قطعه نمونه از شکل اراضی باشد. درخواستهای نمونه‌برداری و تجزیه ممکن است مشابه با پروژه‌های شناسایی یا مرجع باشد. اغلب ممکن است با استفاده از مته هیدرولیک نمونه‌های استوانه‌ای تا عمق چند متری جمع‌آوری شود.

۱-۱-۵-۲- روشهای نمونه‌برداری از نیمرخ خاک

نمونه‌برداری از نیمرخ خاک

نیمرخ خاک ممکن است به صورت دستی یا با بیل مکانیکی حفاری شود. حفاری دستی ممکن است بسته به موقعیت، نوع مواد خاکی یا در نبود بیل مکانیکی لازم باشد. عمق گودال‌ها معمولاً به اندازه ضخامت سولوم خاک تا مواد مادری یا حداکثر تا عمق ۲ متری است. هنگام حفاری نیمرخ با بیل مکانیکی، گودال را هلالی شکل حفر می‌کنند و نیمرخ مورد مطالعه باید دست کم ۱۵۰ سانتی‌متر عمق داشته باشد. در طرف مقابل، مسیر ورود و خروج به نیمرخ خاک به سمت بالا کنده می‌شود. گودال ممکن است به گونه‌ای حفر شود که در قسمت روبرو به شکل T باشد. این کار باعث می‌شود که عرض بیشتری از نیمرخ خاک در معرض دید قرار گیرد و برای ورود و خروج قسمت عقبی نیمرخ به صورت شیب‌دار کنده می‌شود.

روش نمونه‌برداری در نیمرخ‌های دستی یا حفر شده با بیل مکانیکی یکسان است. افق‌ها یا لایه‌هایی که باید نمونه‌برداری شوند علامت گذاری می‌شود. نمونه معرف با توجه به مرز افق‌ها و تغییرات کوتاه دامنه مشاهده شده در محدوده عمودی و جانبی افق، اخذ می‌شود. در صورتی که خاک تغییرات کمی داشته باشد، بهترین روش این است که ۴ تا ۵ کیلوگرم خاک بر روی ورقه پلاستیکی یا پارچه کتان ریخته شده، خوب مخلوط گردد و یک زیر نمونه معرف، به وزن حداقل ۳ کیلوگرم از آن در کیسه پلاستیکی نمونه‌برداری ریخته شود. بر روی کیسه نمونه برچسبی که نشان‌دهنده شماره نقشه خاک، افق و عمق نمونه‌برداری است چسبانده شود. درب کیسه باید دوبار تا بخورد و بر روی تاخوردگی یک گیره قرار داده شود. نمونه‌برداری ممکن است برای دستیابی به اهداف پروژه، با استفاده از مته‌های قوسی شکل یا مته هیدرولیک تا عمق‌های بیشتر انجام شود. اگر خاک در یک یا چند افق دارای سنگریزه باشد، لازم است که نمونه خاک و سنگریزه‌ها به روش تشریح شده در نیمرخ‌های خاص، که در ادامه خواهد آمد الک شده و توزین شود.

از هر افق خاک باید سه کلوخه تهیه شود. دو کلوخه برای تجزیه‌های اولیه به کار می‌رود و کلوخه سوم در صورت لزوم برای تکرار نگهداری می‌شود. کلوخه‌ها می‌بایست تقریباً به اندازه مشت گره کرده بوده و به راحتی درون یک جعبه مخصوص کلوخه (به ابعاد ۶ × ۶ × ۸ سانتی‌متر) جا شوند. کلوخه‌ها از همان بخش از نیمرخ خاک (یا مجاورت آن) برداشته می‌شوند که نمونه دست‌خورده

^۱ - Geomorphology and Stratigraphy Projects

تهیه شده است. بخش مورد بررسی در نیمرخ خاک برای زدودن قسمت‌های دست‌خورده در حین حفاری، باید تراشیده شود و بلوک‌های تخم‌مرغی شکل به اندازه مشت از دیواره نیمرخ جدا شود. کلوخه را درون توری نخی نازک قرار دهید. اگر کلوخه خشک است، برای جلوگیری از نفوذ (مخلوط رزین ساران با متیل اتیل کتون) به درون کلوخه، سطح آن را با آب مرطوب کنید، بطوریکه سطح کلوخه براق شود. برای اندودن کلوخه به طور مختصر یکبار آن را در محلول ساران فرو برده و به منظور خشک کردن، کلوخه را با استفاده از گیره لباس بر روی طناب آویزان کنید. کلوخه‌ها را می‌توان ابتدا در محلول فروبرد و سپس آویزان کرد و یا ابتدا آویزان کرده و با بالا بردن ظرف محتوی محلول ساران کلوخه را در زمان کوتاهی در آن غوطه‌ور نمود. برای جلوگیری از تبخیر استون، درب ظرف محتوی محلول ساران بجز در زمان فروبردن کلوخه در محلول بایستی همواره بسته باشد. در صحرا تنها یکبار کلوخه اندوده می‌شود. پوشش‌های اضافی در آزمایشگاه ایجاد خواهد شد. زمانی که کلوخه خشک شد (باید کلوخه با لمس کردن به دست نچسبد)، آن را در کیسه پلاستیکی قرار داده و در سلول درون جعبه حمل کلوخه قرار دهید. سلول مربوطه را برچسب بزنید و شماره نقشه، افق و عمق نمونه را را ثبت کنید.

برای تهیه مقطع نازک و مطالعه میکرومرفولوژی خاک، از هر افق دو کلوخه تهیه کنید. برای تعیین جهت، در قسمت رو به بالای هر کلوخه یک برچسب قرار دهید. کلوخه‌ها می‌بایست به اندازه مشت بوده اما در هر حال پرداخت نشده^۱ باشد. اگر ساختمان خاک ترد (شکننده) باشد، می‌توان کلوخه را در یک توری قرار داد و با روش تشریح شده، در محلول ساران فرو برد، آن را در کیسه پلاستیکی گذاشت و پس از قراردادن در سلول درون جعبه حمل کلوخه آن را حمل کرد. نمونه‌بردار می‌بایست در مورد هر عارضه‌ای که با مقطع نازک مطالعه می‌شود نکات خاص را ثبت کند. سلول مربوطه را برچسب بزند و شماره نقشه، افق و عمق نمونه برداری را ثبت کند.

اگر نمونه خاک به اندازه ای شنی و یا خشک است که ذرات آن بصورت کلوخه به هم نمی‌چسبند، می‌توان نمونه‌های دانسیته ظاهری را در قوطی آلومینیومی یا دیگر قوطی‌های کوچک با حجم معین تهیه نمود. اگر در زیر قوطی، برای خروج هوا در هنگام فروبردن قوطی در خاک سوراخی وجود داشته باشد، نمونه‌برداری آسانتر انجام می‌شود. باید در دیواره نیمرخ خاک سطح صافی ایجاد کنید، یا اگر در سطح خاک به طور عمودی نمونه‌برداری می‌کنید، باید یک سطح افقی صاف ایجاد نمائید. در هر حالت، بخشی از افق خاک را انتخاب کنید که نماینده افق مربوطه باشد. قوطی را با کف دست در سطح صاف شده تا جایی که ته آن با دیواره همتراز شود یا تا جایی که مقاومت خاک مانع نفوذ آن شود به آرامی فرو ببرید. در حالت اخیر، یک تخته روی ته قوطی قرار داده و با چکش زمین‌شناسی تا جایی که ته آن با دیواره چاله همتراز شود آهسته بکوبید. سپس قوطی نمونه‌برداری را به همراه مقدار اضافی خاک بیرون بیاورید و با کاردک یا تیغه چاقو خاک بیرون زده از انتهای قوطی را به دقت بترائید. محتویات قوطی را درون یک کیسه پلاستیکی بگذارید، درب کیسه را ببندید و در یک سلول مخصوص جعبه کلوخه قرار دهید. سلول مربوطه را برچسب بزنید و شماره نقشه، افق و عمق نمونه برداری را ثبت کنید. از هر افق دو نمونه بردارید. در دفترچه یادداشت نمونه‌برداری، حجم قوطی را یادداشت کنید. فرض بر این است که در خاک‌های شنی حجم نمونه با مقدار رطوبت تغییر نمی‌کند. بنابراین در خاک‌های یادشده یک دانسیته برای کل مقادیر رطوبت کافی است.

^۱ - unmodified

هیچ سلولی را در جعبه خالی قرار ندهید و در صورت لزوم سلولهای خالی را با کاغذ مچاله شده پر کنید. این امر مانع جابجایی کلوخه‌ها در حین انتقال می‌شود. درب جعبه پر از کلوخه را با نوار چسب نایلونی محکم کنید. روی جعبه برچسب بزنید و نوع نمونه (دانشیته ظاهری یا مقطع نازک)، شماره نقشه مربوطه و افق‌های نمونه‌برداری شده را مشخص نمایید. برای حمل و نقل، هر شش جعبه را در یک صندوق آلومینیومی قرار دهید. البته جعبه‌های منفرد نیز قابل حمل هستند.

نمونه‌برداری با مته دستی^۱

سطح خاک را در صورتی که برای نمونه‌برداری مناسب نیست، بتراشید. نمونه‌های استوانه‌ای برداشت شده را به ترتیب بر روی ورقه پلاستیکی قرار دهید. برای اینکه مشخص نمائید نمونه دچار تراکم شده یا نه، طول نمونه را در مقابل عمق سوراخ اندازه‌گیری کنید. مرز (شکستگی) بین افق‌ها را بر روی پلاستیک نشانه گذاری کنید. نمونه‌های مربوط به هر افق یا لایه را مخلوط کنید. هر نمونه را در یک کیسه پلاستیکی قرار داده و برچسب بزنید. وزن هر نمونه برای انجام تعداد محدودی تجزیه حداقل بایستی ۵۰۰ گرم باشد.

نمونه‌برداری با مته هیدرولیک^۲

سطح خاک را در صورتی که برای نمونه‌برداری مناسب نیست، بتراشید. نمونه‌ها (مغزه‌ها) استوانه‌ای نمونه‌برداری^۳ را به ترتیب بر روی ورقه پلاستیکی قرار دهید. برای حذف مواد خاکی آلوده یا روغنی شده، سطح خارجی نمونه را با یک چاقوی تیز بتراشید. برای تعیین افق‌ها، یک نمونه باز شده را تفکیک و سپس نمونه‌برداری کنید. برای اینکه مشخص نمائید که نمونه دچار تراکم شده یا نه، طول نمونه را در مقابل عمق سوراخ اندازه‌گیری کنید. مرز (شکستگی) بین افق‌ها را بر روی پلاستیک نشانه گذاری نمائید. نمونه‌های مربوط به هر افق یا لایه را مخلوط کنید. نمونه را در کیسه پلاستیکی قرار داده و برچسب بزنید. برای هر نمونه مرجع دست کم ۵۰۰ گرم و برای تجزیه کامل ۷/۵ کیلوگرم نمونه بردارید. اگر نمونه فشرده نشده است و قطر نمونه‌بردار ۳ اینچ یا بیشتر است، در نوبت دوم می‌توانید نمونه‌هایی را برای تعیین دانشیته ظاهری تهیه نمائید. یک قطعه به طول ۸ سانتی‌متر از قطعات دست‌نخورده را علامت گذاری کنید و یک قطعه استوانه‌ای از آن برش دهید. برای تعیین حجم و دانشیته نمونه در وضعیت رطوبت مزرعه می‌توان از اندازه‌گیری قطر و طول استوانه استفاده کرد. قطعات آماده شده برای تعیین دانشیته را درون توری نخی نازک قرار دهید، برای اندودن به طور مختصر، یکبار آن را در محلول ساران فروبرده و به منظور خشک کردن با استفاده از گیره لباس آن را بر روی طناب آویزان کنید. بعد از خشک شدن نمونه، آن را در کیسه پلاستیکی قرار داده و در سلول درون جعبه حمل کلوخه قرار دهید.

نمونه‌برداری با مته چرخان^۴

نمونه‌های استوانه‌ای^۵ (مغزه‌ها) را به ترتیب بر روی ورقه پلاستیکی قرار دهید. برای تشخیص اینکه نمونه دچار تراکم شده یا نه، طول نمونه را در مقابل عمق سوراخ اندازه‌گیری کنید. مرز (شکستگی) بین افق‌ها را بر روی پلاستیک نشانه گذاری نمائید. نمونه‌های مربوط به هر افق یا لایه را مخلوط کنید. نمونه را در کیسه پلاستیکی قرار داده و برچسب بزنید. برای هر نمونه مرجع، حداقل ۵۰۰ گرم و برای تجزیه کامل ۳ کیلوگرم نمونه بردارید. اگر نمونه فشرده نشده است و قطر نمونه‌بردار ۷/۵ سانتی‌متر یا بیشتر است، در نوبت دوم می‌توانید نمونه‌هایی را برای تعیین دانشیته ظاهری تهیه نمائید. یک قطعه به طول ۸ سانتی‌متر از قطعات دست‌نخورده را

^۱ - Hand Probe

^۲ - Hydraulic Probe

^۳ - Core section

^۴ - Rotary drill (hollow stem)

^۵ - Drill core sections

علامت گذاری کنید و یک قطعه استوانه‌ای از آن را برش دهید. قطر و طول استوانه یا نمونه را یادداشت کنید. قطعه مربوطه را درون کیسه پلاستیکی گذاشته و برای حمل و نقل در جعبه حمل کلوخه قرار دهید. برای تعیین حجم و دانسیته نمونه در وضعیت رطوبت مزرعه می‌توان از اندازه‌گیری قطر و طول استوانه (یا نمونه) استفاده کرد. قطعات آماده شده برای تعیین دانسیته را می‌توانید درون توری نخی نازک قرار داده، برای اندودن به طور مختصر یکبار آن را در محلول ساران فرو برده و به منظور خشک کردن با استفاده از گیره لباس آن را از روی طناب آویزان کنید. بعد از خشک شدن نمونه آن را در کیسه پلاستیکی قرار داده و در سلول درون جعبه حمل کلوخه قرار دهید. سلول مربوطه را برچسب زده و شماره‌گذاری کنید. یک قطعه از نمونه نیز می‌تواند برای مقطع نازک استفاده شود. یک علامت در قسمت رو به بالای نمونه قرار دهید. نمونه را در کیسه پلاستیکی قرار داده و در سلول درون جعبه حمل کلوخه بگذارید. سلول مربوطه را برچسب زده و شماره‌گذاری کنید.

نمونه‌برداری با مته قوسی شکل^۱

سطح خاک را در صورتی که برای نمونه‌برداری مناسب نیست بتراشید. محتویات مته را به ترتیب بر روی ورقه پلاستیکی خالی کنید. زمانیکه مرز بین افق‌ها آشکار می‌شود، عمق حفره (مته) را اندازه‌گیری کرده و بر روی پلاستیک نشانه گذاری کنید. نمونه‌های مربوط به هر افق یا لایه را مخلوط کنید. نمونه را در کیسه پلاستیکی قرار داده و برچسب بزنید. برای هر نمونه مرجع حداقل ۵۰۰ گرم و برای تجزیه کامل ۳ کیلوگرم نمونه تهیه نمایید. در نیمرخ خاک، عمق نمونه‌برداری را می‌توان با استفاده از مته افزایش داد.

۱-۵-۳- روشهای نمونه‌برداری از نیمرخ های خاص

خاکهای سنگریزه‌دار

قطعات سنگی تا اندازه ۷۵ میلی‌متر، می‌بایست در صحرا توزین شوند، نمونه حفاری شده را در یک سطل با وزن مشخص (توزین شده) بریزید و وزن کنید. نمونه را با الک ۷۵ و ۲۰ میلی‌متر بر روی پارچه‌ای که بتوان از ترازو آویزان کرد الک کنید. درصد حجمی اجزاء درشت با قطر ۷۵ تا ۲۵۰ میلیمتر و بزرگتر را تخمین زده و در فرم تشریح یا یادداشتهای نمونه‌برداری ثبت کنید. وزن ذرات ۲۰ تا ۷۵ و کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر را نیز ثبت کنید. در آزمایشگاه وزن‌ها بر مبنای نمونه آون- خشک محاسبه می‌شوند. حداقل ۴ کیلوگرم نمونه را در کیسه پلاستیکی ریخته، درب آن را دوبار تا زده و گیره بزنید. مقدار رطوبت خاک در آزمایشگاه تعیین خواهد شد. اگر قطعات با قطر ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر در صحرا توزین نشده، درصد حجمی آن را تخمین زده و یادداشت کنید.

ورتی‌سل‌ها

نیروی برشی که سطوح براق رسی را در ورتی سل‌ها تشکیل می‌دهد، می‌تواند خاک را به اندازه ای بهم بزند که افق‌های رایج نتواند به خوبی مرفولوژی خاک را توصیف کند. توپوگرافی سطحی (گیلگای) در لایه‌های زیرین به صورت پستی و بلندی‌های کاسه مانند منعکس می‌شود. یک روش این است که نیمرخ در خارج از محدوده پستی و بلندی‌ها نمونه‌برداری شود. به منظور بررسی مرفولوژی و دیگر خصوصیات خاک با جزئیات مکانی بیشتر، روش زیر توصیه می‌شود- چاله‌ای با طول کافی که دو یا سه چرخه سیمای مرفولوژی را دربر بگیرد حفر کنید. برای مشخص کردن مرز سلولهای مرفولوژی از میخ و ریسمان استفاده نمایید. به هر سلول یک شماره و افق مشخصه اختصاص دهید.

^۱ - Bucket Auger

یک خط تراز در حدود یک متر پائین‌تر از بلندترین نقطه سطح ایجاد کنید. یک میله در یک انتهای چاله بکوبید. در سر ریسمان یک حلقه درست کنید، حلقه را به سر میله ببندید و طناب را به انتهای دورتر چاله بکشید. یک تراز بر روی طناب قرار دهید، حلقه دیگری در طناب ایجاد کنید، میله دوم را در حلقه طناب قرار دهید، طناب را محکم بکشید، با بالا و پائین بردن میله، طناب را تراز کنید و میله را در حالتی که طناب تراز است به دیواره نیمرخ خاک بکوبید.

بر روی طناب هر یک متر، یک علامت بگذارید. مرفولوژی نمایش داده شده توسط طناب را با اندازه‌گیری محور X در طول طناب و محور Y در بالا یا پائین طناب (هر دو بر حسب سانتیمتر) به کاغذ گرافیک منتقل کنید. برای اینکه اندازه‌گیریها را به طور عمودی انجام دهید از شاقول یا تراز استفاده کنید. بر مبنای توضیحات فوق هر سلول را برای تجزیه کامل^۱ نمونه‌برداری کنید. شمای نمونه‌برداری می‌تواند توالی سنتی نیمرخ را با نمونه‌برداری توالی‌های عمودی سلولها در موقعیت‌های پائین، بالا و حفاصل هر چرخه شامل شود.

۱-۵-۴- نمونه‌برداری بیولوژی خاک

برای تجزیه‌های آزمایشگاهی، نمونه‌های بیولوژیک همزمان یا مستقل از نمونه‌های نیمرخ برداشته می‌شوند. در زمان نمونه‌برداری برای بیوماس بالای سطح زمین، برای تعیین اینکه کدام گیاهان با جوامع میکروبی خاک مرتبط هستند، گونه‌های گیاهی می‌بایست با استفاده از کلید شناسایی گیاه در صحرا یا بعداً شناسایی شوند. معمولاً از یک سطح ۵۰×۵۰ سانتی‌متر نمونه‌برداری می‌شود. تمام گیاهان از سطح خاک قیچی شده و بر حسب جنس یا گونه و تازه یا خشک جدا می‌شوند. برای تعیین بیوماس هوایی هر جزء گیاه توزین، خشک و دوباره توزین می‌شود. همانند نمونه‌برداری از نیمرخ خاک، نمونه‌برداری برای تعیین بیوماس ریشه نیز شامل انتخاب محل معرف، نمونه‌برداری افق به افق و در صورت تغییر مرفولوژی و تراکم ریشه و نمونه‌برداری از زیر افق‌ها است. مساحت نمونه‌برداری تقریباً یک متر مربع است. برای تعیین بیوماس ریشه، نمونه‌ها توزین، خشک و دوباره توزین می‌شوند. معمولاً ریشه‌ها با الک دستی و در آزمایشگاه جدا می‌شوند. نمونه‌های جمع‌آوری شده برای تجزیه‌های شیمیایی، فیزیکی و کانی‌شناسی نیز می‌توانند برای برخی تجزیه‌های بیولوژیک نظیر ماده آلی ریز ذره^۲، C، N و S کل استفاده شوند.

روش دیگر این است که نمونه‌های بیولوژیک به صورت جداگانه در مزرعه جمع‌آوری شوند. همانند نمونه‌برداری از نیمرخ خاک، افق‌های O و لاشبرگ سطحی به طور جداگانه با ایجاد یک برش مربعی به ابعاد ۵۰×۵۰ سانتی‌متر، تا عمق معین برای تعیین دانسیته ظاهری نمونه‌برداری می‌شود. در برنامه نمونه‌برداری، نمونه‌های تکراری در نظر بگیرید، هدف اولیه از این کار این است که تغییرپذیری در همه یا بخشی از سیستم نمونه‌برداری تعیین و یا کمی شود. برای نشان دادن اطلاعات مهم نظیر نوع خاک، عمق و افق نمونه‌برداری و غیره نمونه‌ها را بر چسب بزنید. اگر تجزیه بیولوژیک معینی مثل بیوماس میکروبی درخواست شده، لازم است به منظور جلوگیری از تغییر جمعیت میکروبی، نمونه‌ها به سرعت و در بسته‌های یخ یا ژل به آزمایشگاه منتقل شده و بلافاصله در یخچال (4°C) نگهداری شوند.

^۱ - Characterization analysis

^۲ - Particulate organic matter (POM)

۱-۵-۵- نمونه‌برداری آب

نمونه‌های آب را نیز همزمان با نمونه‌برداری از نیمرخ‌های خاک یا به طور مستقل می‌توان تهیه نمود. با تغییر محل نمونه‌برداری، مقدار و ترکیب نمونه‌های آب شدیداً تغییر می‌کند. انتخاب محل نمونه‌برداری از آب نه تنها بستگی به هدف تحقیق دارد بلکه به شرایط محلی، عمق و تناوب نمونه‌برداری نیز وابسته است (ولته‌رست، ۱۹۹۶). در مورد نمونه‌برداری از آب توصیه خاصی ارائه نمی‌شود، زیرا جزئیات تهیه نمونه می‌تواند با شرایط محلی تغییر کند. با این وجود هدف اولیه نمونه‌برداری از آب، همان هدف نمونه‌برداری از خاک، یعنی به دست آوردن نمونه‌ای معرف برای استفاده در تجزیه‌های آزمایشگاهی است.

نمونه‌های آب را تا هنگام تجزیه در آزمایشگاه بدون ایجاد تغییر یا آلودگی، در وضعیت مزرعه‌ای نگهداری کنید. قبل از نمونه‌برداری از آب در صحرا، ظروف را چند بار با آب نمونه بشوئید و سپس آن را کاملاً پرکرده و درب آن را محکم ببندید. از تماس با آب نمونه داخل ظرف و درب‌پوش خودداری کنید. ممکن است از دستکش استفاده شود. در برنامه نمونه‌برداری، نمونه‌های شاهد را لحاظ کنید، هدف اولیه این است که منابع احتمالی آلودگی نمونه تعیین و با توجه به غلظت نمونه تجزیه شده مقدار آلودگی ارزیابی شود. در برنامه نمونه‌برداری، نمونه‌های تکراری در نظر بگیرید، هدف اولیه از این کار این است که تغییرپذیری در همه یا بخشی از سیستم نمونه‌برداری و تجزیه آزمایشگاهی تعیین و یا کمی شود. انواع رایج نمونه‌های تکراری شامل نمونه‌های متقارن (همزمان^۱)، متوالی (پی در پی^۲) و خردشده^۳ می‌باشد. برای جزئیات بیشتر در مورد اهداف و شیوه‌های تهیه نمونه‌های شاهد و تکراری رجوع شود به منبع وایلد و همکاران (۱۹۹۹). برای نشان دادن اطلاعات مهم نظیر محل نمونه بردای، عمق، زمان و غیره، ظروف حاوی نمونه را به طور صحیح برچسب بزنید. نمونه‌های آب باید به سرعت و در بسته‌های یخ یا ژل به آزمایشگاه منتقل شده و بلافاصله در یخچال (4°C) نگهداری شوند.

برخی از تجزیه‌های آب مثل هدایت الکتریکی، کربن کل و غیر آلی می‌بایست در اسرع وقت انجام شود، زیرا نگهداری آب در شرایط بهینه امکان پذیر نیست (ولته‌رست، ۱۹۹۶). بعد از تکمیل این آزمایشها، برای جدا کردن مواد محلول از معلق، نمونه با غشاء ۰/۴۵ میکرومتر فیلتر شده، سپس نمونه به دو زیر نمونه تقسیم می‌شود. یک بخش برای تجزیه کاتیون‌ها (Mn, Fe, Al) تا pH دو اسیدی می‌شود و بخش دیگر برای تجزیه آنیون‌ها به کار می‌رود. این تجزیه‌ها نیز باید تا حد ممکن بدون فوت وقت انجام شوند.

۱-۶-۱- نکات

در مرحله نمونه‌برداری ممکن است در اثر عوامل خارجی مثل، آب و هوا، قابلیت دسترسی، زمین‌های پرشیب، اراضی مرطوب، حشرات و سنگریزه زیاد برخی اشکالات بوجود آید. برخی مواقع نیمرخ خاک می‌باید با دست حفر شود. برای تهیه نمونه‌های معرف می‌باید دستورالعمل‌ها و حواس چندگانه را تا حد ممکن به کار بست.

نگهداری از نمونه، اجتناب از تغییر یا آلودگی در طول نمونه‌برداری و انتقال آن به آزمایشگاه، اهمیت زیادی دارد. نمونه‌برداری برای تجزیه عناصر کمیاب نیازمند استفاده از ابزار تمیز و غیرفلزی است. برای نمونه‌برداری از عناصری که به طور طبیعی غلظت آنها پائین است دقت و مواظبت بسیار زیادی لازم می‌باشد. اجازه ندهید که نمونه خاک خشک شود، زیرا برخی خاکها به طور غیر قابل

¹ - Concurrent

² - Sequential

³ - Split

برگشت سخت شده و بر روی برخی تجزیه‌های آزمایشگاهی نظیر اندازه ذرات تأثیر می‌گذارد (نانزیو و همکاران، ۱۹۹۳؛ اسپینوزا و همکاران، ۱۹۷۵ و کوبوتا، ۱۹۷۲). دمای بالا می‌تواند جمعیت و فعالیت میکروبی را تغییر دهد (ولوم، ۱۹۹۴).

با اجتناب از تماس با نمونه آب داخل ظرف و درب پوش آن، از آلودگی نمونه‌های آب جلوگیری کنید. نمونه‌های آب تحت تأثیر فعالیت میکروبی قرار می‌گیرند که به تغییر غلظت برخی عناصر (مثل نیترات، فسفر و آمونیم)، احیاء سولفات به سولفید و کلرین به کلراید، و کاهش آهن با ترسیب یا اکسیداسیون منجر می‌شود (ولهرست، ۱۹۹۶). ممکن است افزودن بازدارنده‌های میکروبی لازم باشد.

به طور کلی، برای اغلب نمونه‌های بیولوژیک، کیسه‌های پلاستیکی کفایت می‌کند، زیرا این کیسه‌ها معمولاً نسبت به CO_2 و O_2 نفوذپذیرند و از خشک شدن نمونه جلوگیری می‌کنند، یعنی نمونه‌های هوازی در حین انتقال به آزمایشگاه، هوازی باقی می‌مانند (ولوم، ۱۹۹۴). آزمایشگاه شناسایی خاک توصیه می‌کند که برای جلوگیری از کاهش مقدار آب نمونه، از کیسه‌های پلاستیکی دو لایه زیپ‌دار استفاده شود.

نوع ظرف نمونه آب (جذبی^۱ یا دفعی^۲) و نیز حجم بطری، می‌تواند نتایج تجزیه را تحت تأثیر قرار دهد، به عنوان مثال بطری پلی‌اتیلن با گذشت زمان مقدار کلرین را افزایش می‌دهد یا مواد آلی را جذب می‌کند. با افزایش نفوذپذیری دیواره بطری، خطا افزایش می‌یابد، بطری‌های شیشه‌ای با گذشت زمان سدیم و سیلیکن آزاد می‌کنند، نمونه‌های کم حجم در ظروف بزرگتر، در مقایسه با ظروف کوچک با جدار ظرف تماس بیشتری دارند (ولهرست، ۱۹۹۶). ظروف نمونه آب می‌باید با اسید شسته شده و قبل از انتقال از مزرعه به آزمایشگاه درب آنها محکم بسته شود. در هنگام خشک کردن این ظروف باید به تمام نکات و امکان بروز آلودگی توجه شود. برای تهیه نمونه آب از نیمرخ خاک ممکن است فنجانهای سرامیکی لازم باشد، این فنجان‌ها قبل از نصب در مزرعه باید با اسید شسته شوند زیرا دارای ظرفیت تبادل کاتیونی کمی هستند، کربن آلی محلول را جذب می‌کنند و آلومینیوم و سیلیکا آزاد می‌نمایند (ولهرست، ۱۹۹۶). بین تهیه نمونه‌های آب و تجزیه برخی انواع نمونه‌های بیولوژیک (مثل بیوماس میکروبی) و نمونه‌های خاک (مثل مواد سولفیدی) در آزمایشگاه نباید فاصله زیادی بیافتد. برای جلوگیری از تغییرات عمده (مثل، تجزیه، تصاعد، تغییر جمعیت میکروبی)، این نمونه‌ها باید به سرعت و در بسته‌های یخ یا ژل به آزمایشگاه منتقل شده و بلافاصله در یخچال ($4^{\circ}C$) نگهداری شوند. از یخ زدن نمونه‌های آب اجتناب شود، زیرا می‌تواند pH و تفکیک مواد آلی محلول را تحت تأثیر قرار دهد.

۱-۱-۷- ایمنی

در نیمرخ‌های با عمق بیش از ۱۲۵ سانتی‌متر، بایستی حداقل اقدامات لازم را برای جلوگیری از ریزش احتمالی دیواره نیمرخ به کار بست. استن به کار رفته در محلول ساران قابل اشتعال است، در هنگام اندودن کلوخه‌ها بایستی احتیاط کامل را به کار برد. در زمان کار با ماشین آلات و نیز هنگام حمل کیسه‌های نمونه اقدامات احتیاطی لازم را به کار ببرید.

^۱ - Adsorption

^۲ - Desorption

۱-۸-منابع

1. Burt, R. 1996. Sample collection procedures for laboratory analysis in the United States Soil Survey Program. Commun. Soil. Sci. Plant Anal. 27-1293-1298.
2. Doran, J.W., and T.B. Parkin. 1994. Defining and assessing soil quality. p. 3-21. In J.W. Doran, D.C. Coleman, D.F. Bezdicek, and B.A. Stewart (eds.) Defining soil quality for a sustainable environment. SSSA, Madison, WI.
3. Espinoza, W., R.H. Rust, and R.S. Adams, Jr. 1975. Characterization of mineral forms in Andepts from Chile. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 39-556-561.
4. Franks, C.D., J.M. Kimble, S.E. Samson-Liebig, and T. M. Sobecki. 2001. Organic carbon methods, microbial biomass, root biomass, and sampling design under development by NRCS. p.105-113. In R. Lal, J.M. Kimble, R.F. Follett, and B.A. Stewart (eds.) Assessment methods for soil carbon. CRC Press LLC, Boca Raton, FL.
5. Gregorich, E.G., M.R. Carter, M.R. Doran, J.W. Pankhurst, C.E. and L.M. Dwyer. 1997. Biological attributes of soil quality. p. 81-113. In E.G. Gregorich and M.R. Carter (eds.) Soil quality for crop production and ecosystem health. Elsevier, NY.
6. Kubota, T. 1972. Aggregate formation of allophanic soils- Effects of drying on the dispersion of soils. Soil Sci. and Plant. Nutr. 18-79-87.
7. Nanzoyo, M. S. Shoji, and R. Dahlgren. 1993. Physical characteristics of volcanic ash soils. In S. Shoji, M. Nanzoyo, and R. Dahlgren (eds.) Volcanic ash soils, genesis, properties and utilization. Developments in soil science 21. Elsevier Sci. Publ., Amsterdam, The Netherlands. pp 189-207.
8. Pankhurst, C.E., B.M. Doube, and V.V.S.R. Gupta (eds.). 1997. Biological indicators of soil health. 437 p. CAB International Wallingford, UK.
9. Pankhurst, C.E., B.G. Hawke, H.J. McDonald, C.A. Kirkby, J.C. Buckerfield, P. Michelsen, K.A. O'Brien, V.V.S.R. Gupta, and B.M. Doube. 1995. Evaluation of soil biological properties as potential bioindicators of soil health. Aust. J. Exp. Agric. 35-1015-1028.
10. Patterson, G.T. 1993. Collection and preparation of soil samples- Site description. p. 1-4. In Martin R. Carter (ed.) Soil sampling and methods of analysis. Can. Soc. Soil Sci. Lewis Publ., Boca Raton, FL.
11. Soil Conservation Service. 1984. Procedures for collecting soil samples and methods of analysis for soil survey. USDA-SCS Soil Survey Investigations Report No. 1. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
12. Soil Survey Division Staff. 1993. Soil survey manual. USDA. Handb. No. 18. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
13. Soil Survey Staff. 1996. Soil survey laboratory methods manual. Version No. 3.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
14. Soil Survey Staff. 1998. Glossary of landforms and geologic materials. Part 629, National soil survey handbook USDA-NRCS, National Soil Survey Center, Lincoln, NE.
15. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy- A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. 2nd ed. Agric. Handb. No. 436. USDA-NRCS. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
16. Taylor, J.K. 1988. Quality assurance of chemical measurements. Lewis Publ., Inc., Chelsea, MI.

-
17. Velthorst, E.J. 1996. Water analysis. p. 121-242. In P. Buurman, B. van Lagen, and E.J. Velthorst (eds.) Manual for soil and water analysis. Backhuys Publ. Leiden.
 18. Wilde, F.D., D.B. Radtke, J. Gibs, and R.T. Iwatsubo. 1999. Collection of water samples- U.S. Geological survey techniques of water resources investigations, book 9, chap. A4, accessed May 2004 at <http://pubs.water.usgs.gov/>.
 19. Wollum, A.G., 1994. Soil sampling for microbiological analysis. In R.W. Weaver, J.S. Angle, and P.S. Bottomley (eds.) Methods of soil analysis. Part 2. Microbiological and biochemical properties. p. 1-14. ASA and SSSA, Madison, WI.

۱-۲- تهیه و آماده‌سازی نمونه‌ها در آزمایشگاه

هدف از تجزیه هر نمونه خاک این است که اطلاعاتی در مورد ویژگی‌ها و خصوصیات یک خاک معین فراهم آورد. نمونه‌برداری این امکان را فراهم می‌کند که خواص ویژه یک خاک با دقت قابل قبول و حداقل قیمت ممکن برآورد شوند (پیترسون و کالوین، ۱۹۸۶). در آزمایشگاه نیز یک نمونه خاک به بخش‌های کوچکتری تقسیم می‌شود تا خواص مختلف آن تعیین شود، بدون آنکه نیازی به اندازه‌گیری کل نمونه باشد. کوچک کردن نمونه، هزینه را کاهش می‌دهد اما ممکن است دقت برآورد نیز کاهش یابد. بنابر این باید بین هزینه و دقت تجزیه موازنه‌ای برقرار کرد (پیترسون و کالوین، ۱۹۸۶).

در حقیقت در تهیه و آماده‌کردن نمونه خاک یک تعارض آشکار وجود دارد و آن متغیر بودن خاک و در مقابل محدود بودن اندازه نمونه است. هدف از آماده کردن نمونه در آزمایشگاه آن است که نمونه مورد استفاده در تجزیه‌های شیمیایی، فیزیکی و کانی شناسی یکنواخت باشد. در هر مرحله ممکن است خطای نمونه‌برداری افزایش یابد (پیترسون و کالوین، ۱۹۸۶). مقدار نمونه بایستی به قدر کافی بوده و به منظور دستیابی به یک نمونه معرف، بطور یکنواخت مخلوط شوند.

نمونه‌های خاک عمدتاً دست خورده هستند اما تهیه نمونه‌های دست نخورده برای تجزیه‌های میکرومرفولوژیکی و نیز برخی خواص فیزیکی خاک نظیر جرم مخصوص ظاهری ضروری است.

۱-۲-۱- وسایل مورد نیاز

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 1 گرم و ظرفیت ۱۵ کیلوگرم
- پاکت مقوایی برای نگهداری نمونه
- پاکت پلاستیکی
- الک‌های استیل مقاوم در مقابل زنگ زدگی با سوراخ چارگوش، حداقل در اندازه‌های زیر:

اندازه ردیف	مش	میلی‌متر
۱	۲۰۰*	۰/۰۷۵
۲	۸۰	۰/۱۸۰
۳	۴۰	۰/۴۲۵
۴	۱۰	۲
۵	۴	۴/۷۵
۶	-	۱۹
۷	-	۷۶

* این الک از جنس نایلون (nylon cloth) است.

- پودر ساز یا دستگاه خردکن
- وردنه چوبی
- وردنه (غلطک) لاستیکی (کائوچویی)

- آسیاب (سنگ شکن) آزمایشگاهی Laboratory jaw crusher, Retsch, Model BB2/A, Brinkmann Instruments Inc., Des Plaines, IL.
- سینی فلزی با ابعاد، ۷۶×۷۶×۰/۵ سانتیمتر
- قوطی فلزی توزین، دو جین
- ماسک کاغذی
- عینک ایمنی
- کلاه
- روپوش

۱-۲-۲- مواد لازم

- آب مقطر
- اسید کلریدریک یک نرمال (1 N HCl)
- محلول هگزامتافسفات سدیم. ۳۵/۷ گرم هگزامتافسفات سدیم $(\text{NaPO}_3)_6$ و ۷/۹۴ گرم کربنات سدیم (Na_2CO_3) را در یک لیتر آب مقطر حل کنید.

۱-۲-۳- روش کار

۱-۳-۲-۱- تحویل، کددهی و شماره گذاری نمونه ها

اولین مرحله بعد از ورود نمونه خاک به آزمایشگاه کد دهی، نامگذاری و ثبت مشخصات آن است. اطلاعات موقعیت مکانی نمونه را می توان به سه دسته تقسیم بندی کرد: ۱- اطلاعات اساسی نمونه برداری نظیر نام نمونه بردار، مکان، زمان و چگونگی نمونه برداری، ۲- اطلاعاتی درباره واحد زمین نما و ۳- خلاصه ای از خصوصیات افق های خاک.

شماره های شناسایی شامل شماره های خاص مشتری و شماره های اختصاصی آزمایشگاه هستند. این شماره ها حاوی اطلاعات مهمی در مورد نمونه خاک شامل نیمرخ، افق خاک، محل و تاریخ نمونه برداری می باشند. کدهای مقدماتی آزمایشگاهی بستگی به خواص نمونه و تجزیه مورد درخواست دارند. این کدها اطلاعات عمومی در مورد خصوصیات ویژه بخش تجزیه شده، یعنی مقدار رطوبت (هوا خشک یا رطوبت مزرعه) و اندازه اولیه و نهایی ذرات (به عنوان مثال ذرات کوچکتر از ۲ میلیمتر که تا اندازه ۷۵ میکرومتر ساییده شده اند) و نوع تجزیه انجام شده به همراه دارند.

نمونه های وارده به آزمایشگاه را قبل از هر اقدام دیگر با دقت حدود یک گرم توزین کنید.

۱-۲-۳-۲- خشک کردن

بسته به ماهیت خاک و تجزیه‌های درخواستی، ممکن است نمونه‌های هوا خشک و یا مرطوب تهیه شود. همچنین نمونه خاک ممکن است از الکهای ریزتر از ۲ میلی‌متر عبور داده شود. مثلاً برای تعیین حدود آتر برگ از الک ۰/۴۲۵ میلی‌متر و برای تجزیه شیمیایی مواد آلی از الک حدود ۱۸۰ میکرومتر (میکرون) استفاده می‌شود.

برای اغلب تجزیه‌های شیمیایی، فیزیکی و کانی‌شناسی، نمونه خاک هوا خشک کوبیده شده و از الک ۲ میلی‌متری عبور داده می‌شود. نمونه‌های خاک مرطوب نیز با فشار دست یا وسیله دیگر از الک ۲ میلی‌متری عبور داده شده و برای تجزیه در یخچال نگهداری می‌شوند.

هوا خشک نمودن

در اغلب موارد و در صورتی که لازم نباشد نمونه در شرایط رطوبت مزرعه نگهداری شود، نمونه‌های خاک را پس از انتقال به آزمایشگاه بایستی هوا خشک نمود. این کار مزیت‌هایی دارد. از جمله این که اداره کردن، جابجایی و الک کردن نمونه راحت تر است، همگن کردن آن بهتر صورت می‌گیرد، رطوبت آن تقریباً ثابت می‌ماند و فعالیت بیولوژیک طی نگهداری نمونه کم می‌شود. نگهداری نمونه‌های خیس یا مرطوب حتی برای چند روز ممکن است باعث کسب نتایج غیر قابل اعتماد شود. بنابراین لازم است نمونه خاک را از کیسه حمل نمونه خارج نموده و بر روی یک کاغذ یا مقوای مناسب به صورت یک لایه نازک با ضخامت حدود یک سانتی‌متر پهن نمود. خشک کردن باید در دمای اتاق و در سایه انجام شود. برای خشک کردن خاک از به کاربردن بخاری، آون و وسایل گرم کننده دیگر اجتناب شود.

نگهداری در رطوبت مزرعه

برای برخی تجزیه‌ها بایستی نمونه را خشک کرد. برخی تجزیه‌های بیولوژیکی که نیازمند نمونه‌های با شرایط رطوبت مزرعه هستند، در اثر خشک کردن جمعیت میکروبی تغییر می‌کند. در برخی شرایط نیز که خصوصیات فیزیکی خاک در اثر خشک کردن بطور غیر قابل برگشت تغییر می‌کنند بایستی از نمونه خاک با شرایط رطوبت مزرعه استفاده کرد. در خاکهایی که به طور غیر قابل برگشت سخت می‌شوند، اندازه‌گیری توزیع ذرات، منحنی مشخصه آب خاک و شاخص خمیری در اندی‌سولها و اسپودوسولها، در نمونه با رطوبت مزرعه انجام می‌شود.

۱-۲-۳-۳- کوبیدن و الک کردن نمونه

تجزیه‌ها معمولاً بر روی خاک هوا خشک و بخش نرم آن ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر انجام می‌شوند. لازم است کلوخه‌ها و خاکدانه‌های بزرگ خاک را پس از هوا خشک کردن با یک وردنه پلاستیکی یا چوبی خرد کرده، بقایای گیاهی درشت و نپوسیده و سنگریزه‌های خاک را جدا کرده و نهایتاً خاک را از الک ۲ میلی‌متری گذرانند. معمولاً ذرات ۲۰ تا ۷۵، ۵ تا ۲۰ و ۲ تا ۵ میلی‌متر نیز توزین شده و سپس دور ریخته می‌شوند. البته در برخی موارد این اندازه‌گیری‌ها لازم نیست. بعلاوه، همه یا قسمتی از ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر ممکن است به بخش‌های کوچکتری تقسیم شده و برای تجزیه‌های فیزیکی، شیمیایی و کانی‌شناسی نگهداری شوند.

در برخی از تجزیه‌ها، به عنوان مثال ظرفیت آب قابل استفاده و ضریب انبساط خطی، دانستن مقدار اجزاء سنگی ضروری است. معمولاً ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر الک و توزین شده و دور ریخته می‌شوند. اما برخی استثناءها وجود دارد و محدود به اجزاء سنگی با سخت دانه‌های گچی و آهکی یا موادی از افق‌های Cr و R نمی‌شود. در این موارد، قطعات درشت ممکن است به ذرات کوچکتر از

۲ میلیمتر خرد شده و مورد تجزیه قرار گیرند، یا ذرات درشت و مواد خاکی نرم (کوچکتر از ۲ میلیمتر) یکنواخت و خرد شده و مورد تجزیه قرار گیرند. علاوه بسته به نوع مواد خاکی، ممکن است مقدار و اندازه قطعات سنگی هوا خشک که در مقابل فروبردن سریع در آب مقاومت می‌کنند، در نمونه‌ها تعیین شود.

نحوه آماده کردن نمونه‌های مورد استفاده برای تعیین دانسیته ظاهری و مطالعات میکرومرفولوژی در بخش‌های مربوطه تشریح می‌شود.

۱-۲-۳-۴- مقدار نمونه

برای همگن کردن خاک، نمونه را از چهار گوشه به سمت وسط جمع کرده و دوباره پخش می‌کنند. این کار چهار بار تکرار می‌شود. مقدار خاک کافی می‌بایست الک شده و توزین شود تا مقدار اجزاء سنگی^۱ (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) به دست آید. به منظور اندازه‌گیری دقیق اجزاء سنگی با قطر حداکثر ۲۰ میلیمتر، حداقل اندازه نمونه (وزن خشک) که می‌بایست الک و توزین شود یک کیلوگرم است (مجمع آزمون و مواد آمریکا، ۲۰۰۴)^۲. از خاک هوا خشک خیلی آسان تر از خاک مرطوب می‌توان یک نمونه همگن به دست آورد. هر گاه لازم باشد نمونه مرطوب تهیه شود، اندازه نمونه می‌بایست دو تا چهار برابر خاک خشک باشد (مجمع آزمون و مواد آمریکا، ۲۰۰۴).

۱-۲-۳-۵- نگهداری نمونه‌های خاک

بعد از خشک کردن، کوبیدن و الک کردن، نمونه‌های خاک در پاکت یا قوطی پلاستیکی تمیز نگهداری می‌شود. مشخصات کامل خاک یا شماره آن بایستی بر روی قوطی یا پاکت و نیز بر روی برچسبی که درون آن انداخته می‌شود نوشته شود. نمونه‌های با رطوبت مزرعه نیز در یخچال نگهداری می‌شوند.

۱-۲-۴- محاسبات

$$A = \frac{B}{C - D} \times 100$$

$$E = \frac{F}{C - D} \times 100$$

$$G = A + E$$

که در آن:

A؛ درصد وزنی ذرات ۲ تا ۵ میلیمتر از کل ذرات کوچکتر از ۲۰ میلیمتر

B؛ وزن هوا خشک ذرات ۲ تا ۵ میلیمتر بعد از فروبردن در آب (گرم)

C؛ وزن کل نمونه خاک هوا خشک (گرم)

D؛ وزن هوا خشک ذرات بزرگتر از ۲۰ میلیمتر بعد از فروبردن در آب (گرم)

^۱ - Rock fragment

^۲ American Society for Testing and Materials (ASTM), 2004

E؛ درصد وزنی ذرات ۵ تا ۲۰ میلیمتر از کل ذرات کوچکتر از ۲۰ میلیمتر

F؛ وزن هوا خشک ذرات ۵ تا ۲۰ میلیمتر بعد از فروبردن در آب (گرم)

G؛ درصد وزنی ذرات ۲ تا ۲۰ میلیمتر از کل ذرات کوچکتر از ۲۰ میلیمتر

۱-۲-۵- گزارش نتایج

وزن نمونه خاک ارسال شده به آزمایشگاه در شرایط رطوبت مزرعه، وزن نمونه هوا-خشک و وزن نمونه آماده شده را ثبت کنید. درصد جرمی ذرات ۲ تا ۵، ۵ تا ۲۰ و ۲ تا ۲۰ میلی‌متر را گزارش کنید. همچنین جوشش با HCl (بدون جوشش، خیلی کم، کم، زیاد و جوشش شدید) را گزارش نمایید.

۱-۲-۶- ایمنی

گرد و غبار ناشی از خاک در حین کار کردن با آن آزار دهنده است، لذا ضروری است که از یک ماسک استفاده شود. همچنین پوشیدن روپوش و دستکش از آلودگی و کثیف شدن لباس و دست با مواد خاکی جلوگیری می‌کند. هنگام کار با آسیاب نیز از کلاه و عینک ایمنی استفاده شود.

۱-۲-۷- منابع

- 1- American Society for Testing and Materials. 2004. Standard practice for description and identification of soils (visual-manual procedure). D 2488.. Annual book of ASTM standards. Construction. Section 4. Soil and rock; dimension stone; geosynthesis. Vol. 04.08. ASTM, Philadelphia, PA.
- 2- Petersen, R.G., and L.D. Calvin. 1986. Sampling. p. 33-51. In A. Klute (ed.) Methods of soil analysis. Part 1. Physical and mineralogical methods. 2nd ed. Agron. Monogr 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
- 3- Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

فصل ۲

تجزیه‌های فیزیکی خاک

۲-۱- اندازه‌گیری میزان قطعات سنگی (کد روش P1RF)

قطعات سنگی و شبه‌سنگی^۱ شامل تمامی ذرات با قطر بزرگتر از ۲ میلی‌متر اما با ابعاد افقی کوچکتر از اندازه بدون است (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۳). قطعات سنگی معمولاً با الک جدا شده و در اغلب موارد از آنالیزهای شیمیایی، فیزیکی و مینرالوژیکی کنار گذاشته می‌شوند. اما لازم است که برای برخی محاسبات از جمله ظرفیت آب قابل استفاده و انبساط خطی، مقدار قطعات سنگی را در خاک دانست (گروسمن، ۲۰۰۲).

در دستورالعمل حاضر روش تعیین میزان قطعات سنگی (اجزاء بزرگتر از ۲ میلی‌متر، با تخمین و توزین در صحرا و آزمایشگاه شرح داده می‌شود. اما در صحرا یا آزمایشگاه الک کردن و توزین ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر محدود به اجزاء کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر می‌شود. برای قطعات سنگی ۷۵ تا ۲۵۰ میلی‌متر و اجزاء بزرگتر از ۲۵۰ میلی‌متر، اندازه‌گیری صورت نگرفته و درصد حجمی آن در صحرا تخمین زده می‌شود. جزء ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر معمولاً در صحرا الک و توزین شده و دور ریخته می‌شود. این روش بر روش کم دقت‌تر تخمین درصد حجمی ذرات ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر در صحرا ترجیح داده می‌شود. نتایج تعیین این جزء ذرات (۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر) در آزمایشگاه نیز معمولاً به دلیل اندازه کم نمونه غیر واقعی است.

۲-۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 1 گرم و ظرفیت ۱۵ کیلوگرم
- سینی، پلاستیک
- پاکت پلاستیکی
- وردنه چوبی
- سینی فلزی با ابعاد، $76 \times 76 \times 0.5$ سانتیمتر
- ترازو، با ظرفیت 100-lb (۴۵ کیلوگرم)، برای قطعات سنگی
- الکهای استیل مقاوم در مقابل زنگ زدگی با سوراخ چارگوش، در اندازه‌های زیر:

اندازه ردیف	مش	میلی‌متر
۱	۹	۲
۲	۴	۴/۷۶
۳	۳/۴ اینچ	۲۰
۴	۳ اینچ	۷۶

- شیکر مکانیکی با الک‌های ۹ و ۴ مش

^۱ - Rock and pararock fragments

۲-۱-۲- مواد

- آب مقطر

- اسید کلریدریک یک نرمال (1 N HCl)

- محلول هگزامتافسفات سدیم. ۳۵/۷ گرم هگزامتافسفات سدیم $(\text{NaPO}_3)_6$ و ۷/۹۴ گرم کربنات سدیم (Na_2CO_3) را در یک لیتر آب مقطر حل کنید.

۲-۱-۳- روش کار

در صحرا

درصد حجمی اجزاء (قطعات سنگی) ۷۵ تا ۲۵۰ و بزرگتر از ۲۵۰ میلی‌متر را تخمین بزنید.

نمونه‌ی معرفی از افق مورد نظر با الک ۷۵ میلی‌متر الک نمایید. برای تعیین دقیق ذرات با قطر حداکثر ۷۵ میلی‌متر، حدود ۶۰ کیلوگرم مواد خاکی را الک کنید. از آنجا که در مواردی به علت کمی وقت یا مواد خاکی، الک کردن مقدار ۶۰ کیلوگرم شاید عملی نباشد، مقدار واقعی ممکن است ۳۰ یا ۴۰ کیلوگرم باشد. مواد (ذرات) بزرگتر از ۷۵ میلی‌متر را دور بریزید. مواد رد شده از الک ۷۵ را توزین کرده و با الک ۲۰ میلی‌متر الک کنید. ذرات با اندازه ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر را دور بریزید و اجزاء کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر را توزین کنید. زیر نمونه‌ای از مواد کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر را در کیسه پلاستیکی بریزید و بعد از برچسب زدن و شماره‌گذاری به آزمایشگاه بفرستید.

در آزمایشگاه

وزن مرطوب نمونه خاک را تعیین کنید. نمونه را درون یک سینی پلاستیکی پخش کرده و هوا خشک نمایید. سپس وزن هوا خشک را تعیین کنید.

نمونه را به سینی فلزی منتقل کرده و کاملاً مخلوط نمایید. با وردنه چوبی خاکگ را کوبیده تال کلوخه‌های آن برای رد شدن از الک ۲ میلی‌متر خرد شود. برای قطعات سنگی هوا دیده که ممکن است به آسانی خرد شوند، به جای وردنه چوبی از وردنه لاستیکی استفاده کنید. خاکهای رسی که حاوی مقدار زیادی قطعات سنگی هستند را با شیکر مکانیکی الک کنید. کوبیدن و الک کردن را تا جایی انجام دهید که ذرات روی الک در محلول هگزامتافسفات سدیم فروپاشی نکنند.

اگر مقدار نمونه فرستاده شده به آزمایشگاه زیاد است، زیر نمونه‌ای از آن را آماده سازی انتخاب کنید. زیر نمونه را توزین و وزن آن را ثبت کنید.

ذرات با قطر ۲ تا ۵ میلی‌متر را توزین کنید و به مدت ۱۲ ساعت در محلول هگزامتافسفات سدیم تکان دهید. بعد از هوا خشک کردن، جرم ذرات خرد نشده را تعیین کرده و دور بریزید. ذرات با قطر ۵ تا ۲۰ میلی‌متر را نیز توزین کرده و دور بریزید.

۲-۱-۴- محاسبات

۲-۱-۴-۱- محاسبات درصد جرمی

- جرم مرطوب زیر نمونه ارسال شده به آزمایشگاه را تعیین کنید. جرم هوا-خشک زیر نمونه را تعیین کنید. جرم هوا خشک، عبارت از جرم ثابت شده نمونه بعد از خشک کردن در دمای 30 ± 5 درجه سانتیگراد (بین ۳ تا ۷ روز) است.
- نسبت وزنی ذرات ۲ تا ۵ میلی‌متر در حالت هوا-خشک فروپاشیده به حالت هوا-خشک فروپاشیده (بعد از تکان دادن در محلول هگزامتافسفات سدیم) را تعیین کنید. از این نسبت برای اصلاح جرم قطعات سنگی کوچکتر از ۵ میلی‌متر استفاده کنید.
- محاسبات قطعات سنگی را بر مبنای جرم آون خشک انجام دهید. از نسبت AD/OD (نسبت هوا-خشک به آون-خشک) (روش P2M) برای محاسبه جرم آون-خشک اجزاء کوچکتر از ۲ میلی‌متر استفاده کنید.

(۱) برای تعیین درصد ذرات ۲ تا ۷۵ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%RF_{>2mm(<75mm\ basis)} = \frac{A}{B} \times 100 \quad [1-2]$$

که در آن:

$\%RF_{>2mm(75mm\ basis)}$ ، درصد جرمی ذرات ۲ تا ۷۵ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر

A؛ جرم اجزاء ۲ تا ۷۵ میلی‌متر (گرم)

B؛ جرم مواد کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر (گرم)

(۲) برای تعیین درصد ذرات ۲ تا ۵ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%RF_{2-5mm(<75mm\ basis)} = \frac{C}{B} \times 100 \quad [2-2]$$

که در آن:

$\%RF_{2-5mm(75mm\ basis)}$ ، درصد جرمی ذرات ۲ تا ۵ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر

C؛ جرم اجزاء ۲ تا ۵ میلی‌متر (گرم)

B؛ جرم مواد کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر (گرم)

(۳) برای تعیین درصد ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%RF_{2-20mm(<75mm\ basis)} = \frac{D}{B} \times 100 \quad [3-2]$$

که در آن:

$\%RF_{2-20mm(75mm\ basis)}$ ، درصد جرمی ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر

D : جرم اجزاء ۲ تا ۲۰ میلی‌متر (گرم)

B : جرم مواد کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر (گرم)

(۴) برای تعیین درصد ذرات ۵ تا ۲۰ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%RF_{5-20mm(<75mm\ basis)} = \frac{E}{B} \times 100 \quad [4-2]$$

که در آن:

$\%RF_{5-20mm(75mm\ basis)}$ ، درصد جرمی ذرات ۵ تا ۲۰ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر

E : جرم اجزاء ۵ تا ۲۰ میلی‌متر (گرم)

B : جرم مواد کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر (گرم)

(۵) برای تعیین درصد ذرات ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%RF_{20-75mm(<75mm\ basis)} = \frac{F}{B} \times 100 \quad [5-2]$$

که در آن:

$\%RF_{20-75mm(75mm\ basis)}$ ، درصد جرمی ذرات ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر بر مبنای جرم آون-خشک ذرات کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر

F : جرم اجزاء ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر (گرم)

B : جرم مواد کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر (گرم)

- جرم آون-خشک نمونه با توزین زیر نمونه‌ای از آن قبل (AD) و بعد از خشک شدن در آون در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد (OD) به مدت ۲۴ ساعت با استفاده از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$W_{OD} = \frac{W_{AD}}{\frac{AD}{OD}} \quad [6-2]$$

که در آن:

W_{OD} : جرم آون-خشک کل نمونه (گرم)

W_{AD} : جرم هوا-خشک کل نمونه (گرم)

- در محاسبات درصد جرمی آون-خشک اجزاء بزرگتر از ۲ میلی‌متر، اصلاحات لازم برای مقدار رطوبت مزرعه‌ای نمونه کوچکتر از ۷۵ میلی‌متر در زمان نمونه‌برداری و مقدار رطوبت نمونه در شرایط هوا-خشک در آزمایشگاه را انجام دهید. مبنای اصلاح مقدار رطوبت مزرعه‌ای را اختلاف بین جرم مرطوب نمونه و جرم هوا خشک آن قرار دهید.

۲-۱-۴- محاسبات درصد حجمی

- برای تبدیل درصد جرمی و حجمی به یکدیگر از جرم مخصوص ظاهری (Db) و حقیقی (ρ_p) اندازه‌گیری شده استفاده نمایید. چنان چه مقادیر اندازه‌گیری شده آن در دسترس نیست، برای ρ_p و Db به ترتیب مقادیر $۱/۴۵$ و $۲/۶۵$ گرم بر سانتی‌متر مکعب را فرض کنید.

برای تعیین حجم ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر در واحد حجم کل خاک (Cm) از رابطه زیر استفاده کنید:

$$Cm = \frac{\rho_p(1-y)(1-x)}{\rho_p(1-y) + Db(1-x)} \quad [۷-۲]$$

که در آن:

ρ_p : جرم مخصوص ذرات خاک (گرم بر سانتی‌متر مکعب)

Db : جرم مخصوص ظاهری خاک (گرم بر سانتی‌متر مکعب)

y : نسبت جرم ذرات با اندازه ۲ تا i میلی‌متر به جرم کل مواد کوچکتر از i میلی‌متر

x : نسبت حجمی ذرات با اندازه بزرگتر از i میلی‌متر به حجم کل خاک

i : اندازه‌ای (معمولاً ۲۰ یا ۷۵ میلی‌متر) که ذرات بزرگتر از آن به صورت حجمی در صحرا تخمین زده می‌شوند و درصد جرمی ذرات کوچکتر از اندازه‌گیری می‌شود (در اینجا برابر ۷۵ میلی‌متر).

درصد حجمی ذرات کوچکتر و بزرگتر از ۲ میلی‌متر در کل خاک به ترتیب برابر است با:

$$Cm \times 100 \quad [۸-۲]$$

$$(1 - Cm) \times 100 \quad [۹-۲]$$

وزن ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر در واحد حجم کل خاک نیز برابر است با:

$$Cm \times Db \quad [۱۰-۲]$$

۲-۱-۵- گزارش نتایج

وزن نمونه خاک ارسال شده به آزمایشگاه در شرایط رطوبت مزرعه، وزن نمونه هوا-خشک و وزن نمونه آماده شده را گزارش دهید.

وزن ذرات ۲ تا ۵، ۵ تا ۲۰ و ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر را گزارش دهید.

درصد جرمی ذرات ۲ تا ۵، ۵ تا ۲۰ و ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر را گزارش دهید.

درصد حجمی ذرات ۲ تا ۷۵، ۷۵ تا ۲۵۰ و بزرگتر از ۲۵۰ میلی‌متر را گزارش دهید.

درصد حجمی ذرات کوچکتر و بزرگتر از ۲ میلی‌متر را گزارش دهید.

۲-۱-۶- نکات

(الف) تغییرپذیری خاک و اندازه نمونه از عوامل دخیل در دقت اندازه‌گیری وزن قطعات سنگی هستند. برای دستیابی به مقدار دقیق ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر، می‌بایست به اندازه کافی نمونه جمع‌آوری و الک نمود. به منظور اندازه‌گیری دقیق قطعات سنگی با حداکثر اندازه ۲۰ و یا ۷۵ میلی‌متر، حداقل مقدار خاک که لازم است الک و توزین شود به ترتیب ۱ و ۶۰ کیلوگرم است (انجمن آزمون و مواد آمریکا، ۲۰۰۴).

(ب) مقدار نمونه‌های ارسال شده به آزمایشگاه حداکثر ۴ کیلوگرم است، بنابراین الک و توزین ذرات ۲۰ تا ۷۵ میلی‌متر می‌بایست در صحرا انجام شود.

۲-۱-۷- ایمنی

خطر اصلی در این روش در هنگام نمونه‌برداری در صحرا است، می‌بایست احتیاط لازم صورت گیرد. در آزمایش نیز گرد و غبار ناشی از خاک در حین کار کردن با آن آزار دهنده است، لذا ضروری است که از ماسک استفاده شود. همچنین پوشیدن روپوش و دستکش از آلودگی و کثیف شدن لباس و دست با مواد خاکی جلوگیری می‌کند.

۲-۱-۸- منابع

1. American Society for Testing and Materials. 2004. Standard practice for description and identification of soils (visual-manual procedure). D 2488, Annual book of ASTM standards. Construction. Section 4. Soil and rock; dimension stone; geosynthesis. Vol. 04.08. ASTM, Philadelphia, PA.
2. Grossman, R.B., and T.G. Reinsch. 2002. Bulk density and linear extensibility. p. 201-228. In J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of soil analysis. Part 4. Physical methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Division Staff. 1993. Soil Survey Manual. USDA. Handb. No. 18. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
4. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۲- اندازه‌گیری مقدار رطوبت خاک (کد روش P2M)

خصوصیات خاک معمولاً بر مبنای خاک خشک بیان می‌شود. به طور سنتی در اغلب اوقات تعریف خاک خشک، خاکی است که جرم آن در دمای بین ۱۰۰ تا ۱۱۰ درجه سانتیگراد به حالت ثابت رسیده باشد (انجمن آزمون و مواد آمریکا، ۲۰۰۴). به این خاک اصطلاحاً خاک آون-خشک^۱ می‌گویند. بنابراین اندازه‌گیری بسیاری از خواص فیزیکی و شیمیایی خاک مستلزم آگاهی از میزان رطوبت خاک است. محاسبه نسبت جرمی هوا-خشک به آون-خشک (AD/OD) یا نسبت جرمی رطوبت مزرعه‌ای به آون-خشک (FM/OD) برای تعدیل نتایج بر مبنای خاک آون-خشک به کار می‌رود. همچنین در برخی از تجزیه‌ها از این نسبت‌ها در محاسبه جرم معادل خاک آون-خشک از خاک هوا-خشک یا با رطوبت-مزرعه‌ای استفاده می‌شود.

^۱ - Oven-dry

خاکهای گچی مورد خاصی هستند، زیرا گچ ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) در دمای ۱۰۵ درجه سانتیگراد بخش اعظم دو مولکول آب خود را از دست می‌دهد. خواص خاکهای گچی نیز که بر مبنای وزن آن - خشک خاک گزارش می‌شوند، لازم است برای به حساب آوردن وزن آب کریستالی تصحیح شوند. این تصحیح زمانی انجام می‌شود که مقدار گچ خاک بیش از ۱٪ باشد. به حساب آوردن مقدار آب کریستالی در خاکهای گچی باعث می‌شود که خواص این خاکها با خاکهای غیر گچی قابل مقایسه باشد (نلسون و همکاران، ۱۹۷۸؛ نلسون، ۱۹۸۲).

برای تعیین مقدار رطوبت خاک، کافی است نمونه‌ای از خاک (با هر رطوبتی از جمله رطوبت مزرعه، هوا خشک و یا اشباع از آب) قبل و بعد از خشک کردن در آن توزین شود. مقدار رطوبت خاک معمولاً بر حسب نسبت جرم آب موجود در خاک به جرم نمونه خشک شده در آن یا بر حسب حجم آب موجود در واحد حجم نمونه بیان می‌شود.

نکته مهم و اساسی بویژه در تعیین مقدار رطوبت نمونه‌های مزرعه‌ای آن است که مقدار رطوبت خاک در حین حمل به آزمایشگاه و تا زمان اندازه‌گیری در اثر تبخیر تغییر نکند. به این منظور ضروری است که نمونه(ها) در ظرف پلاستیکی یا فلزی کاملاً غیر قابل نفوذ، نگهداری شود.

۲-۲-۱ - وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- آن ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد
- قوطی‌های تعیین رطوبت
- دسیکاتور

۲-۲-۲ - مواد

- سولفات کلسیم (بی آب)، یا جاذب الرطوبه مشابه برای ریختن در دسیکاتور

۲-۲-۳ - روش کار

نمونه خاک (بین حدود ۱ تا ۱۰۰ گرم) را در قوطی بریزید. نمونه‌های مزرعه‌ای می‌بایست در ظروف پلاستیکی یا فلزی غیر قابل نفوذ به آزمایشگاه منتقل شوند.

جرم قوطی و نمونه حاوی آن را ثبت کنید (M_{s+w}).

نمونه را در طول شب (۱۲ تا ۱۶ ساعت) در آن در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد خشک کنید.

نمونه خشک شده را در دسیکاتور حاوی سولفات کلسیم (بی آب) یا جاذب الرطوبه مشابه به دمای محیط برسانید و سپس توزین کنید (M_s). نمونه نباید قبل از توزین بیش از ۳۰ دقیقه در دمای محیط باقی بماند.

جرم قوطی خالی را ثبت کنید (M_c).

۲-۲-۴- محاسبات

درصد جرمی رطوبت خاک ($\theta_m\%$) از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$\%H_2O \text{ or } \%\theta_m = \frac{(M_{S+W} - M_S)}{(M_S - M_C)} \times 100 \quad [11-2]$$

که در آن:

M_{S+W} : جرم ذرات جامد خاک+آب+قوطلی

M_S : جرم ذرات جامد خاک+ قوطلی

M_C : جرم قوطلی

جرم ذرات جامد خاک یعنی جرم خاک خشک شده در آون در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد.

درصد حجمی رطوبت خاک نیز به راحتی با استفاده از رابطه زیر از درصد جرمی رطوبت خاک به دست می‌آید-

$$\%\theta_v = \%\theta_m \times \rho_b \quad [12-2]$$

که در آن:

ρ_b : جرم مخصوص ظاهری خاک بر حسب g cm^{-3} است.

برای محاسبه میزان خاک هوا-خشک مورد نیاز برای دستیابی به وزن معینی خاک آون-خشک از رابطه زیر استفاده می‌شود:

$$AD = \frac{OD_r}{1 - \frac{H_2O}{100}} \quad [13-2]$$

که در آن:

AD : جرم خاک هوا-خشک مورد نیاز

OD_r : جرم مطلوب (مورد نظر) خاک آون-خشک

H_2O : درصد جرمی رطوبت خاک

محاسبات مربوط به اصلاح مقدار آب در خاکهای گچی:

(الف) نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک اصلاح شده برای خاکهای گچی $((AD/OD)_c)$ از رابطه زیر محاسبه

می‌شود:

$$\left(\frac{AD}{OD}\right)_c = \frac{\left(\frac{AD}{OD}\right)_{uc}}{1 + (Gypsum \times 0.001942)} \quad [14-2]$$

که در آن:

$(AD/OD)_{uc}$: نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک اصلاح نشده

$Gypsum$: درصد گچ اصلاح نشده

(ب) درصد جرمی رطوبت خاک اصلاح شده $(\%(H_2O)_c \text{ or } \theta_{mc})$ برای خاکهای گچی نیز از رابطه زیر محاسبه می‌شود-

$$\%(H_2O)_c = \frac{(H_2O)_{uc} - (Gypsum \times 0.1942)}{1 + (Gypsum \times 0.001942)} \quad [۱۵-۲]$$

که در آن:

$(H_2O)_{uc}$ ؛ درصد جرمی رطوبت خاک اصلاح نشده

Gypsum؛ درصد گچ اصلاح نشده

۲-۲-۵- گزارش نتایج

مقدار رطوبت خاک بر حسب درصد جرمی یا حجمی تا دقت ۰/۱ درصد گزارش می‌شود.

۲-۲-۶- نکات

(الف) - هرچه مقدار نمونه مورد استفاده بیشتر باشد دقت برآورد نیز بالاتر خواهد رفت. اما بایستی در نظر داشت که در نمونه‌های بزرگ مدت زمان خشک کردن برای رسیدن به یک وزن ثابت بیشتر خواهد بود. مدت زمان لازم برای خشک کردن نمونه، به بافت خاک نیز وابسته است. در خاکهای درشت بافت این زمان کوتاه و برای خاکهای رسی شاید حتی لازم باشد این زمان تا ۲۴ ساعت نیز ادامه یابد.

(ب) - در آون‌های قدیمی بدون فن همیشه لازم است زمان خشک کردن طولانی‌تر در نظر گرفته شود.

(ج) - به نمونه‌های در حال خشک شدن در آون نمونه‌های مرطوب دیگری اضافه نکنید.

(د) - نمونه‌های خاک خشک شده در آون ممکن است بعد از سرد شدن مقدار قابل توجهی رطوبت از اتمسفر جذب کنند. توزین سریع نمونه‌ها در مدت زمان کمتر از ۳۰ دقیقه بعد از سرد شدن این مشکل را برطرف می‌کند.

(ه) - طی مراحل توزین یا خشک کردن، استفاده از ظروف توزین با جرم غیر یکسان، آلودگی نمونه یا از دست رفتن آن منجر به نتایج نادرست می‌شود.

(و) - خروج آب ساختمانی بویژه در خاکهای گچی می‌تواند خطای مثبتی ایجاد کند. هنگام گزارش مقدار آب خاکهای گچی، بایستی مقدار آب کریستالی از مقدار کل آب آون خشک کم شود.

۲-۲-۷- ایمنی

برای بیرون آوردن قوطی‌ها از آون از دستکش‌های پارچه‌ای عایق یا گیره فلزی استفاده کنید.

۲-۲-۸- منابع

1. American Society for Testing and Materials. 2004. Standard practice for description and identification of soils (visual-manual procedure). D 2488, Annual book of ASTM standards. Construction. Section 4. Soil and rock; dimension stone; geosynthesis. Vol. 04.08. ASTM, Philadelphia, PA.
2. Gardner, W.H. 1986. Water Content. p. 493-544. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSA, Madison, WI.

3. Nelson, R.E. 1982. Carbonate and Gypsum. p. 159-165. In A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Nelson, R.E., L.C. Klameth, and W.D. Nettleton. 1978. Determining soil content and expressing properties of gypsiferous soils. Soil Sci. Soc. Am. J. 42-659-661.

۲-۳- اندازه‌گیری مقدار رطوبت اشباع خاک (کد روش P3SP)

گل اشباع خاک مخلوط خاصی از خاک و آب است، به این معنی که گل اشباع به علت انعکاس نور می‌درخشد، وقتی که ظرف محتوی آن کج شود به آرامی جریان می‌یابد، و بجز در خاکهای با مقدار رس زیاد به آسانی از روی کاردک می‌لغزد. این نسبت خاک به آب به دو علت مورد استفاده قرار می‌گیرد:

۱. این نسبت حداقل نسبت قابل ایجاد است که با فشار یا مکش به آسانی می‌توان مقدار کافی عصاره برای تجزیه از آن استخراج نمود.

۲. با یک شیوه قابل تخمین اغلب می‌توان بین این نسبت و مقدار آب خاک در شرایط مزرعه رابطه‌ای برقرار کرد (اداره آزمایشگاه های شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). در حین آماده نمودن گل اشباع، یک عصاره آبی به دست می‌آید که در مجموعه‌ای از تجزیه های شیمیایی نظیر هدایت الکتریکی و غلظت املاح اصلی به کار می‌رود.

گل اشباع با افزودن آب به نمونه خاک و مخلوط کردن آن تا زمان دستیابی به معیارهای اشباع آماده می‌شود. مخلوط پوشانده شده و در طول شب به حال خود رها می‌شود. سپس معیارهای اشباع بودن دوباره بررسی می‌شود. اگر مخلوط، معیارهای مربوطه را نداشت، آب یا خاک بیشتر به آن اضافه می‌شود تا معیارها حاصل شود. از گل اشباع یک زیرنمونه برای تعیین میزان رطوبت (درصد رطوبت اشباع) برداشته می‌شود. بقیه گل اشباع برای عصاره‌گیری به کار می‌رود.

۲-۳-۱ - وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 1 میلی گرم
- آون ۱۱۰ درجه سانتی گراد
- قوطی‌های آلومینیومی خشک‌کن
- کاردک با جنس استیل زنگ نزن و دسته چوبی
- ظرف (قوطی) پلاستیکی با ظرفیت ۵۰۰ تا ۲۰۰۰ میلی لیتر، بسته به میزان گل اشباع مورد نیاز
- دسیکاتور

۲-۳-۲ - مواد

- آب مقطر

۲-۳-۳- روش کار

۱. حدود ۲۵۰ گرم خاک هوا-خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر را در قوطی پلاستیکی (حدود ۱۰۰۰ میلی‌لیتر) بریزید. اندازه نمونه با تعداد آزمایشهایی که بایستی بر روی گِل یا عصاره اشباع انجام شود تغییر می‌کند.
۲. برای رساندن رطوبت خاک به نزدیک اشباع به اندازه کافی آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. به منظور کاهش گِل‌خراشی و برای رسیدن به یک نقطه پایان معین (معیارهای اشباع)، مخلوط کردن را با حداقل تکان دادن انجام دهید. زمانی که در رطوبتی نزدیک ظرفیت مزرعه بر روی خاکها کار می‌شود به آسانی دچار گِل‌خراشی می‌شوند. اگر خاک خیلی مرطوب شد، مقداری خاک اضافه کنید.
۳. گاهی ظرف را به آرامی به میز کار بکوبید تا مخلوط آب-خاک تحکیم شود. در حالت اشباع، گِل به دلیل انعکاس نور می‌درخشد، وقتی ظرف محتوی آن را کج کنیم به آرامی جریان می‌یابد، و بجز در خاکهای با مقدار رس زیاد به آسانی از روی کاردک می‌لغزد.
۴. روی ظرف را بپوشانید و در طول شب به حال خود رها کنید.
۵. معیارهای اشباع بودن را دوباره کنترل کنید. معمولاً آب نبایستی در سطح نمونه جمع شده باشد، گِل نباید به طور محسوسی سفت شده باشد، همچنین گِل نبایستی درخشندگی خود را از دست داده باشد.
۶. اگر گِل، معیارهای مربوطه را نداشت، دوباره با افزودن آب یا خاک بیشتر آنرا مخلوط کنید. اجازه دهید حداقل برای ۴ ساعت به حال خود بماند و دوباره معیارهای اشباع را کنترل کنید.
۷. یک قوطی خشک‌کن به همراه درپوش، شماره گذاری و توزین کنید.
۸. حدود ۲۰ تا ۴۰ گرم از گِل اشباع را در قوطی بریزید.
۹. درب آن را بگذارید و جرم قوطی و نمونه حاوی آن را ثبت کنید (با دقت حدود ۰/۰۱ گرم).
۱۰. درپوش را بردارید و نمونه را در طول شب (۱۲ تا ۱۶ ساعت) در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. مدت زمانهای ۲۴ ساعت یا بیشتر نیز توصیه شده‌اند. به نمونه‌های در حال خشک شدن در آون، نمونه‌های مرطوب دیگری اضافه نکنید. آون نبایستی خیلی شلوغ باشد.
۱۱. نمونه خشک شده را بردارید و بلافاصله درب‌پوش آن را بگذارید. اجازه دهید تا نمونه برای یک ساعت خنک شود.
۱۲. جرم قوطی حاوی خاک آون-خشک به همراه درب‌پوش را ثبت کنید.

۲-۳-۴- محاسبات

درصد جرمی رطوبت اشباع خاک ($\%SP$) از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$\%SP = \frac{(M_{S+W} - M_S)}{(M_S - M_C)} \times 100 \quad [16-2]$$

که در آن:

M_{S+W} : جرم گِل اشباع+قوطی+درب‌پوش

M_S : جرم خاک آون-خشک+قوطی+درب‌پوش

M_C : جرم قوطی + درب پوش

۲-۳-۵- گزارش نتایج

مقدار رطوبت اشباع خاک (SP) بر حسب درصد جرمی را با دقت ۰/۱ درصد گزارش کنید.

۲-۳-۶- نکات

(الف) - در مورد خاکهای پیت و ماک و خاکهای با بافت خیلی ریز یا خیلی درشت بایستی توجه خاصی کرد (رودز، ۱۹۸۲). خاکهای پیت و ماک خشک، بویژه اگر درشت بافت یا خشبی باشند، می‌بایست در طول شب خیس شوند تا بتوان معیارهای اشباع شدن را در آنها دید. بعد از خیس شدن اولیه، گل اشباع این خاکها معمولاً سفت شده و درخشندگی خود را از دست می‌دهد. اما با افزودن آب و مخلوط کردن، معمولاً خواص استاندارد گل اشباع را حفظ می‌کند.

(ب) - در خاکهای ریز بافت بایستی بلافاصله، مقدار آب کافی با حداقل مخلوط کردن اضافه شود تا نمونه را به رطوبت نزدیک اشباع برساند. در مورد خاکهای درشت بافت باید مراقب بود که نمونه، فوق اشباع نشود. وجود آب در سطح نمونه بعد از مدتی راکد ماندن، نشانه فوق اشباع بودن است (رودز، ۱۹۸۲).

۲-۳-۷- ایمنی

برای بیرون آوردن قوطی‌ها از آون از دستکش‌های پارچه‌ای عایق یا گیره فلزی استفاده کنید.

۲-۳-۸- منابع

1. Rhoades, J.D. 1982. Soluble Salts. p. 167-179. In- A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff, 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60, U.S. Govt. Print Office, Washington DC.

۲-۴- تعیین توزیع اندازه ذرات خاک (بافت خاک) (کد روش P4T)

اغلب خواص فیزیکی و بسیاری از خواص شیمیایی خاک شدیداً تحت تأثیر کلاسه‌های توزیع اندازه ذرات خاک قرار می‌گیرند. تعیین توزیع اندازه ذرات خاک، اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات مجزا در نمونه خاک است. بهترین روش برای بیان نتایج اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات خاک، ترسیم منحنی توزیع اندازه ذرات است. در این منحنی درصد تجمعی ذرات کوچکتر از اندازه یک ذره معین در مقابل لگاریتم قطر مؤثر ذرات رسم می‌شود. منحنی توزیع اندازه ذرات خاک در بسیاری از تحقیقات و ارزیابی‌ها (نظیر زمین‌شناسی، هیدرولوژی، سطوح ژئومورفیک، مهندسی و علوم خاک) به کار می‌رود. در خاکشناسی، اندازه ذرات به عنوان وسیله‌ای برای توضیح و تفسیر پیدایش خاک، کمی کردن طبقه‌بندی خاک، و تعریف بافت خاک استفاده می‌شود.

در سیستم طبقه بندی وزارت کشاورزی آمریکا^۱ (USDA)، بافت خاک به مقدار نسبی رس، سیلت و شن در بخش نرم خاک^۲ ($< 2 \text{ mm}$) اتلاق می‌گردد (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۳). در این طبقه‌بندی همچنین نسبت‌های پنج زیر کلاس شن مشخص می‌شوند. طبقه‌بندی‌های دیگری مانند طبقه بندی بین المللی IUSS، کانادایی CSSC و ASTM نیز وجود دارد. در گزارش و تفسیر نتایج می‌بایست به نوع سیستم طبقه‌بندی اشاره کرد.

در مطالعات خاکشناسی به طور معمول مقدار کل شن ($0/05$ تا $2/0$ میلی‌متر)، سیلت ($0/002$ تا $0/05$ میلی‌متر) و رس (کوچکتر از 2 میکرون)، به همراه پنج زیر کلاس شن (خیلی درشت، درشت، متوسط، ریز و خیلی ریز) و دو زیر کلاس سیلت (درشت و ریز) تعیین می‌شود. سیلت درشت ذرات با قطر $0/02$ تا $0/05$ میلی‌متر است. در سیستم بین المللی مرز بین سیلت و شن $0/02$ میلی‌متر (20 میکرومتر) است. در طبقه‌بندی مهندسی مرز بین شن و سیلت قطر $0/074$ میلی‌متر است.

روش استاندارد اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات شامل؛ پراکنده کردن خاک با روشهای شیمیایی، مکانیکی یا التراسونیک و تفکیک اندازه‌های مختلف با الک کردن و ترسیب، اندازه‌گیری جرم و سپس بیان مقدار نسبی (درصد از کل نمونه خشک شده در آن) هر یک از کلاس‌های اندازه ذرات است (گی و باودر، ۱۹۸۶). روش پیپت کیلمر و الکساندر (۱۹۴۹) توسط سرویس حفاظت خاک USDA به عنوان روش استاندارد انتخاب شده است، زیرا در دامنه وسیعی از خاکها کاربرد دارد. اما به طور سنتی، روش هیدرومتر نیز برای تعیین توزیع اندازه ذرات بویژه در نمونه‌هایی که به طور کامل پراکنده نمی‌شوند به کار می‌رود. استفاده از هیدرومتر این امکان را فراهم می‌کند که اندازه‌گیری‌های متعددی در یک نمونه انجام شود و بنابراین توزیع اندازه ذرات می‌تواند با جزئیات بیشتری تعیین شود.

رس ریز و رس کربناتی

در روش پیپت، علاوه بر اندازه‌گیری‌های رایج شن، سیلت و رس، بسته به درخواست و نوع خاک، میزان رس ریز و یا رس کربناتی نیز تعیین می‌شود. جزء رس شامل ذرات معدنی با قطر مؤثر کوچکتر از $0/2$ میکرومتر است. درصد رس ریز برای خاکهایی که انتظار می‌رود رس انتقالی داشته باشند تعیین می‌شود. داده‌های رس ریز می‌تواند در تعیین حضور افق آرجلیک یا به عنوان وسیله‌ای برای تشریح پیدایش خاک به کار روند. در نظر گرفتن جزء رس کربناتی در تعیین توزیع اندازه ذرات خاک مهم است، زیرا ذرات کربناتی در اندازه رس خواصی متفاوت از رس غیر کربناتی دارند. از جمله CEC خیلی پایینی دارد و ظرفیت نگهداری آب آن دو سوم رس غیر کربناتی است. بنابراین رس کربناتی اثر رقیق کنندگی دارد و اغلب به منظور استنتاج در مورد پیدایش خاک و فعالیت رس از مقدار کل رس کم می‌شود.

در روش استاندارد SSL برای تعیین توزیع اندازه ذرات، از خاک هوا-خشک استفاده می‌شود. در حالی که به دست آوردن یک نمونه همگن از خاک هوا - خشک راحت‌تر از خاکی با رطوبت مزرعه است، برخی از خاکها زمانی که خشک می‌شوند به طور غیر قابل برگشت سخت می‌شوند و بنابراین ممکن است با همان رطوبت برای تعیین بافت استفاده شوند. خشک کردن چنین خاکهایی مقدار رس اندازه‌گیری شده را کاهش می‌دهد.

^۱- United State Department of Agriculture

^۲- Fine earth (particles $< 2 \text{ mm}$)

۲-۴-۱- تعیین توزیع اندازه ذرات خاک با پیپت (کد روش P4T-P)

روش استاندارد (P4T-P1)-

روش استاندارد آزمایشگاه شناسائی خاک (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴) برای تعیین توزیع اندازه ذرات خاک ($< 2 \text{ mm}$)، روش پیپت و استفاده از خاک هوا خشک است. در این روش ۱۰ گرم نمونه برای حذف مواد آلی و نمکهای محلول تیمار می‌شود. سپس برای به دست آوردن جرم اولیه، نمونه در آون خشک شده، با محلول هگزامتافسفات سدیم و تکان دادن مکانیکی پراکنده می‌شود. جزء شن با الک تر از سوسپانسیون جدا شده و سپس با الک کردن خشک به اندازه‌های مختلف تفکیک می‌شود. اجزاء رس و سیلت ریز در سوسپانسیون باقیمانده از الک تر تعیین می‌شوند. این سوسپانسیون در یک سیلندر ترسیب تا حد یک لیتر رقیق شده، بهم زده می‌شود و ۲۵ میلی‌لیتر از آن با استفاده از پیپت در فواصل زمانی از پیش تعیین شده بر اساس قانون استوکس برداشت می‌شود. نمونه سوسپانسیون در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد خشک شده و توزین می‌شود. در دستورالعمل حاضر این روش با کد P4T-P1 مشخص شده است.

پراکنده نمودن و پیش تیمارها در روش استاندارد:

پدیده‌های فلکوله‌شدن و پراکنده‌شدن^۱ در تعیین رفتار فیزیکی جزء کلوئیدی خاک بسیار مهم هستند و بنابراین بطور غیر مستقیم تأثیر زیادی بر رفتار فیزیکی خاک دارند (سامنر، ۱۹۹۲). در روشهای استاندارد آزمایشگاه شناسائی خاک، برای حذف مواد آلی و نمکهای محلول، خاک پیش تیمار می‌شود. نمونه‌ها با آب اکسیژنه (H_2O_2) و هگزامتافسفات سدیم تیمار می‌شوند. اهداف اولیه پراکنده نمودن، حذف مواد سیمانی کننده، آبیوشی مجدد ذرات رس، و جدا کردن فیزیکی ذرات مجزای خاک است (اسکوپ، ۱۹۹۲). آب اکسیژنه، مواد آلی را اکسیده می‌کند. هگزامتافسفات سدیم هر نوع کلسیم محلول را کمپلکس نموده و آن را در کمپلکس تبادلی با سدیم جایگزین می‌کند. به محض تکمیل تیمارهای شیمیایی، برای تکمیل و تسریع پراکنده و جدانمودن ذرات، همزدن‌های فیزیکی از طریق شیکر کردن استفاده می‌شود. در حضور کربنات کلسیم، Fe و Si ممکن است عمل پراکنده‌شدن کامل انجام نشود. در این موارد، بر حسب درخواست ممکن است روشهای پراکنده نمودن و تیمارهای خاصی شامل حذف کربنات‌ها، آهن و سیلیس انجام شود.

تعیین رس ریز و رس کربناتی:

برای تعیین رس ریز و رس کربناتی از سوسپانسیون تهیه شده در روش استاندارد (P4T-P1) استفاده می‌شود و در ادامه، این روش بدون لحاظ کردن کد توضیح داده شده است. بطور خلاصه، برای تعیین رس ریز، سوسپانسیون رس و سیلت بهم زده شده، در ظروف سانتریفیوژ ریخته شده و با سرعت ۱۵۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ می‌شود. سپس ۲۵ میلی‌لیتر از آن در آون خشک و توزین می‌شود. برای تعیین رس کربناتی نیز باقیمانده نمونه‌های سوسپانسیون خشک شده در آون در یک سیستم بسته با اسید مجاور شده و فشار گاز CO_2 متصاعد شده اندازه‌گیری می‌شود.

روش حذف کربناتها (P4T-P2):

خاکهایی که حاوی مقدار زیادی کربنات هستند به آسانی پراکنده نمی‌شوند. برای حذف کربناتها، این خاکها با اسید پیش تیمار می‌شوند (گروسمن و میل، ۱۹۶۱؛ جکسون، ۱۹۶۹؛ گی و باودر، ۱۹۸۶؛ گی و اور، ۲۰۰۲). تعیین توزیع اندازه ذرات خاک بعد از حذف کربناتها بر حسب درخواست متقاضی انجام شده و عمدتاً برای مطالعات پیدایش خاک و مواد مادری به کار می‌رود. برای حذف

^۱ - Dispersion

کربناتها، نمونه خاک با محلول استات سدیم یک نرمال (1 N NaOAc) بافر شده در pH=5 تیمار می‌شود. محلول NaOAc تا زمانی اضافه می‌شود که دیگر جوششی اتفاق نیافتد. سپس محلول NaOAc از نمونه شسته شده و در ادامه روش P3T-P1 پیروی می‌شود.

روش حذف آهن (P4T-P3):

آهن و اکسیدهای دیگر، ذرات رس، سیلت و شن را پوشانده، آنها را به هم پیوند داده و موجب تشکیل خاکدانه می‌شوند. بنابر این خاکهایی که دارای این نوع اکسیدها می‌باشند (احتمالاً خاکهای گیلان و مازندران) به آسانی پراکنده نخواهند شد. برای حذف اکسیدهای آهن از محلول سیترات- دیتیونات سدیم که با بیکربنات بافر شده است استفاده می‌شود (مهرا و جکسون، ۱۹۶۰؛ گی و باودر، ۱۹۸۶؛ گیو اور، ۲۰۰۲). در این روش، نمونه خاک ابتدا برای حذف مواد آلی با آب اکسیژنه تیمار می‌شود و سپس اکسیدهای آهن با افزودن محلول سیترات- دیتیونات سدیم بافر شده با بیکربنات و حرارت دادن تا ظهور رنگ مایل به خاکستری حذف می‌شوند. بعد از حذف اکسیدهای آهن، سوسپانسیون با محلول اشباع NaCl فلوکوله شده و برای حذف املاح محلول فیلتر می‌شود و در ادامه روش P4T-P1 پیروی می‌شود.

روش حذف سیلیس (P4T-P4):

خاکهایی که مواد سیمانی آن سیلیس است با مصرف آب اکسیژنه و هگزامتافسفات سدیم به طور کامل پراکنده نمی‌شوند. پیش- تیمار نمونه خاک با یک باز ضعیف موجب حل شدن پوشش و پیوندهای Si شده و پراکنده شدن خاک را افزایش می‌دهد. تعیین توزیع اندازه ذرات خاک بعد از حذف سیلیسیم برای مطالعات پیدایش خاک و مواد مادری به کار می‌رود. نمونه خاک ابتدا برای حذف مواد آلی با آب اکسیژنه تیمار می‌شود و سپس محلول رقیق NaOH به نمونه اضافه و در طول شب به حال خود رها می‌شود. بعد از حذف مواد سیمانی کننده سیلیسی، در ادامه روش P4T-P1 پیروی می‌شود.

تعیین توزیع اندازه ذرات در خاک با رطوبت مزرعه (P4T-P5):

پراکنده نمودن خاکهایی که با خشک شدن به طور غیر قابل برگشت سخت می‌شوند، بسیار مشکل است. برای این خاکها، ممکن است مدیر پروژه درخواست نماید که توزیع اندازه ذرات در نمونه با رطوبت مزرعه‌ای تعیین شود. به این منظور ۱۰ گرم از نمونه با رطوبت مزرعه از الک ۲ میلی‌متر عبور داده شده، برای حذف مواد آلی و املاح محلول پیش تیمار می‌شود و در ادامه روش P4T-P1 پیروی می‌شود. همزمان ۱۰ گرم از نمونه نیز برای تعیین وزن آون- خشک در آون خشک می‌شود.

۲-۴-۱-۱- وسایل

- بشر ۳۰۰ میلی‌لیتر توزین شده (با دقت ۱ میلی‌گرم)

- فیلتر سرامیکی^۱

- گیره نگهدارنده فیلتر و ظرف نمونه

- شیکر مکانیکی افقی با نوسان ۱۲۰ بار در دقیقه

- سیلندر ۱ لیتری استاندارد با طول 36 ± 2 سانتیمتر

- آون ۱۱۰ درجه سانتیگراد

^۱ - Ceramic filter candles, 0.3 μ m absolute retention

- هات پلیت، 100°C
- پمپ خلاء، $0/8$ بار
- دماسنج، 0 تا 150 درجه
- دسیکاتور
- همزن برقی
- همزن دستی
- پیپت قابل تنظیم^۱ (شاو، ۱۹۳۲)، با حباب 25 میلی‌لیتر، که به طور دقیق در مکان و ارتفاع مناسب نصب شده است.
- شیکر الک با حرکت جانبی و عمودی $12/7$ میلی‌متر و نوسان 500 بار در دقیقه.
- بطریهای توزین 90 میلی‌لیتری
- سینی خشک‌کن آلومینیومی
- کرنومتر
- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 0/10$ میلی گرم
- شیشه ساعت با قطر 50 و 65 میلی‌متر
- سری الکهای 76 میلی‌متری (۳ اینچی)^۲
- با اندازه‌های زیر

جدول شماره ۲-۱- الک‌های مورد استفاده برای اندازه‌گیری کلاس‌های شن

مش Tyler	شماره US	قطر (mm)	کلاس اندازه ذرات شن
۱۶	۱۸	$1/0$	VCS شن خیلی درشت
۳۲	۳۵	$0/5$	CS شن درشت
۶۰	۶۰	$0/25$	MS شن متوسط
۱۵۰	۱۴۰	$0/105$	FS شن ریز
۳۰۰	۳۰۰	$0/475$	VFS شن خیلی ریز

- سانتیفیوژ
- بطری سانتیفیوژ، 500 میلی‌لیتری
- فشار سنج
- کپسول ژلاتین، 5 میلی‌لیتری

۲-۴-۱-۲- مواد

- آب مقطر

^۱- Adjustable pipet rack^۲- U.S. series and Tyler Screen Scale

- آب اکسیژنه (H_2O_2) ، ۳۰ تا ۳۵٪
- هگزامتافسفات سدیم ($(NaPO_3)_6$)
- کربنات سدیم (Na_2CO_3)
- محلول هگزامتافسفات سدیم. ۳۵/۷ گرم از $(NaPO_3)_6$ و ۷/۹۴ گرم از Na_2CO_3 را در یک لیتر آب مقطر حل کنید.
- اتیل الکل
- سولفات کلسیم (بی آب) یا جاذب الرطوبه مشابه
- اسید هیدروکلریک (HCl) ، ۶ نرمال. یک لیتر از HCl غلیظ را با یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- معرف کربنات سدیم (Na_2CO_3) ، ۱۰/۶ گرم Na_2CO_3 را در آب حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید.
- محلول استات سدیم یک نرمال ($NaOAc$, 1 N) ، بافر شده تا $pH=5$. ۶۸۰ گرم $NaOAc$ را در ۴ لیتر آب مقطر حل کنید. حدود ۲۵۰ میلی‌لیتر اسید استیک به آن اضافه کنید و با آب مقطر به حجم ۵ لیتر برسانید.
- محلول سیترات سدیم ۰/۳ مولار، $0.3 M Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ (۸۸/۴ گرم در لیتر)
- محلول بافر بیکربنات سدیم ۱ مولار، $1 M NaHCO_3$ (۸۴ گرم در لیتر)
- دیتیونات سدیم ($Na_2S_2O_4$ - hydrosulphite)
- محلول اشباع کلرید سدیم $NaCl$ (حلالیت در ۲۰ درجه سانتیگراد، ۳۶۰ گرم در لیتر)
- محلول هیدروکسید سدیم، ۰/۱ نرمال. ۴ گرم $NaOH$ را در ۱ لیتر آب مقطر حل کنید.

۲-۴-۱-۳- روش کار

روش استاندارد، خاک هوا خشک (P4T-P1):

۱. ۱۰ گرم خاک هوا- خشک عبور داده شده از الک ۲ میلیمتر را در بشر ۳۰۰ میلی لیتری توزین و شماره گذاری شده بریزید.
۲. در دمای محیط به نمونه خاک حدود ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر و ۵ تا ۷/۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه اضافه کنید. با یک شیشه ساعت روی نمونه خاک را بپوشانید. اجازه دهید تا اکسیداسیون اولیه ماده آلی کامل شود، سپس نمونه را در هات پلیت قرار دهید. اگر کف ناشی از واکنش از ظرفیت بشر سریز کرد، نمونه را به یک بشر بزرگتر منتقل کنید.
۳. نمونه را در هات پلیت قرار داده و تا دمای ۹۰ درجه سانتیگراد گرم کنید. چهار بار در فواصل زمانی ۳۰ دقیقه‌ای ۵ تا ۷/۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه اضافه کنید. اگر اکسیداسیون کامل نشده است، مقادیر بیشتری آب اکسیژنه اضافه نمایید تا جایی که مواد آلی به طور کامل اکسید شوند. نمونه را برای ۴۵ دقیقه دیگر حرارت دهید تا مازاد آب اکسیژنه تجزیه شود. اگر واکنش خیلی شدید است یکی یا چند اقدام زیر را انجام دهید- (الف) مقدار کمی اتیل الکل به نمونه اضافه کنید، (ب) نمونه را از روی هات پلیت بردارید تا واکنش کند شود، (ج) نمونه را به بشر یک لیتری منتقل کنید، یا (د) مقدار آب اکسیژنه را کاهش دهید. هر گونه واکنش غیر عادی را ثبت کنید.
۴. ۱۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر به نمونه اضافه کرده و با کمک پمپ خلاء از صافی (فیلتر شمعی) بگذرانید. چهار بار و هر بار با ۱۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر، نمونه را بشوئید. اگر نمونه گچ داشته باشد و فلکوله شود ممکن است شستشویهای اضافی انجام شود. اگر نمونه حاوی ۱ تا ۵٪ گچ باشد، نمونه را با همزن مگنت به مدت ۵ دقیقه بهم زده و ۵ بار و هر بار با حدود ۲۵۰ میلی‌لیتر آب

- مقطر بشوئید. اگر نمونه بیش از ۵٪ گچ داشته باشد، نمونه را در بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتر ریخته با همزن مگنت به مدت ۵ دقیقه بهم زده و ۵ بار و هر بار با حدود ۷۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر بشوئید تا گچ محلول آن حذف شود.
۵. نمونه را در آون قرار داده و در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. سپس نمونه را از آون خارج کرده در دسیکاتور قرار داده تا به دمای محیط برسد.
۶. وزن کل نمونه (TW) را با دقت میلی‌گرم ثبت کنید.
۷. به هر نمونه، حجم دقیقی از محلول هگزامتافسفات سدیم (حدود ۱۰ میلی‌لیتر)، که معادل ۰/۴۴۰۸ گرم هگزامتافسفات سدیم باشد اضافه کنید. برای محاسبه درصد رس و سیلت، وزن هگزامتافسفات سدیم (DW) از وزن سیلت ورس به دست آمده از نمونه کم خواهد شد. برای تعیین حجم دقیق هگزامتافسفات سدیم برای اضافه نمودن به نمونه به بند (۸) مراجعه شود. بعد از اضافه کردن محلول به نمونه اجازه دهید نمونه بطور کامل با هگزامتافسفات سدیم مرطوب شود. سپس حدود ۱۷۵ میلی‌لیتر آب مقطر اضافه کنید.
۸. برای استاندارد کردن محلول هگزامتافسفات سدیم فقط از ظروف طراحی شده برای توزین استفاده کنید. این ظروف را بعد از هر بار استفاده شسته و توزین نمائید. با دو تکرار مقادیر ۸/۵، ۹/۰، ۹/۳، ۹/۶، ۱۰/۰، ۱۰/۳، ۱۰/۶ و ۱۱/۰ میلی‌لیتر محلول هگزامتافسفات سدیم در بطری‌های مخصوص شماره‌گذاری شده و توزین شده بریزید. نمونه‌ها را در طول شب در آون خشک کرده و وزن باقیمانده را تعیین کنید. با استفاده از داده‌های به دست آمده و روش رگرسیون حجم دقیق هگزامتافسفات مورد نیاز برای این که حاوی ۰/۴۴۰۸ گرم هگزامتافسفات باشد را تعیین کنید.
۹. نمونه را در شیکر افقی قرار داده و با نوسان ۱۲۰ بار در دقیقه به مدت ۱۵ ساعت (در طول شب) شیکر کنید.
۱۰. نمونه را از شیکر برداشته و بر روی الک ۳۰۰ مش (۰/۴۷ میلی‌متر) بریزید. ممکن است لازم باشد برای سرعت بخشیدن به شستشو و عبور از الک، نمونه با انگشت سائیده شود. در زیر الک یک قیف و در زیر قیف یک سیلندر ۱ لیتری قرار دهید. سیلت و رس را در سیلندر یک لیتری جمع‌آوری کنید. در هنگام شستن نمونه از ریختن سریع آب که ممکن است موجب پرش آب شود اجتناب کنید. تمام ذرات درون بشر را بر روی الک بشوئید. شستشو را تا جایی ادامه دهید که حجم سوسپانسیون درون سیلندر به حدود ۸۰۰ میلی‌لیتر برسد. شن و اندکی سیلت درشت بر روی الک باقی می‌ماند. سیلندر را تا حجم یک لیتر پر کنید و یک شیشه ساعت ۶۵ میلی‌متری بر روی آن بگذارید. دستگاه پیپت را در نزدیکی سیلندرهایی نمونه و شاهد قرار دهید تا از تغییرات سریع درجه حرارت اجتناب شود. برای اندازه‌گیری نوسانات درجه حرارت، یک نمونه شاهد با آب مقطر تهیه کنید. سیلندر را در طول شب به حال خود رها کنید تا با دمای اتاق به تعادل برسد. شن روی الک را به درون یک سینی تبخیر بشوئید و در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید.
۱۱. شن خشک شده را بر روی سری الک‌ها که از بالا به پائین به ترتیب با اندازه‌های ۱/۰، ۰/۵، ۰/۲۵، ۰/۱ و ۰/۴۷ میلی‌متر قرار گرفته‌اند منتقل کنید. سپس با شیکر با دامنه نوسان افقی و عمودی ۱/۳ سانتی‌متر و با دور ۵۰۰ بار در دقیقه به مدت سه دقیقه تکان دهید. وزن باقیمانده بر روی هر الک (وزن هر جزء شن، SW_i) را با دقت میلی‌گرم ثبت کنید.
۱۲. درصد سیلت و رس را بر اساس ته نشینی و با نمونه‌گیری (به حجم ۲۵ میلی‌لیتر) از سوسپانسیون درون سیلندر یک لیتری با استفاده از پیپت تعیین کنید. ابتدا لازم است که پیپت به گونه‌ای کالیبره شود که نمونه‌گیری با حجم ۲۵ میلی‌لیتر در مدت زمان حدود ۱۲ ثانیه انجام شود. این کار می‌بایست در یک سیلندر حاوی آب مقطر و با تنظیم مکش مناسب پمپ خلاء

صورت پذیرد. دمای نمونه شاهد (T_1) را ثبت کنید. پیت را بر روی نگهدارنده آن سوار کنید. سوسپانسیون سیلت و رس را به مدت حداقل ۵ دقیقه با همزن مکانیکی به هم بزنید. سیلندر را بر روی یک میز بدون لرزش و پایدار قرار دهید و با یک همزن دستی با حرکت رو به بالا و پائین برای ۳۰ ثانیه بهم بزنید. با اتمام بهم زدن، زمان‌گیری شروع می‌شود. برای ذرات (جزء) کوچکتر از ۲۰ میکرومتر، به آرامی پیت را تا عمق ۱۰ سانتی متری پائین بیاورید، پمپ خلاء (یا دستگاه مکش) را روشن کنید و در زمان محاسبه شده (جدول ۲-۲) نمونه بگیرید. نمونه را در ظرف توزین ۹۰ میلی لیتری شماره گذاری و توزین شده بریزید. پیت را دو بار با آب مقطر بشوئید و به درون ظرف محتوی نمونه (۲۵ میلی لیتری) بریزید. نمونه‌ها را در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید و در دسیکاتور حاوی سولفات کلسیم یا جاذب الرطوبه مشابه سرد کنید. وزن باقیمانده (RW_{20}) را با دقت ۰/۱ میلی گرم ثبت کنید.

۱۳. برای جزء کوچکتر از ۲ میکرومتر ($<2\text{-}\mu\text{m}$) در زمان های ۴/۵، ۵، ۵/۵ یا ۶/۵ ساعت نمونه بگیرید. دمای نمونه شاهد (T_2) را ثبت کنید. با استفاده از میانگین T_1 و T_2 عمق نمونه برداری را بر اساس جدول ۲-۳ اصلاح کنید. روش شرح داده شده برای جزء کوچکتر از ۲۰ میکرومتر ($<20\text{-}\mu\text{m}$) را تکرار کنید. نمونه‌ها را در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید و در دسیکاتور حاوی سولفات کلسیم یا جاذب الرطوبه مشابه سرد کنید. وزن باقیمانده (RW_2) را با دقت ۰/۱ میلی گرم ثبت کنید.

تعیین رس ریز ($<0.2\text{ }\mu\text{m}$) -

۱۴. سوسپانسیون سیلت و رس را به مدت ۵ دقیقه با همزن مکانیکی بهم بزنید. نمونه را بروی میز قرار داده و با همزن، دستی به مدت ۳۰ ثانیه با بالا و پائین بردن همزن بهم بزنید و به مدت ۱۵ دقیقه اجازه دهید تا ته نشین شود.

۱۵. سوسپانسیون را به درون بطری سانتریفیوژ بریزید و تا محل علامت گذاری شده پر کنید. درب بطری‌ها را بسته و خوب تکان دهید تا سوسپانسیون مخلوط شود.

۱۶. بارهای مقابل را در سانتریفیوژ متوازن کنید. در صورت لزوم لوله‌هایی را با آب پر کنید تا هم‌وزن نمونه‌ها شود.

۱۷. دمای سوسپانسیون را قرائت کنید.

۱۸. با سرعت ۱۵۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ کنید. مدت زمان سانتریفیوژ از معادله زیر محاسبه می‌شود که اصلاح شده فرمول استوکس است (جکسون، ۱۹۶۹).

$$t_m = (63.0 \times 10^8 \times \eta \times \log(r.s^{-1}))(N_m^2 \cdot D_\mu^2 \cdot \Delta\rho)^{-1} \quad [17-2]$$

که در آن:

t_m : زمان بر حسب دقیقه

η : ویسکوزیته بر حسب پویز

r : شعاع از مرکز چرخش سانتریفیوژ تا عمق نمونه‌برداری بر حسب سانتیمتر ($s+3\text{ cm}$)

s : شعاع از مرکز چرخش سانتریفیوژ تا سطح سوسپانسیون بر حسب سانتیمتر

N_m : دور سانتریفیوژ در دقیقه (۱۵۰۰)

D_μ : قطر ذره بر حسب میکرون ($0.2\text{ }\mu\text{m}$)

$\Delta\rho$: اختلاف بین گراویته ویژه ذره آب‌پوشیده شده و مایع سوسپانسیون

اگر $\rho_p = 2.5 \text{ g cc}^{-1}$ و $N_m = 1500 \text{ rpm}$ ، $r = 18 \text{ cm}$ و $s = 15 \text{ cm}$ باشد، زمان سانتریفیوژ از جدول ۲-۴ تعیین می‌شود. ۱۹. بعد از سانتریفیوژ، پیت را تا عمق ۳ سانتی‌متری پائین آورده و ۲۵ میلی لیتر نمونه در مدت حدود ۱۲ ثانیه برداشت کنید. از ایجاد تلاطم اجتناب نمایید. نمونه را به ظرف توزین منتقل کرده و در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. ۲۰. نمونه را در دسیکاتور حاوی جاذب الرطوبه به دمای محیط برسانید و وزن باقیمانده ($RW_{0.2}$) را با دقت ۰/۱ میلی گرم به دست آورید.

تعیین رس کربناتی:

۲۱. برای تعیین وجود کربنات در خاک، بر روی نمونه‌ای از خاک هوا خشک شده (کوچکتر از ۲ میلی متر) چند قطره اسید کلریدریک یک نرمال (1 N HCl) اضافه و جوشش آن بررسی می‌شود. در صورت جوشش بیشتر از حد خفیف، رس کربناتی در ذرات باقیمانده کوچکتر از ۲ میکرون (باقیمانده خشک $< 2\text{-}\mu\text{m}$) حاصل از مرحله ۱۳ تعیین می‌شود. ۲۲. لبه ظروف توزین حاوی نمونه خشک شده ذرات کوچکتر از ۲ میکرون (حاصل از مرحله ۱۳) را با لایه نازکی از گلیسرین چرب کنید. همزمان و در هر تجزیه یک ظرف توزین خالی به عنوان شاهد در نظر بگیرید. ۳ میلی‌لیتر اسید کلریدریک ۶ نرمال (6 N HCl) در کپسول ژلاتینی ریخته و درپوش کپسول را بگذارید. کپسول را در درون ظرف توزین شیشه‌ای قرار داده و بلافاصله درب ظرف را ببندید. اگر HCl از کپسول تراوش کند نمونه را کنار بگذارید (دور بریزید). فشار هوای داخل ظرف را با فرو بردن سوزن سرنگ در درپوش چوب‌پنبه‌ای تخلیه کنید. تقریباً حدود ۳ تا پنج ثانیه لازم است تا فشار درون ظرف با فشار بیرون متعادل شود.

۲۳. بعد از حل شدن کپسول ژلاتینی (حدود چند دقیقه)، ظرف را کج کرده و بچرخانید تا رس‌های چسبیده به دیواره آن اشباع شود. فقط درپوش ظرف را بگیرید تا از تغییر دمای ظرف در اثر تماس با دست اجتناب شود. اجازه دهید نمونه حداقل به مدت ۳۰ دقیقه به حال خود باقی بماند.

۲۴. فشارسنج را روی صفر تنظیم کنید. سوزن سرنگ متصل به فشارسنج را به درون ظرف فروبرید. فشار درون ظرف را (برحسب mm Hg) به دقت قرائت کنید (MR). همچنین فشار درون شاهد را ثبت کنید (BR).

۲۵. قرائت‌ها را با منحنی استاندارد مقایسه و میزان کربنات معادل را به دست آورید.

۲۶. واسنجی فشار سنج

۲۷. فشار سنج را هر سه ماه یکبار واسنجی کنید. واسنجی با دو تکرار و با استفاده از معرف Na_2CO_3 انجام می‌شود. مقادیر ۰/۰ تا ۲۰/۰ میلی‌لیتر معرف Na_2CO_3 را در بطری شیشه‌ای توزین و شماره‌گذاری شده بریزید و در طول شب در آون (دمای ۱۱۰ درجه) خشک کنید. نمونه‌ها را در دسیکاتور به دمای محیط رسانده و با دقت ۰/۱ میلی‌گرم توزین نمایید.

۲۸. همانند مراحل ۲۲، ۲۳ و ۲۴ عمل کرده و فشار مربوط به هر نمونه استاندارد را ثبت کنید.

۲۹. معادله رگرسیون خطی بین وزن Na_2CO_3 به عنوان متغیر وابسته و فشار قرائت شده مربوطه به عنوان متغیر مستقل را به دست آورید.

روش حذف کربنات‌ها، خاک هوا خشک (P4T-P2):

۳۰. به اندازه کافی خاک (کوچکتر از ۲ میلی متر) توزین کنید تا ۱۰ گرم خاک هوا-خشک فاقد کربنات به دست آورید. به عنوان مثال اگر نمونه خاک ۵۰٪ کربنات داشته باشد، لازم است ۲۰ گرم خاک بردارید. خاک را درون بشر ۳۰۰ میلی‌لیتر توزین و شماره‌گذاری شده بریزید.

۳۱. حدود ۲۰۰ میلی‌لیتر محلول استات سدیم یک نرمال (1 N NaOAc) به نمونه اضافه کنید و با یک میله همزن مخلوط کنید. درب بشر را با شیشه ساعت بپوشانید و در طول شب به حال خود رها کنید.

۳۲. نمونه را در هات پلیت قرار داده و تا دمای حدود ۹۰ درجه و تا زمانی که دیگر جوششی (خروج حباب) مشاهده نشود گرم کنید. نمونه را جوش نیاورید. گرما دادن واکنش را سرعت می‌بخشد. محلول را تخلیه و مقدار بیشتری استات سدیم (1 N NaOAc) اضافه کنید. اگر واکنشی اتفاق افتاد، گرما دادن را تکرار کنید. این کار را تا حذف تمام کربنات‌ها ادامه دهید. سرعت انحلال می‌تواند با کاهش pH محلول استات سدیم (1 N NaOAc) سرعت یابد (رابنهورست و وایلدینگ، ۱۹۸۴).

۳۳. زمانی که دیگر جوشش کربنات مشاهده نشد، نمونه را با آب مقطر شسته می‌شود تا املاح حل شده از آن خارج گردد. نمونه را با فیلتر شمعی و با کمک پمپ خلاء فیلتر و با ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر بشوئید. برای ادامه کار از روش P4T-P1 پیروی کنید.

روش حذف اکسیدهای آهن، خاک هوا خشک (P4T-P3):

۳۴. حداکثر مقدار ۰/۵ گرم Fe_2O_3 می‌تواند در ۴۰ میلی‌لیتر محلول سیترات حل شود. مقدار خاک هوا خشک که در هر بشر (۳۰۰ میلی‌لیتری توزین و شماره‌گذاری شده) ریخته می‌شود، نبایستی حاوی بیش از ۰/۵ گرم Fe_2O_3 باشد. بنابراین نمونه خاک مورد نیاز که بعد از حذف آهن باید حدود ۱۰ گرم باشد را در صورت نیاز به چند قسمت تقسیم کرده و در بشرهای مختلف بریزید.

۳۵. حدود ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر و ۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه در دمای محیط به نمونه اضافه کنید. روی نمونه را با شیشه ساعت ۵۰ میلیمتری بپوشانید. اجازه دهید اکسیداسیون اولیه مواد آلی صورت پذیرد و سپس نمونه را روی هات پلیت قرار دهید. اگر کف ناشی از واکنش از ظرفیت ظرف فراتر رفت، نمونه را به یک بشر بزرگتر منتقل کنید.

۳۶. نمونه را روی هات پلیت قرار داده و تا دمای ۹۰ درجه گرم کنید. در فواصل زمانی ۴۵ دقیقه‌ای و هر بار ۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه اضافه کنید تا زمانی که اکسیداسیون کامل شود یا حجم آب اکسیژنه اضافه شده به ۳۰ میلی‌لیتر برسد. نمونه را برای ۴۵ دقیقه دیگر حرارت دهید تا مازاد آب اکسیژنه تجزیه شود. اگر واکنش خیلی شدید است مقدار کمی اتیل الکل به نمونه اضافه کنید یا نمونه را از روی هات پلیت بردارید تا واکنش کند شود.

۳۷. ۴۰ میلی‌لیتر محلول سیترات و ۵ میلی‌لیتر بیکربنات سدیم اضافه کنید. در حمام آب تا دمای ۸۰ درجه حرارت دهید، اما از دمای ۸۰ درجه فراتر نروید. با یک پیمانه کالیبره شده یک گرم پودر دیتونات سدیم اضافه کنید. با یک میله شیشه‌ای برای مدت یک دقیقه بطور پیوسته و سپس گهگاهی تا ۱۵ دقیقه بهم زنید. ۱۰ میلی‌لیتر محلول اشباع NaCl بیافزائید و مخلوط کنید.

۳۸. برای جدا کردن اکسید آهن (Fe_2O_3) حل شده، نمونه را سانتریفیوژ یا تحت خلاء صاف کنید. قسمتهای مختلف نمونه را در تعداد کمتری بشر با هم ترکیب کنید.

۳۹. اگر نمونه حاوی کمتر از ۰/۵ گرم Fe_2O_3 است، تیمار انحلال را تکرار کنید. برای نمونه‌های با مقدار بیش از ۰/۵ گرم Fe_2O_3 ، تیمار انحلال را دو بار دیگر تکرار کنید. بعد از تکمیل حذف آهن، مراحل بعدی را بر طبق روش P4T-P1 ادامه دهید.

روش حذف سیلیسیم، خاک هوا خشک (P4T-P4):

۴۰. ۱۰ گرم خاک هوا- خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر را توزین و در بشر ۳۰۰ میلی لیتری شماره گذاری شده بریزید.
۴۱. حدود ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر و ۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه در دمای محیط به نمونه اضافه کنید. روی نمونه را با شیشه ساعت ۵۰ میلیمتری بپوشانید. اجازه دهید اکسیداسیون اولیه مواد آلی صورت پذیرد و سپس نمونه را روی هات پلیت قرار دهید. اگر کف ناشی از واکنش از ظرفیت ظرف فراتر رفت، نمونه را به یک بشر بزرگتر منتقل کنید.
۴۲. نمونه را روی هات پلیت قرار داده و تا دمای ۹۰ درجه گرم کنید. در فواصل زمانی ۴۵ دقیقه‌ای و هر بار ۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه اضافه کنید تا زمانی که اکسیداسیون کامل شود یا حجم آب اکسیژنه اضافه شده به ۳۰ میلی‌لیتر برسد. نمونه را برای ۴۵ دقیقه دیگر حرارت دهید تا مازاد آب اکسیژنه تجزیه شود. اگر واکنش خیلی شدید است مقدار کمی اتیل الکل به نمونه اضافه کنید یا نمونه را از روی هات پلیت بردارید تا واکنش کند شود.
۴۳. نمونه را در طول شب در ۱۰۰ میلی‌لیتر هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال (0.1 N NaOH) خیس (غوطه‌ور) کنید. بعد از حذف مواد سیمانی سیلیسی، مراحل بعدی را بر طبق روش P4T-P1 ادامه دهید.

روش استاندارد، خاک مرطوب (P4T-P5):

۴۴. مقدار کافی خاک مرطوب عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر که دو نمونه حدوداً ۱۰ گرمی خاک هوا- خشک از آن حاصل شود را توزین و در بشرهای ۳۰۰ میلی لیتری توزین و شماره‌گذاری شده بریزید.
۴۵. حدود ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر و ۷/۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه در دمای محیط به هر دو نمونه اضافه کنید. روی نمونه‌ها را با شیشه ساعت ۵۰ میلی‌متری بپوشانید. اجازه دهید اکسیداسیون اولیه مواد آلی صورت پذیرد و سپس نمونه را روی هات پلیت قرار دهید. اگر کف ناشی از واکنش از ظرفیت ظرف فراتر رفت، نمونه‌ها را به بشرهای بزرگتر منتقل کنید.
۴۶. نمونه را در هات پلیت قرار داده و تا دمای ۹۰ درجه گرم کنید. چهار بار در فواصل زمانی ۳۰ دقیقه‌ای ۵ تا ۷/۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه اضافه کنید. اگر اکسیداسیون کامل نشده است، مقادیر بیشتری آب اکسیژنه اضافه نمایید تا جاییکه مواد آلی به طور کامل اکسید شوند. نمونه را برای ۴۵ دقیقه دیگر حرارت دهید تا مازاد آب اکسیژنه تجزیه شود. اگر واکنش خیلی شدید است یک یا چند اقدام زیر را انجام دهید-

(الف) - مقدار کمی اتیل الکل به نمونه اضافه کنید،

(ب) - نمونه را از روی هات پلیت بردارید تا واکنش کند شود،

(ج) - نمونه را به بشر یک لیتری منتقل کنید، یا

(د) - مقدار آب اکسیژنه را کاهش دهید. هر گونه واکنش غیر عادی را ثبت کنید.

۴۷. ۱۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر به نمونه اضافه کرده و با کمک پمپ خلاء از صافی (فیلتر شمعی) بگذرانید. نمونه را چهار بار و هر بار با ۱۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر بشوئید. اگر نمونه گچ داشته باشد و فلکوله شود ممکن است شستشوی اضافی انجام شود. اگر نمونه حاوی ۱ تا ۵٪ گچ باشد، نمونه را با همزن مگنت به مدت ۵ دقیقه بهم زده و ۵ بار و هر بار با حدود ۲۵۰ میلی‌لیتر

آب مقطر بشوئید. اگر نمونه بیش از ۵٪ گچ داشته باشد، آن را در بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتر ریخته با همزن مگنت به مدت ۵ دقیقه بهم زده و ۵ بار و هر بار با حدود ۷۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر بشوئید تا گچ محلول آن حذف شود.

۴۸. یکی از نمونه‌ها را در طول شب در آون (دمای ۱۱۰ درجه) خشک کنید و بعد از خنک کردن در دسیکاتور، با دقت یک میلی‌گرم توزین کنید. این وزن به عنوان وزن کل نمونه (TW) در محاسبات به کار می‌رود.

۴۹. ادامه تجزیه را بر اساس روش P4T-P1 انجام دهید.

جدول شماره ۲-۲- زمانهای نمونه‌برداری در عمق ۱۰ سانتی‌متری، محلول ۰/۴۴۰۸ گرم در لیتر NaHMP، و ذرات با دانسیته ۲/۶۵ گرم بر سانتی‌متر مکعب

ذرات ۵ میکرومتر	ذرات ۲۰ میکرومتر	دما (°C)	ذرات ۵ میکرومتر		ذرات ۲۰ میکرومتر		دما (°C)
			ثانیه	دقیقه	ثانیه	دقیقه	
۱۳	۶۷	۲۴/۲۵	۱۲	۴	۳۶	۸۴	۱۵
۵۰	۶۶	۲۴/۵۰	۱۱	۴	۲۲	۸۲	۱۶
۲۷	۶۶	۲۴/۷۵	۹	۴	۱۶	۸۰	۱۷
۱	۶۶	۲۵/۰۰	۸	۴	۱۲	۷۸	۱۸
۴۲	۶۵	۲۵/۲۵	۶	۴	۱۳	۷۷	۱۸/۵
۱۹	۶۵	۲۵/۵۰	۵	۴	۱۷	۷۶	۱۹
۵۷	۶۴	۲۵/۷۵	۴	۴	۱۸	۷۵	۱۹/۵
۳۵	۶۴	۲۶/۰۰	۲	۴	۲۳	۷۴	۲۰
۱۳	۶۴	۲۶/۲۵	۱	۴	۵۶	۷۳	۲۰/۲۵
۵۲	۶۳	۲۶/۵۰	۵۹	۳	۲۹	۷۳	۲۰/۵۰
۳۰	۶۳	۲۶/۷۵	۵۸	۳	۲	۷۳	۲۰/۷۵
۹	۶۳	۲۷/۰۰	۵۷	۳	۳۵	۷۲	۲۱
۴۸	۶۲	۲۷/۲۵	۵۶	۳	۹	۷۲	۲۱/۲۵
۲۷	۶۲	۲۷/۵۰	۵۴	۳	۴۳	۷۱	۲۱/۵۰
۷	۶۲	۲۷/۷۵	۵۳	۳	۱۸	۷۱	۲۱/۷۵
۴۶	۶۱	۲۸/۰۰	۵۲	۳	۵۲	۷۰	۲۲/۰۰
۲۶	۶۱	۲۸/۲۵	۵۰	۳	۲۷	۷۰	۲۲/۲۵
۶	۶۱	۲۸/۵۰	۴۹	۳	۲	۷۰	۲۲/۵۰
۴۶	۶۰	۲۸/۷۵	۴۸	۳	۳۷	۶۹	۲۲/۷۵
۲۶	۶۰	۲۹/۰۰	۴۷	۳	۱۳	۶۹	۲۳/۰۰
۶	۶۰	۲۹/۲۵	۴۵	۳	۴۸	۶۸	۲۳/۲۵
۴۷	۵۹	۲۹/۵۰	۴۴	۳	۲۴	۶۸	۲۳/۵۰
۲۸	۵۹	۲۹/۷۵	۴۳	۳	۰	۶۸	۲۳/۷۵
۹	۵۹	۳۰/۰۰	۴۲	۳	۳۷	۶۷	۲۴/۰۰

جدول شماره ۲-۳- عمق نمونه برداری (cm) برای ذرات ۲ میکرونی رس (2µm clay)، محلول ۰/۴۴+۸ گرم در لیتر NaHMP، و ذرات با دانسیته ۲/۶۵ گرم بر سانتی متر مکعب

زمان (ساعت)					دما (°C)	زمان (ساعت)					دما (°C)
۶/۵	۶/۰	۵/۵	۵/۰	۴/۵		۶/۵	۶/۰	۵/۵	۵/۰	۴/۵	
۹/۲۸	۸/۵۷	۷/۸۵	۷/۱۴	۶/۴۳	۲۴/۲۵	۷/۳۸	۶/۸۱	۶/۲۴	۵/۶۷	۵/۱۱	۱۵
۹/۳۴	۸/۶۲	۷/۹۰	۷/۱۸	۶/۴۶	۲۴/۵۰	۷/۵۸	۶/۹۹	۶/۴۱	۵/۸۳	۵/۲۵	۱۶
۹/۳۹	۸/۶۷	۷/۹۵	۷/۵۵	۶/۵۰	۲۴/۷۵	۷/۷۷	۷/۱۸	۶/۵۸	۵/۹۸	۵/۳۸	۱۷
۹/۴۴	۸/۷۲	۷/۹۹	۷/۵۶	۶/۵۴	۲۵/۰۰	۷/۹۸	۷/۳۷	۶/۷۵	۶/۱۴	۵/۵۲	۱۸
۹/۵۰	۸/۷۷	۸/۰۴	۷/۳۱	۶/۵۸	۲۵/۲۵	۸/۰۸	۷/۴۶	۶/۸۴	۶/۲۲	۵/۵۹	۱۸/۵
۹/۵۵	۸/۸۲	۸/۰۸	۷/۳۵	۶/۶۱	۲۵/۵۰	۸/۱۸	۷/۵۵	۶/۹۲	۶/۲۹	۵/۶۶	۱۹
۹/۶۱	۸/۸۷	۸/۱۳	۷/۳۹	۶/۶۵	۲۵/۷۵	۸/۲۹	۷/۶۵	۷/۰۱	۶/۳۷	۵/۷۴	۱۹/۵
۹/۶۶	۸/۹۲	۸/۱۸	۷/۴۳	۶/۶۹	۲۶/۰۰	۸/۳۹	۷/۷۴	۷/۱۰	۶/۴۵	۵/۸۱	۲۰
۹/۷۲	۸/۹۷	۸/۲۲	۷/۴۷	۶/۷۳	۲۶/۲۵	۸/۴۴	۷/۷۹	۷/۱۴	۶/۴۹	۵/۸۴	۲۰/۲۵
۹/۷۷	۹/۰۲	۸/۵۷	۷/۵۲	۶/۷۶	۲۶/۵۰	۸/۴۹	۷/۸۴	۷/۱۹	۶/۵۳	۵/۸۸	۲۰/۵۰
۹/۸۳	۹/۰۷	۸/۳۱	۷/۵۶	۶/۸۰	۲۶/۷۵	۸/۵۴	۷/۸۹	۷/۲۳	۶/۵۷	۵/۹۲	۲۰/۷۵
۹/۸۸	۹/۱۲	۸/۳۶	۷/۶۰	۶/۸۴	۲۷/۰۰	۸/۶۰	۷/۹۳	۷/۲۷	۶/۶۱	۵/۹۵	۲۱
۹/۹۴	۹/۱۷	۸/۴۱	۷/۶۴	۶/۸۸	۲۷/۲۵	۸/۶۵	۷/۹۸	۷/۳۲	۶/۶۵	۵/۹۹	۲۱/۲۵
۹/۹۹	۹/۲۲	۸/۴۵	۷/۶۹	۶/۹۲	۲۷/۵۰	۸/۷۰	۸/۰۳	۷/۳۶	۶/۶۹	۶/۰۲	۲۱/۵۰
۱۰/۰۵	۹/۲۷	۸/۵۰	۷/۷۳	۶/۹۶	۲۷/۷۵	۸/۷۵	۸/۰۸	۷/۴۱	۶/۷۳	۶/۰۶	۲۱/۷۵
۱۰/۱۰	۹/۳۲	۸/۵۵	۷/۷۷	۶/۹۹	۲۸/۰۰	۸/۸۱	۸/۱۳	۷/۴۵	۶/۷۷	۶/۱۰	۲۲/۰۰
۱۰/۱۶	۹/۳۸	۸/۵۹	۷/۸۱	۷/۰۳	۲۸/۲۵	۸/۸۶	۸/۱۸	۷/۴۹	۶/۸۱	۶/۱۳	۲۲/۲۵
۱۰/۲۱	۹/۴۳	۸/۶۴	۷/۸۶	۷/۰۷	۲۸/۵۰	۸/۹۱	۸/۲۲	۷/۵۴	۶/۸۵	۶/۱۷	۲۲/۵۰
۱۰/۲۷	۹/۴۸	۸/۶۹	۷/۹۰	۷/۱۱	۲۸/۷۵	۸/۹۶	۸/۲۷	۷/۵۸	۶/۸۹	۶/۲۱	۲۲/۷۵
۱۰/۳۳	۹/۵۳	۸/۷۴	۷/۹۴	۷/۱۵	۲۹/۰۰	۹/۰۲	۸/۳۲	۷/۶۳	۶/۹۴	۶/۲۴	۲۳/۰۰
۱۰/۳۸	۹/۵۸	۸/۷۸	۷/۹۹	۷/۱۹	۲۹/۲۵	۹/۰۷	۸/۳۷	۷/۶۷	۶/۹۸	۶/۲۸	۲۳/۲۵
۱۰/۴۴	۹/۶۳	۸/۸۳	۸/۰۳	۷/۲۳	۲۹/۵۰	۹/۱۲	۸/۴۲	۷/۷۲	۷/۰۲	۶/۳۲	۲۳/۵۰
۱۰/۴۹	۹/۶۹	۸/۸۸	۸/۰۷	۷/۲۷	۲۹/۷۵	۹/۱۸	۸/۴۷	۷/۷۶	۷/۰۶	۶/۳۵	۲۳/۷۵
۱۰/۵۵	۹/۷۴	۸/۹۳	۸/۱۲	۷/۳۰	۳۰/۰۰	۹/۲۳	۸/۵۲	۷/۸۱	۷/۱۰	۶/۳۹	۲۴/۰۰

جدول شماره ۲-۴- مدت زمان سانتیفریوژ برای تعیین رس ریز

دما (°C)	ویسکوزیته (η)	اختلاف دانسیته (Δρ)	زمان (دقیقه)
۱۸	۰/۰۱۰۵۵	۱/۵۰۱	۳۹/۰
۱۹	۰/۰۱۰۲۹	۱/۵۰۱	۳۸/۰
۲۰	۰/۰۱۰۰۴	۱/۵۰۲	۳۷/۱
۲۱	۰/۰۰۹۸۰	۱/۵۰۲	۳۶/۲
۲۲	۰/۰۰۹۵۷	۱/۵۰۲	۳۵/۳
۲۳	۰/۰۰۹۳۴	۱/۵۰۲	۳۴/۵
۲۴	۰/۰۰۹۱۳	۱/۵۰۲	۳۳/۷
۲۵	۰/۰۰۸۹۲	۱/۵۰۳	۳۲/۹
۲۶	۰/۰۰۸۷۲	۱/۵۰۳	۳۲/۲
۲۷	۰/۰۰۸۵۳	۱/۵۰۳	۳۱/۴
۲۸	۰/۰۰۸۳۴	۱/۵۰۳	۳۰/۸
۲۹	۰/۰۰۸۱۶	۱/۵۰۴	۳۰/۱
۳۰	۰/۰۰۷۹۹	۱/۵۰۴	۲۹/۴

۲-۴-۱- محاسبات

محاسبه درصد رس، سیلت، شن:

برای محاسبه درصد رس، سیلت، شن و اجزاء دیگر از فرمولهای زیر استفاده کنید.

$$\%Clay = \frac{(RW_2 - DW) \times CF}{TW} \times 100 \quad [2-18]$$

که در آن:

%Clay، درصد رس

RW₂: وزن باقیمانده (گرم) ذرات کوچکتر از ۲ میکرون (جزء <2-μm)DW: وزن ماده دیسپرس کننده (گرم) و برابر با $\frac{0.4408}{CF}$ CF: برابر با $\frac{1000 (mL)}{DV}$

DV: حجم نمونه برداشت شده با پیپت (۲۵ میلی لیتر)

TW: وزن کل (گرم) نمونه تیمار شده با آب اکسیژنه و خشک شده در آون

$$\%Fine\ Silt = \frac{100 \times (RW_{20} - DW) \times CF}{TW} - \%Clay \quad [19-2]$$

که در آن:

$\%Fine\ Silt$ ، درصد سیلت ریز

RW_{20} : وزن باقیمانده (g) ذرات کوچکتر از ۲۰ میکرون (جزء $<20\text{-}\mu\text{m}$)

$$\%Sand = \sum \frac{SW_i}{TW} \times 100 \quad [20-2]$$

که در آن:

$\%Sand$ ، درصد شن

SW_i : وزن جزء شن (g) برای اندازه‌های ۱/۰، ۰/۵، ۰/۲۵، ۰/۱ و ۰/۰۴۷ میلی‌متر. (درصد هر یک از کلاسهای شن را نیز می‌توان به طور جداگانه به دست آورد).

$$\%Coarse\ silt = 100 - (\%Clay + \%Fine\ Silt + \%Sand) \quad [21-2]$$

که در آن:

$\%Coarse\ Silt$ ، درصد سیلت درشت

محاسبه درصد اجزاء شن:

$$\%VCSand = \frac{SW_{1mm}}{TW} \times 100 \quad [22-2]$$

که در آن:

$\%VCSand$ ، درصد شن خیلی درشت

SW_{1mm} : وزن جزء شن (g) بر روی الک ۱/۰ میلی‌متر.

$$\%CSand = \frac{SW_{0.5mm}}{TW} \times 100 \quad [23-2]$$

که در آن:

$\%CSand$ ، درصد شن درشت

$SW_{0.5mm}$: وزن جزء شن (g) بر روی الک ۰/۵ میلی‌متر.

$$\%MSand = \frac{SW_{0.25mm}}{TW} \times 100 \quad [24-2]$$

که در آن:

$\%MSand$ ، درصد شن متوسط

$SW_{0.25mm}$: وزن جزء شن (g) بر روی الک ۰/۲۵ میلی‌متر.

$$\%FSand = \frac{SW_{0.1mm}}{TW} \times 100 \quad [25-2]$$

که در آن:

$\%FSand$ ، درصد شن ریز

$SW_{0.1mm}$ ؛ وزن جزء شن (g) بر روی الک ۰/۱ میلی‌متر.

$$\%VFSand = \frac{SW_{0.047mm}}{TW} \times 100 \quad [26-2]$$

که در آن:

$\%VFSand$ ، درصد شن خیلی ریز

$SW_{0.047mm}$ ؛ وزن جزء شن (g) بر روی الک ۰/۰۴۷ میلی‌متر.

محاسبه درصد رس ریز:

$$\%FineClay = \frac{(RW_{0.2} - DW) \times CF}{TW} \times 100 \quad [27-2]$$

که در آن:

$RW_{0.2}$ ؛ وزن باقیمانده (g) ذرات کوچکتر از ۰/۲ میکرون (جزء $<0.2\text{-}\mu m$)

محاسبه درصد رس کربناتی:

(الف) - عدد قرائت فشار سنج را به صورت زیر تصحیح کنید؛

$$CR = (MR - BR) \quad [28-2]$$

که در آن:

CR؛ قرائت تصحیح شده

MR؛ قرائت فشارسنج برای نمونه

BR؛ قرائت برای شاهد. معمولاً برای هر مجموعه (کمتر از ۲۴ نمونه)، سه شاهد در نظر گرفته می‌شود.

(ب) - با استفاده از داده‌های مرحله واسنجی، دو معادله رگرسیون، یکی برای مقادیر قرائت کوچکتر از ۱۰۰ و یکی برای

قرائتهای بزرگتر از ۱۰۰ به دست آورید. مقادیر وزن Na_2CO_3 را به عنوان متغیر وابسته و فشار قرائت شده مربوطه به

عنوان متغیر مستقل در نظر بگیرید.

(ج) - با استفاده از مقدار تصحیح شده (CR)، مقدار $CaCO_3$ نمونه را تخمین بزنید.

(د) - از معادله‌های زیر برای محاسبه درصد رس ($<2\text{ }\mu m$) کربناتی و غیر کربناتی استفاده کنید:

$$\%Carbonate\ Clay = \frac{(gr\ CaCO_3) \cdot CF}{TW} \times 100 \quad [29-2]$$

$$\%Noncarbonate\ Clay = Total\ Clay\ (\%) - Carbonate\ Clay\ (\%) \quad [30-2]$$

۲-۴-۱-۵- گزارش نتایج

مقدار هر یک از اجزاء، یا اندازه‌های مختلف ذرات شامل شن، سیلت و رس؛ شن خیلی درشت، درشت، متوسط، ریز و خیلی ریز؛ سیلت درشت و ریز؛ و رس ریز، کربناتی و غیر کربناتی را با دقت ۰/۱ درصد گزارش نمائید. از روی درصد رس، سیلت و شن و با استفاده از مثلث بافت خاک می‌توانید کلاس بافت خاک را نیز تعیین و گزارش کنید.

۲-۴-۱-۶- نکات

(الف) - در هنگام استفاده از الک ۴۷ میکرون (۰/۰۴۷ میلیمتر)، برای خیس کردن منافذ ریز الک می‌توان از یک محلول صابون استفاده کرد (مرحله ۱۰ از بند ۲-۳-۱-۳).

(ب) - در مرحله ۱۰ و ۱۱ از بند ۲-۳-۱-۳ در صورت موجود نبودن الک ۳۰۰ مش (۰/۰۴۷ میلیمتر) می‌توان از الک ۲۷۰ مش (۰/۰۵۳ میلیمتر) استفاده کرد.

(ج) - هرچه بافت خاک درشت‌تر باشد، بهتر است مقدار خاک هوا- خشک مورد استفاده برای تعیین بافت (۱۰ گرم در مرحله ۱ بند ۲-۳-۱-۳) بیشتر باشد. زیرا چنانچه به عنوان مثال بافت خاک شنی باشد، سوسپانسیون نهایی برای اندازه‌گیری سیلت و رس بسیار رقیق خواهد بود و خطای اندازه‌گیری بالا خواهد رفت. پیشنهاد می‌شود برای خاکهای رسی (سنگین بافت) ۱۰ گرم، برای خاکهای لومی (متوسط بافت) ۲۰ تا ۴۰ گرم و برای خاکهای شنی (درشت بافت) ۶۰ تا ۸۰ گرم خاک استفاده شود (گی و باوذر، ۱۹۸۶).

(د) - همانطور که در مرحله ۴ بند ۲-۳-۱-۳ نیز ذکر شده در خاکهای گچی ممکن است فلکوله شدن رس اتفاق بیافتد. بنابراین در این خاکها می‌بایست از حذف گچ اطمینان حاصل کرد.

(هـ) - در روش پیبت، خطای عمده مرتبط با نمونه‌گیری و توزین است و چنانچه این دو عمل با دقت انجام شوند خطای اندازه‌گیری پائین خواهد بود.

۲-۴-۱-۷- ایمنی

پوشیدن پوشاک محافظ نظیر روپوش، پیش بند و دستکش و محافظت کننده‌های چشم مانند عینک ایمنی بویژه در هنگام کار با اسید و آب اکسیژنه ضروری است. مخلوط کردن اسیدها و استفاده از آب اکسیژنه برای اکسید کردن مواد آلی و مرحله حرارت دادن نمونه بایستی در زیر هود انجام شود. نمونه داغ شده را با دستکش پارچه‌ای ضخیم جابجا کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن جوشش اسید از بیکربنات سدیم و آب استفاده کنید.

تکنسین می‌بایست با کارکرد سانتریفیوژ آشنا باشد. بطریهای نمونه مقابل هم در سانتریفیوژ می‌بایست هم وزن باشند. درب سانتریفیوژ نباید تا توقف کامل دواره باز شود.

۲-۴-۱-۸- منابع

1. Gee, G.W., and J.W. Bauder. 1986. Particle-size analysis. p. 383-411. In A. Klute (ed.) Method of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Gee, G.W., and D. Or. 2002. Particle-size analysis. p. 255-293. In J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Grossman, R.B., and J.L. Millet. 1961. Carbonate removal from soils by a modification of the acetate buffer method. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 25-325-326.
4. Jackson, M.L. 1969. Soil chemical analysis—advanced course. 2nd ed. Univ. Wisconsin, Madison.
5. Kilmer, V.J., and L.T. Alexander. 1949. Methods of making mechanical analyses of soils. Soil Sci. 68-15-24.
6. Rabenhorst, M.C., and L.P. Wilding. 1984. Rapid method to obtain carbonate-free residues from limestone and petrocalcic materials. Soil Sci. Soc. Am. J. 48-216-219.
7. Skopp, J. 1992. Concepts of Soil Physics. University of Nebraska, Lincoln, NE.
8. Soil Survey Division Staff. 1993. Soil Survey Manual. USDA. Handb. No. 18. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
9. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
10. Sumner, M.E., 1992. The electrical double layer and clay dispersion. p. 1-32. In M.E. Sumner and B.A. Stewart (eds.) Soil Crusting, Chemical, and Physical Processes. CRC Press Inc., Boca Raton, FL.

۲-۴-۲- روش هیدرومتر (کد روش P4T-H)

روش هیدرومتر بایوکاس (۱۹۶۲) به طور سنتی برای تعیین توزیع اندازه ذرات خاک (کوچکتر از ۲ میلی متر) بویژه در نمونه‌هایی که به طور کامل پراکنده نمی‌شوند به کار می‌رود (گی و باودر، ۱۹۸۶). در این روش مقداری خاک که بسته به بافت خاک می‌تواند متفاوت باشد با افزودن محلول هگزامتافسفات سدیم و بهم زدن با همزن برقی یا با شیکر تا حدودی پراکنده می‌شود. این سوسپانسیون به سیلندر یک لیتر منتقل شده، بهم زده می‌شود و غلظت آن در فواصل زمانی مختلف از ۰/۵ دقیقه تا ۲۴ ساعت با هیدرومتر قرائت می‌شود. بعد از اتمام قرائت‌ها، جزء شن با الک از سوسپانسیون جدا و در آون خشک شده و سپس با الک کردن خشک به اندازه‌های مختلف تفکیک می‌شود. بر اساس قانون استوکس، برای هر قرائت (یا به عبارتی غلظت قرائت شده) با توجه به زمان قرائت و دمای آب، قطر معادل ذره محاسبه می‌شود. با ترکیب داده‌های حاصل از قرائت هیدرومتر و الک، منحنی توزیع اندازه ذرات ترسیم می‌شود که از روی آن می‌توان درصد ذرات با اندازه‌های مختلف از جمله شن، سیلت و رس را تعیین کرد. بنابراین استفاده از هیدرومتر این امکان را فراهم می‌کند که اندازه‌گیری‌های متعددی در یک نمونه انجام شود و توزیع اندازه ذرات با جزئیات بیشتری تعیین شود. در عین حال این امکان نیز وجود دارد که تنها با دو تا چهار قرائت، بطور روتین درصد رس، سیلت و شن و در نتیجه بافت خاک را تعیین نمود. در دستورالعمل حاضر تعیین منحنی توزیع اندازه ذرات با کد P4T-H1 و تجزیه معمول بافت با کد P4T-H2 مشخص و تشریح شده است.

۲-۴-۲-۱- وسایل

- بشرهای ۳۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی‌لیتر

- شیکر مکانیکی افقی با نوسان ۱۲۰ بار در دقیقه
- سیلندر یک لیتری مدرج با طول 36 ± 2 سانتی متر
- آون ۱۱۰ درجه سانتیگراد
- دماسنج، ۰ تا ۱۵۰ درجه
- دسیکاتور
- همزن برقی^۱، با موتور ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه
- همزن دستی پیستونی
- هیدرومتر استاندارد، ASTM no. 152 H، با مقیاس بایوکاس بر حسب گرم بر لیتر (g L^{-1})
- شیکر الک با حرکت جانبی و عمودی ۱۲/۷ میلی‌متر و نوسان ۵۰۰ بار در دقیقه
- سینی خشک‌کن آلومینیومی
- کرنومتر
- ترازوی الکترونیکی با دقت ۰,۱ میلی گرم
- شیشه ساعت با قطر ۵۰ و ۶۵ میلی‌متر
- سری الکهای ۷۶ میلی‌متری (۳ اینچی) با اندازه‌های ذکر شده در جدول ۱-۲

۲-۲-۴-۲- مواد

- آب مقطر
- محلول هگزامتافسفات سدیم ($(\text{NaPO}_3)_6$)، ۵۰ گرم در لیتر
- کربنات سدیم (Na_2CO_3)
- آمیل الک
- سولفات کلسیم (بی آب) یا جاذب الرطوبه مشابه

۲-۲-۴-۳- روش کار

واسنجی هیدرومتر (نمونه شاهد)

۱. ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول هگزامتافسفات سدیم (۵۰ گرم در لیتر) در سیلندر اندازه‌گیری بریزید و حجم آن را به آب مقطر (همدمای محیط اتاق) به یک لیتر برسانید.
۲. با همزن دستی پیستونی بطور کامل بهم زده و دمای آن را ثبت کنید.
۳. هیدرومتر را به آرامی درون محلول قرار داده و بعد از ساکن شدن، غلظت محلول شاهد (R_L) را بر حسب گرم بر لیتر قرائت کنید. لبه بالایی هلال آب اطراف ساقه هیدرومتر را به عنوان قرائت بخوانید.

^۱ - Malted-milk-mixer type

۴. درب سیلندر را ببوشانید. محلول را در کنار نمونه‌های سوسپانسیون خاک در دمای محیط نگهدارید و در فواصل زمانی مختلف، همزمان با قرائت سوسپانسیون نمونه‌های خاک، R_L را بخوانید.

تعیین توزیع اندازه ذرات با هیدرومتر (کد P4T-H1)

۵. ۴۰ گرم خاک^۱ هوا - خشک عبور داده شده از الک ۲ میلیمتر را توزین (M_{AD}) و در بشر ۶۰۰ میلی لیتری توزین و شماره گذاری شده بریزید.

۶. در دمای محیط به نمونه خاک حدود ۲۵۰ میلی لیتر آب مقطر و ۱۰۰ میلی لیتر محلول هگزامتافسفات سدیم (۵۰ گرم در لیتر) اضافه کنید. نمونه را در طول شب به حال خود رها کنید.

۷. به منظور تعیین وزن آون-خشک خاک، نمونه دیگری از خاک (حدود ۱۰ گرم) را در آون قرار داده و در طول شب در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. پس از رساندن دمای نمونه به دمای محیط در دسیکاتور، وزن آون-خشک نمونه (OD) را به دست آورید. نسبت وزن آون-خشک به هوا-خشک نمونه (OD/AD) را محاسبه کنید.

۸. نمونه تیمار شده با هگزامتافسفات سدیم را به کاسه همزن برقی منتقل کنید، بشر را با آب مقطر به درون کاسه بشوئید و به مدت ۵ دقیقه با همزن برقی بهم بزنید. روش جایگزین این است که نمونه تیمار شده با هگزامتافسفات سدیم را به بطری شیکر منتقل کرده و با شیکر مکانیکی افقی در طول شب (۱۵ ساعت) بهم بزنید.

۹. سوسپانسیون را از کاسه همزن یا بطری شیکر به درون سیلندر منتقل کنید و ظرف را بطور کامل به درون سیلندر بشوئید. سیلندر را تا حجم یک لیتر با آب مقطر پر کنید. هیدرومتر را در نزدیکی سیلندرهای نمونه و شاهد قرار دهید و اجازه دهید تا با دمای محیط به تعادل برسند.

۱۰. با همزن دستی پیستونی، سوسپانسیون را (به مدت ۰/۵ تا یک دقیقه) بهم بزنید. سیلندر را محکم نگهدارید و ذرات ترسیب یافته در ته آن را با کشیدن محکم همزن به سمت بالا، در سرتاسر سیلندر معلق کنید. همزدن را با دو یا سه حرکت آرام به پایان برسانید. یک روش جایگزین این است که درپوشی بر روی سیلندر بگذارید و به مدت یک دقیقه سیلندر را با سر و ته کردن، شیکر کنید. با اتمام همزدن، کلید شروع کرنومتر را روشن نمائید.

۱۱. اگر سطح نمونه با کف پوشیده شده است، یک قطره آمیل الکل اضافه کنید و هیدرومتر را به آرامی در درون سیلندر قرار دهید.

۱۲. در زمان ۳۰ ثانیه ($R_{0.5}$) و سپس یک دقیقه (R_1) عدد هیدرومتر را قرائت کنید.

۱۳. هیدرومتر را به آرامی خارج کرده، با آب مقطر بشوئید و خشک کنید.

۱۴. حدود ۱۰ ثانیه قبل از هر قرائت، هیدرومتر را به آرامی درون سیلندر قرار دهید و در زمانهای ۳، ۱۰، ۳۰، ۶۰، ۹۰، ۱۲۰ و ۱۴۴۰ دقیقه غلظت سوسپانسیون را قرائت کنید^۲.

• بعد از هر قرائت، هیدرومتر را به آرامی خارج کرده، با آب مقطر بشوئید و خشک کنید.

^۱ مقدار دقیق خاک مورد استفاده بستگی به بافت خاک دارد. برای خاکهای ریز بافت (سیلتی یا رسی)، ممکن است ۱۰ تا ۲۰ گرم کافی باشد و برای خاکهای با بافت شنی درشت ۶۰ تا ۱۰۰ گرم مورد نیاز خواهد بود.

^۲ - R_i , $i = 3, 10, 30, 60, 120$ and 1440

۱۵. بعد از هر قرائت سوسپانسیون خاک، دمای نمونه شاهد را با دماسنج و غلظت آن (R_L) را با هیدرومتر بخوانید. برای زمانهای ۰/۵، ۱ و ۳ دقیقه که تغییر دمای محیط و نمونه غیر محتمل است، یک بار قرائت R_L کافی است.

جداکردن و تعیین جزء شن -

۱۶. بعد از آخرین قرائت (زمان ۲۴ ساعت)، تمام محتویات سیلندر را از الک ۴۷ یا ۵۳ میکرون بگذرانید. باقیمانده روی الک را با آبفشان یا جریان آرام آب بشوئید.

۱۷. ذرات شن باقیمانده بر روی الک را به یک بشر یا ظرف مناسب دیگر منتقل و در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از سرد کردن در دسیکاتور توزین کنید (SW).

۱۸. شن خشک شده را بر روی سری‌های الک که از بالا به پائین به ترتیب با اندازه‌های ۱/۰، ۰/۵، ۰/۲۵، ۰/۱ و ۰/۰۴۷ (یا ۰/۰۵۳) میلی‌متر قرار گرفته‌اند منتقل کنید. سپس با شیکر با دامنه نوسان افقی و عمودی ۱/۳ سانتی‌متر و با دور ۵۰۰ بار در دقیقه به مدت سه دقیقه تکان دهید. وزن باقیمانده بر روی هر الک (وزن هر جزء شن، SW_i) و باقیمانده سیلت و رس عبور کرده از ریزترین الک را با دقت میلی گرم ثبت کنید.

روش ساده تعیین بافت با هیدرومتر (کد P4T-H2) -

۱۹. تمام مراحل ۱ تا ۱۱ روش P3T-H1 را انجام دهید.

۲۰. برای تعیین میزان شن، دو قرائت در زمانهای ۳۰ و ۶۰ ثانیه (R_{30s} و R_{60s}) و برای تعیین جزء رس دو قرائت در زمانهای ۱/۵ و ۲۴ ساعت ($R_{1.5h}$ و R_{24h}) انجام می‌شود.

۲۱. همزمان با هر قرائت، دمای نمونه شاهد را با دماسنج و غلظت آن (R_L) را با هیدرومتر بخوانید.

۲۲. بعد از آخرین قرائت (زمان ۲۴ ساعت)، تمام محتویات سیلندر را از الک ۴۷ یا ۵۳ میکرون عبور داده، باقیمانده روی الک را با آبفشان یا جریان آرام آب بشوئید.

۲۳. ذرات شن باقیمانده بر روی الک را به یک بشر یا ظرف مناسب دیگر منتقل و در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از سرد کردن در دسیکاتور توزین کنید (SW).

۲-۴-۲- محاسبات

محاسبه جرم آون-خشک کل نمونه مورد استفاده:

$$TW = M_{AD} \times \frac{OD}{AD} \quad [2-31]$$

که در آن:

TW : کل وزن خاک آون-خشک (کوچکتر از ۲ میلی متر) مورد استفاده در آزمایش (g)

M_{AD} : وزن خاک هوا-خشک (کوچکتر از ۲ میلی متر) مورد استفاده در آزمایش (g)

$\frac{OD}{AD}$: نسبت وزن آون-خشک به هوا-خشک نمونه (حاصل از مرحله ۷)

(الف) - محاسبات مربوط به روش P4T-H1

به منظور محاسبه و استخراج داده‌های مورد نیاز برای ترسیم منحنی توزیع اندازه ذرات خاک، جدولی مشابه جدول زیر ترسیم نموده و ستونهای خالی را به ترتیب بر اساس دستورالعمل و فرمولهایی که در جدول ۲-۵ آمده تکمیل کنید:

جدول شماره ۲-۵ - نتایج حاصل از قرائت هیدرومتر

ستون ۱۰	ستون ۹	ستون ۸	ستون ۷	ستون ۶	ستون ۵	ستون ۴	ستون ۳	ستون ۲	ستون ۱
$^{(۶)}D_i$ (μm)	$^{(۵)}P_i$ (%)	$^{(۴)}h_i$ (cm)	قرائت نمونه (R_i)	$^{(۳)}\rho_l$ (g cm^{-3})	$^{(۳)}\eta$ (cpoise)	قرائت شاهد (R_{Li})	دما ^(۱) ($^{\circ}\text{C}$)	زمان قرائت (min.)	ردیف
								۰/۵	۱
								۱	۲
								۳	۳
								۱۰	۴
								۳۰	۵
								۶۰	۶
								۹۰	۷
								۱۲۰	۸
								۱۴۴۰	۹

۱. دمای نمونه شاهد در هر زمان بر حسب درجه سانتیگراد.

۲. ویسکوزیته سیال (η) بر حسب سانتی‌پویز (معادل $10^{-3} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$) که از فرمول زیر برآورد می‌شود-

$$\eta = \eta^o (1 + 4.25C_s) \quad [۳۲-۲]$$

که در آن:

η^o : ویسکوزیته آب که از روی جدول^۱ و با توجه به دما (ستون ۳) استخراج می‌شود.

C_s : غلظت هگزا متافسفات سدیم بر حسب گرم بر میلی‌لیتر (g mL^{-1})، که اگر براساس روش کار عمل شود برابر 0.005 g mL^{-1} خواهد بود.

۳. دانسیته سیال (ρ_l) بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب (g cm^{-3}) که از فرمول زیر برآورد می‌شود-

$$\rho_l = \rho^o (1 + 0.63C_s) \quad [۳۳-۲]$$

که در آن:

ρ^o : دانسیته آب که از روی جدول و با توجه به دما (ستون ۳) استخراج می‌شود.

۴. عمق مؤثر قرائت (h_i) بر حسب سانتی‌متر (cm) در زمان t_i که از فرمول زیر برآورد می‌شود-

$$h_i = -0.164R_i + 16.3 \quad [۳۴-۲]$$

که در آن:

^۱ - جدول خصوصیات آب در منابع مختلف وجود دارد.

R_i : قرائت هیدرومتر در زمان i ام (ستون ۷) می‌باشد.

۵. درصد مجموع ذرات معلق در زمان i ام (P_i) یا به عبارت دیگر درصد تجمعی ذرات با قطر کوچکتر از D_i (ستون ۱۰) که از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$P_i = \frac{(R_i - R_{Li})}{TW} \times 100 \quad [35-2]$$

که در آن: R_i : قرائت هیدرومتر در زمان i ام (ستون ۷) می‌باشد.

۶. میانگین قطر بزرگترین ذرات معلق در زمان i ام (D_i) یا به عبارت دیگر میانگین قطری که تمام ذرات با قطر بزرگتر از آن در زمان t_i (ستون ۲) از عمق h_i (ستون ۸) ته‌نشین شده‌اند. D_i از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$D_i = \theta \times t_i^{-1/2} \quad [36-2]$$

$$\theta = 10^5 (Bh)^{1/2} \quad [37-2]$$

$$B = \frac{30\eta}{g(\rho_s - \rho_l)} \quad [38-2]$$

که در آن:

t_i : زمان برحسب دقیقه (min)

g : شتاب ثقل بر حسب سانتی‌متر بر مجذور ثانیه (cm s^{-2})

ρ_s : دانسیته ذرات خاک (جرم مخصوص حقیقی) بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب (g cm^{-3}) که معمولاً برابر ۲/۶۵ در نظر گرفته می‌شود.

η ، ρ_s و h را از ردیف مربوطه به زمان i ام و به ترتیب از ستون‌های ۵، ۶ و ۸ جدول استفاده کنید.

محاسبه درصد کلاس‌های مختلف شن با استفاده از داده‌های الک:

بر اساس مراحل ۱۷ تا ۱۹ روش کار، می‌توان درصد کلاس‌های مختلف شن شامل: شن خیلی درشت (۲/۰-۱/۰ میلی متر)، شن درشت (۱/۰-۰/۵ میلی متر)، شن متوسط (۰/۲۵-۰/۵ میلی متر)، شن ریز (۰/۱-۰/۲۵ میلی متر) و شن خیلی ریز (۰/۰۵۳-۰/۱ میلی متر) را تعیین کرد:

$$\% \text{SandClass}_i = \frac{SW_i}{TW} \times 100 \quad [39-2]$$

$$\% \text{Sand} = \frac{\sum SW_i}{TW} \times 100 \quad [40-2]$$

که در آن:

TW : کل وزن خاک آون-خشک (کوچکتر از ۲ میلی متر) مورد استفاده در آزمایش (g)

SW_i : وزن جزء شن (g) برای اندازه‌های ۱/۰، ۰/۵، ۰/۲۵، ۰/۱ و ۰/۰۴۷ میلی‌متر از داده‌های مرحله ۱۹.

با استفاده از نتایج محاسبات، جدول ۲-۶ را تشکیل دهید.

جدول شماره ۲-۶- نتایج حاصل از اندازه‌گیری شن

ردیف	D_i (mm)	P_i (%)
۱	۲	100
۲	۰/۱	100 - VCS%
۳	۰/۵	100 - (VCS% + CS%)
۴	۰/۲۵	100 - (VCS% + CS% + MS%)
۵	۰/۱	100 - (VCS% + CS% + MS% + FS%)
۶	۰/۰۵۳	100 - Sand%

ترسیم منحنی توزیع اندازه ذرات:

داده‌های ستون‌های ۹ و ۱۰ از جدول ۲-۵ را با جدول ۲-۶ ادغام و در یک دستگاه مختصات نیمه لگاریتمی، P_i (درصد تجمعی ذرات کوچکتر از قطر i) را در مقابل لگاریتم D_i (قطر ذرات کلاس i ام) رسم کنید. از روی منحنی توزیع اندازه ذرات درص هر کلاس اندازه‌ای از جمله رس، سیلت و شن، شن خیلی درشت، درشت، متوسط، ریز و خیلی ریز؛ سیلت درشت و ریز قابل استخراج است.

(ب) - محاسبات مربوط به روش P4T-H2:

همانند محاسبات مربوط به روش P4T-H1 جدول ۲-۷ را تکمیل کنید:

جدول شماره ۲-۷- نتایج حاصل از اندازه‌گیری بافت با هیدرومتر با روش چهار قرائتی

ردیف	زمان قرائت (min.)	دما ($^{\circ}\text{C}$)	قرائت شاهد (R_{Li})	η (cpoise)	ρ_l (g cm^{-3})	قرائت نمونه (R_i)	h_i (cm)	P_i (%)	D_i (μm)
۱	۰/۵								
۲	۱								
۳	۹۰								
۴	۱۴۴۰								

محاسبه درصد شن با استفاده از قرائت هیدرومتر در زمانهای ۳۰ و ۶۰ ثانیه (۰/۵ و ۱ دقیقه) انجام می‌شود:

$$\%Sand = 100 - P_{0.05mm} \quad [۴۱-۲]$$

$$P_{0.05mm} = m \cdot \ln\left(\frac{2}{D_1}\right) + P_1 \quad [۴۲-۲]$$

که در آن:

$P_{0.05mm}$: درصد تجمعی ذرات کوچکتر از ۰/۰۵ میلی‌متر

D_1 : میانگین قطر ذرات معلق در زمان ۱ دقیقه (۶۰ ثانیه)

P_1 : درصد مجموع ذرات معلق در زمان ۱ دقیقه

$$m = \frac{P_{0.5} - P_1}{\ln\left(\frac{D_{0.5}}{D_1}\right)} \quad [۴۳-۲]$$

که در آن:

$D_{0.5}$: میانگین قطر ذرات معلق در زمان ۰/۵ دقیقه (۳۰ ثانیه)

$P_{0.5}$: درصد مجموع ذرات معلق در زمان ۰/۵ دقیقه

درصد شن محاسبه شده از داده‌های هیدرومتر (رابطه [۲-۲۲]) با درصد شن به دست آمده از الک کردن (مرحله ۲۴) که به

صورت زیر محاسبه می‌شود مقایسه می‌گردد-

$$\%Sand(sive) = \frac{SW}{TW} \times 100 \quad [۴۴-۲]$$

که در آن:

TW : کل وزن خاک آون-خشک (کوچکتر از ۲ میلی متر) مورد استفاده در آزمایش (g)

SW_i : وزن جزء شن (g) روی الک ۰/۰۴۷ (۰/۰۵۳) میلی متر، از داده‌های مرحله ۲۴.

محاسبه درصد رس با استفاده از قرائت هیدرومتر در زمانهای ۱/۵ و ۲۴ ساعت (۹۰ و ۱۴۴۰ دقیقه) انجام می‌شود-

$$\%Clay = P_{2\mu m} = m \cdot \ln\left(\frac{2}{D_{24}}\right) + P_{24} \quad [۴۵-۲]$$

که در آن:

$P_{2\mu m}$: درصد تجمعی ذرات کوچکتر از ۲ میکرون (۰/۰۰۲ میلیمتر)

D_{24} : میانگین قطر ذرات معلق در زمان ۲۴ ساعت (۱۴۴۰ دقیقه)

P_{24} : درصد مجموع ذرات معلق در زمان ۲۴ ساعت (۱۴۴۰ دقیقه)

$$m = \frac{P_{1.5} - P_{24}}{\ln\left(\frac{D_{1.5}}{D_{24}}\right)} \quad [۴۶-۲]$$

که در آن:

$D_{1.5}$: میانگین قطر ذرات معلق در زمان ۱/۵ ساعت (۹۰ دقیقه)

$P_{1.5}$: درصد مجموع ذرات معلق در زمان ۱/۵ ساعت (۹۰ دقیقه)

در نهایت درصد سیلت از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$\%silt = 100 - (Clay \% + Sand \%) \quad [۴۷-۲]$$

۲-۴-۵- گزارش نتایج

منحنی توزیع اندازه ذرات خاک و یا مقدار هر یک از اجزاء (رس، سیلت و شن؛ شن خیلی درشت، درشت، متوسط، ریز و خیلی ریز؛ سیلت درشت و ریز) را با دقت ۰/۱ درصد گزارش نمائید. از روی درصد رس، سیلت و شن و با استفاده از مثلث بافت خاک می‌توانید کلاس بافت خاک را نیز تعیین و گزارش کنید.

۲-۴-۶- نکات

(الف) - مقدار دقیق خاک مورد استفاده در روش هیدرومتر بستگی به بافت خاک دارد. برای خاکهای ریز بافت (سیلتی یا رسی)،

ممکن است ۱۰ تا ۲۰ گرم خاک کافی باشد و برای بافت‌های شنی درشت ۶۰ تا ۱۰۰ گرم مورد نیاز خواهد بود.

(ب) - از آنجا که در روش هیدرومتر پیش‌تیماری اعمال نمی‌شود، املاح محلول یا گچ می‌تواند در طول ترسیب موجب فلکوله

شدن رس شده و خطای قابل توجهی ایجاد کند. کادا (۱۹۷۵) توصیه می‌کند که در این موارد برای حفظ پراکنش، غلظت

هگزامتافسفات سدیم افزایش یابد. در این صورت می‌بایست دقت کرد که نمونه شاهد نیز با همان محلول هگزامتافسفات

سدیم مورد استفاده در سوسپانسیون خاک تهیه شود. همچنین ویسکوزیته و دانسیته سیال بر این اساس اصلاح شود.

چنانچه میزان املاح محلول یا گچ خاک زیاد باشد ممکن است لازم باشد خاک را برای حذف این مواد پیش‌تیمار نمود.

(ج) - روشی که بطور گسترده برای برآورد درصد رس، سیلت و شن بکار می‌رود روش دو قرائتی، یعنی قرائت در زمان ۴۰ ثانیه

و ۲ ساعت است. هرچند که در برخی موارد این روش ممکن است برای تخمین بافت خاک کافی به نظر برسد، اما

نمی‌تواند برای تعیین دقیق اندازه ذرات و در نتیجه درصد رس، سیلت و شن مورد استفاده قرار گیرد. برآورد درصد رس و

شن با این روش ممکن است به ترتیب بیش از ۱۰ و ۵٪ خطا داشته باشد (گی و باوذر، ۱۹۷۹). بنابراین توصیه نمی‌شود که

از این روش استفاده شود.

(د) - قرائت غیر دقیق عدد هیدرومتر ممکن است موجب خطا بویژه در برآورد رس شود. توصیه می‌شود عدد هیدرومتر در جهت

افقی و به طور دقیق قرائت شود.

(ه) - در حالی که برای اغلب خاکهای مناطق معتدل، نمونه خاک هوا-خشک مورد استفاده قرار می‌گیرد، اما برای خاکهای

مناطق حاره و خاکهایی که بعد از هوا - خشک نمودن به طور غیر قابل برگشت سخت می‌شوند، بایستی از نمونه با

رطوبت مزرعه استفاده کرد.

(و) - زمانهای قرائت هیدرومتر بر حسب نیاز می‌توانند اصلاح شده و تغییر یابند.

(ز) - در هنگام استفاده از الک ۰/۰۴۷ (۰/۰۵۳) میلیمتر، برای خیس کردن منافذ ریز الک می‌توان از یک محلول صابون استفاده

کرد.

۲-۴-۷- ایمنی

پوشیدن پوشاک محافظ نظیر روپوش، پیش بند و دستکش ضروری است. نمونه داغ شده را با دستکش پارچه‌ای ضخیم جابجا

کنید.

۲-۴-۸- منابع

1. Bouyoucos, G.J. 1962. Hydrometer method improved for making particle size analysis of soils. Agron. J. 54- 464-465.
2. Gee, G.W., and J.W. Bauder. 1979. Particle size analysis by hydrometer- a simplified method for routine textural analysis and a sensitivity test of measurement parameters. Soil Sci. Soc. Am. J. 43- 1004-1007.
3. Gee, G.W., and J.W. Bauder. 1986. Particle-size analysis. p. 383-411. In A. Klute (ed.) Method of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Kaddah, M.T. 1975. The hydrometer method for particle size analysis. 2. Factors affecting the dispersive properties of glossy Na-polyphosphate in calcareous saline soil suspensions. Soil Sci. 120- 412-420.

۲-۵- جرم مخصوص (دانسیته) ظاهری (جرم مخصوص توده خاک)

دانسیته (جرم مخصوص) عبارت از جرم واحد حجم است. جرم مخصوص ظاهری (توده) خاک^۱ عبارت از جرم بخش جامد خاک به حجم کل (حجم توده) خاک است و با علامت Db ^۲ نشان داده می‌شود. حجم کل (توده) خاک شامل حجم بخش جامد و حجم منافذ خاک است. جرم مخصوص ظاهری یکی از خواص بسیار مورد استفاده خاک است. جرم مخصوص ظاهری برای تبدیل درصد رطوبت جرمی به رطوبت حجمی، محاسبه تخلخل و نسبت منافذ، برآورد هدایت هیدرولیکی اشباع و نیز برآورد جرم احجام بزرگ خاک بویژه در مورد خاک‌برداری و خاک‌ریزیها به کار می‌رود.

جرم مخصوص ظاهری یک کمیت غیر قابل تغییر برای یک خاک معین نیست، بلکه با شرایط ساختمانی خاک، بویژه تراکم خاک تغییر می‌کند. به این دلیل، جرم مخصوص ظاهری اغلب به عنوان شاخص ساختمان خاک به کار می‌رود. جرم مخصوص ظاهری ممکن است شدیداً به شرایط خاک در هنگام نمونه‌برداری وابسته باشد. تغییر حجم خاک به علت تغییر مقدار آب خاک بویژه در خاکهای انبساط‌پذیر، جرم مخصوص ظاهری را عوض خواهد کرد (بلیک و هارتزه، ۱۹۸۶).

جرم مخصوص ظاهری به عنوان یک مشخصه خاک در واقع یک تابع است و یک مقدار واحد نیست. بنابراین بسته به مقدار آب نمونه خاک در هنگام اندازه‌گیری حجم آن، جرم مخصوص‌های ظاهری مختلفی خواهیم داشت که با افزودن یک زیرنویس مشخص خواهند شد (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴). روش آزمایشگاه شناسائی خاک (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴)، مشتمل بر اندازه‌گیری جرم مخصوص ظاهری در چهار وضعیت رطوبتی است. این چهار وضعیت عبارتند از- وضعیت رطوبت مزرعه (Db_f)، رطوبت تعادلی در ۳۳ کیلوپاسکال (Db_{33})، وضعیت آون-خشک (Db_{od}) و واخیزی^۳ (Dd_r). واخیزی (Dd_r) عبارت از جرم مخصوص ظاهری نمونه خاکی که به حالت تعادل رسیده، هوا - خشک شده و دوباره به حالت تعادل رسیده است. Dd_r برای تعیین انقباض برگشت ناپذیر خاک و فرونشست خاکهای آلی به کار می‌رود.

^۱ - Soil bulk density

^۲ - جرم مخصوص ظاهری خاک با علائم ρ_b و Bd نیز نشان داده می‌شود.

^۳ - Rewet

برای تعیین جرم مخصوص ظاهری یک نمونه خاک، لازم است جرم بخش جامد آن و حجم کل آن را اندازه‌گیری کرد. جرم نمونه با خشک کردن آن در آون و توزین بدست می‌آید. اما دو دسته روش کلی برای تعیین حجم کل نمونه خاک وجود دارد که بر اساس آن، روشهای تعیین جرم مخصوص ظاهری دسته‌بندی می‌شوند.

(الف) - دسته اول برای خاکهایی است که دارای همچسبی کافی بوده و می‌توان حجمی از آن را بصورت طبیعی به آزمایشگاه منتقل کرد. در این دسته، روشهای کلوخه و سیلندر قرار می‌گیرند. در روش کلوخه، حجم نامعینی از خاک اندوده شده و با فرو بردن در آب، حجم آن تعیین می‌شود. اما در روش سیلندر، از ابتدا حجم معینی از خاک برداشت می‌شود.

(ب) - دسته دوم برای خاکهای بسیار ترد (شکننده‌ای) است که نمی‌توان حجمی از آن را بصورت طبیعی به آزمایشگاه منتقل کرد. در این شرایط می‌بایست نیمرخ خاک در مزرعه حفر شود، نمونه خاک آن برای تعیین جرم آون-خشک به آزمایشگاه منتقل و حجم آن در محل تعیین می‌شود. این دسته روشها جزء مطالعات صحرایی بوده و در اینجا توضیح داده نمی‌شود. برای توضیحات بیشتر به گروسمن و رینچ (۲۰۰۲) مراجعه شود.

از آنجا که جرم مخصوص ظاهری معمولاً برای فابریک خاک کوچکتر از ۲ میلی متر^۱ گزارش می‌شود، لذا جرم و حجم اجزاء سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) از جرم و حجم کل نمونه کم می‌شوند (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴).

جرم مخصوص ظاهری بر حسب واحدهای SI یا واحدهای مشتق شده از آن بیان می‌شود. بنابراین آسان‌ترین واحد کیلوگرم بر متر مکعب (kg m^{-3}) خواهد بود. اما واحدهای مشتق شده نظیر تن بر متر مکعب (ton m^{-3})، گرم بر سانتی‌متر مکعب (g cm^{-3})، یا مگاگرم بر متر مکعب (Mg m^{-3}) که از نظر عددی با هم برابر هستند ممکن است راحت‌تر باشند.

در دستورالعمل حاضر روش کلوخه برای تعیین همزمان Db_f و Db_{od} ، روش کلوخه برای Db_{33} و Db_{od} ، و روش سیلندر برای تعیین Db_f شرح داده می‌شود. این سه روش به ترتیب با کدهای P5Bd-C1، P5Bd₃₃-C2 و P5Bd-C3 مشخص شده‌اند.

۲-۵-۱- روش کلوخه برای تعیین Db_f و Db_{od} (کد روش P5Bd-C1)

جرم مخصوص ظاهری کلوخه یا خاکدانه‌های بزرگ را می‌توان از روی نسبت جرم به حجم آنها محاسبه نمود. حجم نمونه ممکن است با اندودن کلوخه با یک ماده غیر قابل نفوذ نسبت به آب و با توزین آن در هوا و آب با استفاده از قانون ارشمیدس تعیین شود. بعد از تعیین حجم، کلوخه یا نمونه‌ای از آن در آون خشک شده و جرم آون-خشک بدست می‌آید. کلوخه می‌بایست به اندازه کافی مستحکم باشد تا در حین اندوده شدن، توزین و جابجایی پایدار بماند.

در این روش جرم مخصوص نمونه در وضعیت رطوبت مزرعه در زمان نمونه‌برداری (Db_f) و نیز در وضعیت آون خشک (Db_{od}) تعیین می‌شود. این روش نسبتاً ساده و ارزان است و برای لایه‌هایی از خاک که در حد ظرفیت مزرعه، مرطوب هستند و یا برای خاکهای با خاصیت انبساط‌پذیری کم و بدون ایجاد درز و ترک در هنگام خشک شدن، قابل کاربرد است. به این منظور کلوخه‌ای از لایه مورد نظر در نیمرخ خاک برداشت شده و در صحرا یک لایه اندوده لاک پلاستیکی^۲ بر آن پوشانده می‌شود. در آزمایشگاه روکش‌های اضافی دیگر بر آن پوشانده شده و در همان وضعیت رطوبتی مزرعه، در هوا و آب توزین می‌شود. بعد از خشک کردن

^۱ - <2-mm soil fabric

^۲ - Plastic lacquer

کلوخه در آون (دمای ۱۱۰ درجه)، دوباره توزین در هوا و آب انجام می‌شود. در نهایت تصحیح‌های لازم برای جرم و حجم قطعات سنگی و پوشش پلاستیک صورت می‌گیرد (براشر و همکاران، ۱۹۶۶؛ بلیک و هارتزه، ۱۹۸۶؛ گروسمن و ریش، ۲۰۰۲).

۲-۱-۵-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم و با قابلیت توزین جسم آویزان. این ترازو می‌بایست دارای یک بازو یا حلقه در زیر باشد که بتوان کلوخه غوطه‌ور در آب را با یک سیم نازک یا نخ به آن متصل و توزین کرد.
- جعبه حمل نمونه
- کیسه‌های پلاستیکی، حدود $127 \times 89 \times 330$ mm
- سیم مسی نازک (28-awg) یا نخ
- تور نخی نازک
- برچسب کاغذی
- قلاب برای توزین در زیر ترازو
- مخزن آب از جنس پلکسی گلس
- آون، ۱۱۰ درجه
- الک نمره ۱۰ (با قطر سوراخ ۲ میلی‌متر)
- ریسمان
- گیره لباس
- خاک لومی سیلتی
- هات پلیت
- آبفشان

۲-۱-۵-۲- مواد

- متیل اتیل کتون^۱
- الکل
- مایع ظرفشویی
- رزین ساران^۲
- لاک پلاستیکی (محلول ساران). لاک پلاستیکی را با حل کردن رزین ساران در متیل اتیل کتون با نسبت وزنی ۱ به ۴ و ۱ به ۷ (دو محلول با نسبت‌های مختلف) در قوطی یک گالنی (۳/۸ لیتری) تهیه کنید. حدود ۲۷۰۰ میلی‌لیتر حلال را درون ظرف ریخته و به ترتیب برای نسبت‌های ۱ به ۴ و ۱ به ۷، ۵۴۰ یا ۳۰۵ گرم رزین اضافه کنید. برای اندودن اولیه در صحرا و

^۱- Methyl ethyl ketone, MEK

^۲- Dow Saran F-310 Resin

آزمایشگاه از محلول ۱ به ۴ و برای لایه‌های اندوده بعدی در آزمایشگاه از محلول ۱ به ۷ استفاده کنید. محلول ۱ به ۷ در واقع برای صرفه جویی در رزین و کاهش هزینه استفاده می‌شود. در صحرا برای حل کردن رزین، محلول را با یک چوب بهم بزنید. در آزمایشگاه همزدن می‌تواند با همزن دور بالا و بدون جرقه (چون این مواد براحتی مشتعل می‌شوند) انجام شود و در حین همزدن، رزین به آرامی اضافه شود. حل کردن در دمای ۲۵ درجه، حدود ۱۵ تا ۳۰ دقیقه طول می‌کشد و بهتر است در زیر هود انجام شود. محلول تهیه شده را می‌توان مدت طولانی در ظرف استیل یا پلاستیکی دربسته به گونه‌ای که تبخیر از آن صورت نگیرد نگه‌داشت. ممکن است به جای متیل اتیل کتون از استون استفاده شود.

۲-۱-۳- روش کار

در صحرا

۱. از هر لایه خاک سه کلوخه طبیعی با اندازه حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ سانتی‌متر مکعب تهیه کنید. مهم است که این سه کلوخه تا حد ممکن معرف توده خاک باشند. قطعه‌ای از خاک با اندازه بزرگتر از کلوخه از نیمرخ خاک بردارید و با برش یا شکستن تدریجی و آرام برآمدگی‌ها و مواد متراکم، یک کلوخه پرداخت شده تهیه کنید. اگر در نمونه خاک ریشه گیاه وجود دارد آن را با قیچی قطع کنید. البته روش یکسانی برای همه خاکها وجود ندارد و روش نمونه‌برداری را باید بر حسب شرایط تغییر داده و اصلاح کرد.

۲. با بستن طناب به دو پایه، یک طناب رخت‌آویز ایجاد کنید. کلوخه را با بستن سیم مسی یا قرار دادن در یک تور نخی، مهار کنید. در اسرع وقت کلوخه را در محلول ساران (لاک پلاستیکی) فرو برید. کلوخه را از طناب رخت‌آویز آویزان کنید تا خشک شود. کلوخه را برای مدت ۳۰ دقیقه یا تا زمانی که انتشار بوی حلال قطع شود خشک کنید. اگر هدف تعیین Db_f است، کلوخه‌ها را به محض خشک شدن اندوده در کیسه پلاستیکی عایق نگهداری کنید، زیرا اندوده نسبت به بخار آب نفوذپذیر است.

۳. نمونه‌ها را برای انتقال در جعبه قرار دهید.

در آزمایشگاه

۴. یک برچسب با شماره مشخصات نمونه آماده کنید. حلقه و سیم مسی دور کلوخه را قطع کنید. برچسب را به یک تکه سیم مسی نازک با طول کافی بچسبانید و وزن برچسب و سیم (TAG) را ثبت کنید. حلقه‌ای از سیم مسی به دور کلوخه ایجاد کنید. بایستی سیم دارای دنباله‌ای باشد که برچسب به آن چسبیده و امکان آویزان کردن کلوخه را فراهم کند. وزن کلوخه (CC1) را ثبت کنید.

۵. کلوخه را در محلول ساران ۴-۱ فرو برید. به مدت ۷ دقیقه در هوا (در زیر هود) نگهدارید و سپس در محلول ۷-۱ فرو برید. نمونه را به مدت ۱۲ دقیقه در هوا نگهدارید و دوبار در محلول ۷-۱ فرو برده و بیرون آورید. به مدت ۵۵ دقیقه صبر کنید و کلوخه را دوباره توزین کنید. اگر نمونه بیش از ۳٪ وزنی خود اندوده جذب کرده است و یا بوی شدید حلال از آن منتشر می‌شود، اجازه دهید برای مدت طولانی‌تری خشک شود و سپس وزن آن (CC2) را ثبت کنید.

۶. کلوخه می‌باید نسبت به آب غیر قابل نفوذ شده و برای اندازه‌گیری حجم از طریق جابجایی آب آماده باشد. نمونه را به زیر ترازو آویزان کرده، در آب غوطه‌ور کنید و وزن آن (WMCW) را ثبت کنید.

۷. کلوخه را تا ثابت شدن وزن آن در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. وزن آون-خشک کلوخه را در هوا (WODC) و در آب (WODCW) ثبت نمایید.
۸. اگر کلوخه حاوی بیش از ۵٪ وزنی قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) است، قطعات سنگی را از کلوخه جدا کنید. به این منظور کلوخه را درون یک بشر قرار داده و روی هات پلیت بگذارید. برای جلوگیری از خروج بخار، روی آن را با یک محافظ بپوشانید. در زیر هود این کار را انجام دهید. با دمای بیش از ۲۰۰ درجه به مدت ۳ تا ۴ ساعت حرارت دهید. اندوده پلاستیکی در دمای بیش از ۲۰۰ درجه تجزیه می‌شود. بعد از حرارت دادن کلوخه می‌بایست سیاه سوخته به نظر برسد. کلوخه را از روی هات پلیت بردارید، به آرامی روی آن را با مایع ظرفشویی بپوشانید و به آن آب داغ اضافه کنید.
۹. بعد از سرد شدن، نمونه را به صورت تر با الک ۲ میلی‌متری الک کنید. اجزاء سنگی روی الک را خشک و توزین کنید (RF). دانسیته (جرم مخصوص) قطعات سنگی را با توزین آنها در هوا (برای تعیین جرم) و در آب (برای تعیین حجم) به دست آورید. اگر قطعات سنگی متخلخل بوده و دارای دانسیته مشابه نمونه خاک هستند، لازم نیست که اندازه‌گیریهای جرم و حجم نمونه را تصحیح کنید. تصحیحات قطعات سنگی را زمانی انجام دهید که این ذرات با فروبردن ناگهانی خاک خشک در آب می‌توانند در مقابل شکسته شدن پایدار بمانند.
۱۰. جرم مخصوص ظاهری خاک را برای جرم و حجم اندوده پلاستیکی اصلاح کنید. اندوده به کار رفته دارای دانسیته هواخشی در حدود ۱/۳ گرم بر سانتی‌متر مکعب است. این اندوده زمانی که در دمای ۱۱۰ درجه در آون خشک شود، ۱۰ تا ۲۰٪ وزن هوا-خشک خود را از دست می‌دهد.

۲-۵-۱-۴- محاسبات

(الف) - جرم مخصوص ظاهری در وضعیت رطوبت مزرعه (Db_f) بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب ($g\ cm^{-3}$) از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$Db_f = \frac{WODC - RF - ODPC - TAG}{\left(\frac{CC2 - WMCW}{WD}\right) - \frac{RF}{PD} - \frac{MPC}{1.3}} \quad [۴۸-۲]$$

که در آن:

WODC: وزن آون-خشک کلوخه اندوده شده (در هوا)

RF: وزن قطعات سنگی

ODPC: وزن آون-خشک پوشش پلاستیکی، برابر با $MPV \times 0.85$

TAG: وزن سیم مسی و برچسب

CC2: وزن سیم مسی و برچسب و کلوخه اندوده شده (با سه لایه اندوده در آزمایشگاه)

WMCW: وزن کلوخه اندوده شده در آب (قبل از آون خشک کردن)

WD: دانسیته آب

PD؛ دانسیته قطعات سنگی

MPC؛ وزن پوشش پلاستیک قبل از آون خشک شدن که خود از رابطه زیر برآورد می‌شود-

$$MPC = [(CC2 - CC1) + FCE] \quad [۴۹-۲]$$

که در آن:

CC1؛ وزن سیم مسی و برچسب و کلوخه قبل از اندوده شده در آزمایشگاه

FCE؛ وزن تخمینی پوشش ایجاد شده در مزرعه که از رابطه زیر برآورد می‌شود-

$$FCE = 1.5 \times \frac{CC2 - CC1}{3} \quad [۵۰-۲]$$

(ب) - جرم مخصوص ظاهری در وضعیت آون-خشک (Db_{od}) بر حسب $g\ cm^{-3}$ از رابطه زیر محاسبه می‌شود-

$$Db_{od} = \frac{WODC - RF - ODPC - TAG}{\left(\frac{WODC - WODCW}{WD}\right) - \frac{RF}{PD} - \frac{MPC}{1.3}} \quad [۵۱-۲]$$

که در آن:

WODCW؛ وزن آون-خشک کلوخه اندوده شده در آب

ج- در صورت نیاز، درصد وزنی رطوبت (W_f) در کلوخه نمونه‌برداری شده نیز از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$W_f = \frac{(CC2 - MPC)(WODC - ODPC)}{(WODC - RF - ODPC - TAG)} \times 100 \quad [۵۲-۲]$$

۲-۵-۱-۵- گزارش نتایج

جرم مخصوص ظاهری خاک در دو وضعیت رطوبت مزرعه و آون-خشک با دقت ۰/۰۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب گزارش می‌شود.

۲-۵-۱-۶- نکات

(الف) - نمونه‌هایی که معرف واقعی توده خاک نباشد، در برآورد جرم مخصوص توده خاک (جرم مخصوص ظاهری) خطای زیادی ایجاد می‌کند. اما در هر حال جرم مخصوص ظاهری کل خاک ممکن است بیش‌ترآورد شود، زیرا در اغلب اوقات کلوخه نمونه‌برداری شده درز و شکافهای خاک را در خود ندارد (گروسمن و رینش، ۲۰۰۲). هرچه کلوخه بزرگتر باشد دقت روش بالاتر است.

(ب) - نفوذ لاک پلاستیک به درون منافذ خاکهای شنی و آلی در تعیین جرم و حجم اندوده مشکل ایجاد می‌کند. برای کاهش میزان نفوذ اندوده به درون منافذ کلوخه‌های با منافذ درشت، می‌توان از محلول غلیظ‌تر استفاده کرد و یا درست قبل از فروبردن کلوخه در محلول سطح آن را با اسپری آب کمی مرطوب کرد.

(ج) - اگر در هنگام توزین کلوخه در آب، حبابهای هوا از آن خارج شود یا اگر جرم کلوخه در آب با زمان افزایش یابد، نشان دهنده آن است که پوشش اندوده سوراخ بوده و آب در حال نفوذ به نمونه است. در این شرایط تعیین حجم با خطا همراه است و چنین نمونه‌ای باید کنار گذاشته شود.

(د) - تبخیر ناقص حلال از کلوخه بعد از فرو بردن در محلول، موجب بیش‌برآوردی جرم خاک می‌شود. برای تبخیر حلال معمولاً یک ساعت خشک کردن کافی است، اما خاکهای با ماده آلی بالا ممکن است به زمان بیشتری نیاز داشته باشند.

(ه) - علاوه بر محلول ساران چندین ماده دیگر نیز برای اندودن کلوخه مورد استفاده قرار می‌گیرند که از جمله می‌توان به پارافین اشاره کرد. برای اندودن کلوخه با پارافین، پارافین با یک بشر در روی هات پلیت (حمام شن) ذوب می‌شود. لزوجت پارافین شدیداً وابسته به دما است و بنابراین دقت اندازه‌گیری به دمای پارافین نیز وابسته است. لزوجت بالا موجب نفوذ پارافین به درون منافذ کلوخه می‌شود و در مقابل لزوجت پائین نیز موجب پوشش نامناسب و ضخیم کلوخه می‌شود. (ز) - چنانچه در بسیاری از آزمایشگاه‌های ایران مرسوم است، برآورد حجم کلوخه از طریق تعیین افزایش حجم آب درون یک سیلندر به جای توزین در آب می‌تواند خطای قابل توجهی در برآورد جرم مخصوص ظاهری به دنبال داشته باشد.

۲-۵-۱-۷-ایمنی

متیل‌اتیل‌کتون به شدت قابل اشتعال است. یک کپسول آتش نشانی باید در آزمایشگاه و در دسترس باشد. هنگام استفاده از متیل‌اتیل‌کتون نبایستی در نزدیکی محل کار، مشعل یا شعله روشنی وجود داشته باشد. بخار متیل‌اتیل‌کتون نیز مضر و خطرناک است. بنابراین استفاده از هود و تهویه مناسب توصیه می‌شود. از تماس فیزیکی با این ماده خودداری شود. درب ظرف محتوی آن بایستی محکم بسته شود. از عینک ایمنی، دستکش مناسب و روپوش استفاده شود. بعد از حمل و جابجایی متیل‌اتیل‌کتون بلافاصله دست‌ها را با آب شستشو دهید.

۲-۵-۱-۸-منابع

- 1- Blake, G.R. and K.H. Hartge. 1986. Bulk density. p. 363-382. In A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
- 2- Brasher, B.R., D.P. Franzmeier, V.T. Volassis, and S.E. Davidson. 1966. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk density and water retention measurements. Soil Sci. 101-108.
- 3- Grossman, R.B., and T.G. Reinsch. 2002. Bulk density and linear extensibility. p. 202-228. In J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis, Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
- 4- Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۵-۲- روش کلوخه برای تعیین Db_{33} (کد روش $P5Bd_{33}-C2$)

در این روش جرم مخصوص نمونه در وضعیت رطوبت تعادلی در مکش ۳۳ کیلوپاسکال (Db_{33}) تعیین می‌شود. به این منظور کلوخه‌ای از لایه مورد نظر در نیمرخ خاک برداشت شده و در صحرا یک لایه اندوده لاک پلاستیکی بر آن پوشانده می‌شود. در آزمایشگاه روکش‌های اضافی دیگر بر آن پوشانده می‌شود. کلوخه به تعادل رطوبتی در مکش ۳۳ کیلوپاسکال رسانده شده و در هوا و

آب توزین می‌شود. بعد از خشک کردن کلوخه در آون (دمای ۱۱۰ درجه)، دوباره توزین در هوا و آب انجام می‌شود. در نهایت تصحیح‌های لازم برای جرم و حجم قطعات سنگی و پوشش پلاستیک صورت می‌گیرد (براشر و همکاران، ۱۹۶۶؛ بلیک و هارتزه، ۱۹۸۶).

۲-۵-۲-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم و با قابلیت توزین جسم آویزان. این ترازو می‌بایست دارای یک بازو یا حلقه در زیر باشد که بتوان کلوخه غوطه‌ور در آب را با یک سیم نازک یا نخ به آن متصل و توزین کرد.
- دستگاه صفحه تحت فشار با صفحه سرامیکی متخلخل و کمپرسور هوا
- جعبه حمل نمونه
- کیسه‌های پلاستیکی، حدود $127 \times 89 \times 330$ mm
- سیم مسی نازک (28-awg) یا نخ
- تور نخی نازک
- برچسب کاغذی
- قلاب برای توزین در زیر ترازو
- سوزن نمونه گیر
- مخزن آب از جنس پلکسی گلس
- آون، ۱۱۰ درجه
- الک نمره ۱۰ (با قطر سوراخ ۲ میلی‌متر)
- ریسمان
- گیره لباس
- خاک لومی سیلتی
- هات پلیت
- دسیکاتور با صفحه سرامیکی
- پمپ خلاء، ۸۰ کیلوپاسکال (۰/۸ بار)
- دستمال کاغذی فشرده یا پارچه پنبه
- میز مکش. میز مکش را می‌توان با قرار دادن آجرهای نسوزی که با دستمال خشک‌کن کاغذی پوشیده شده بر روی یک طشت آب ایجاد کرد.

۲-۵-۲-۲- مواد

- متیل اتیل کتون^۱

^۱ - Methyl ethyl ketone, MEK

- آب

- الکل

- مایع ظرفشویی

- رزین ساران^۱

- لاک پلاستیکی (محلول ساران). لاک پلاستیکی را با حل کردن رزین ساران در متیل اتیل کتون با نسبت وزنی ۱ به ۴ و ۱ به ۷ (دو محلول با نسبت‌های مختلف) در قوطی یک گالنی (۳/۸ لیتری) تهیه کنید. حدود ۲۷۰۰ میلی‌لیتر حلال را درون ظرف ریخته و به ترتیب برای نسبت‌های ۱ به ۴ و ۱ به ۷، ۵۴۰ یا ۳۰۵ گرم رزین اضافه کنید. برای اندودن اولیه در صحرا و آزمایشگاه از محلول ۱ به ۴ و برای لایه‌های اندوده بعدی در آزمایشگاه از محلول ۱ به ۷ استفاده کنید. محلول ۱ به ۷ در واقع برای صرفه جویی در رزین و کاهش هزینه استفاده می‌شود. در صحرا برای حل کردن رزین، محلول را با یک چوب بهم بزنید. در آزمایشگاه همزدن می‌تواند با همزن دور بالا و بدون جرقه (چون این مواد براحتی مشتعل می‌شوند) انجام شود و در حین همزدن، رزین به آرامی اضافه شود. حل کردن در دمای ۲۵ درجه، حدود ۱۵ دقیقه طول می‌کشد و بهتر است در زیر هود انجام شود. محلول تهیه شده را می‌توان مدت طولانی در ظرف استیل یا پلاستیکی دربسته به گونه‌ای که تبخیر از آن صورت نگیرد نگه‌داشت. ممکن است به جای متیل اتیل کتون از استون استفاده شود.

۲-۵-۲-۳- روش کار

در صحرا

۱. از هر لایه خاک سه کلوخه طبیعی با اندازه حدود ۱۰۰ تا ۲۰۰ سانتی‌متر مکعب تهیه کنید. مهم است که این سه کلوخه تا حد ممکن معرف توده خاک باشند. قطعه‌ای از خاک با اندازه بزرگتر از کلوخه از نیمرخ خاک بردارید و با برش یا شکستن تدریجی و آرام برآمدگی‌ها و مواد متراکم، یک کلوخه پرداخت شده تهیه کنید. اگر در نمونه خاک ریشه گیاه وجود دارد آن را با قیچی قطع کنید. البته روش یکسانی برای همه خاکها وجود ندارد و روش نمونه‌برداری را باید بر حسب شرایط تغییر داده و اصلاح کرد.

۲. با بستن طناب به دو پایه، یک طناب رخت‌آویز ایجاد کنید. کلوخه را با بستن سیم مسی یا قرار دادن در یک تور نخی، مهار کنید. در اسرع وقت کلوخه را در محلول ساران (لاک پلاستیکی) فرو برید. کلوخه را از طناب رخت‌آویز آویزان کنید تا خشک شود. کلوخه را برای مدت ۳۰ دقیقه یا تا زمانی که انتشار بوی حلال قطع شود خشک کنید.

۳. نمونه‌ها را برای انتقال در جعبه قرار دهید.

در آزمایشگاه

۴. یک برچسب با شماره مشخصات نمونه آماده کنید. حلقه و سیم مسی دور کلوخه را قطع کنید. برچسب را به یک تکه سیم مسی نازک با طول کافی بچسبانید و وزن برچسب و سیم (TAG) را ثبت کنید. حلقه‌ای از سیم مسی به دور کلوخه ایجاد کنید. بایستی سیم دارای دنباله‌ای باشد که برچسب به آن چسبیده و امکان آویزان کردن کلوخه را فراهم کند. وزن کلوخه (CC1) را ثبت کنید.

^۱ - Dow Saran F-310 Resin

۵. کلوخه را در محلول ساران ۴-۱ فرو برید. به مدت ۷ دقیقه در هوا (در زیر هود) نگهدارید و سپس در محلول ۷-۱ فرو برید. نمونه را به مدت ۱۲ دقیقه در هوا نگهدارید و دوباره در محلول ۷-۱ فرو برده و بیرون آورید. به مدت ۵۵ دقیقه صبر کنید و کلوخه را دوباره توزین کنید. اگر نمونه بیش از ۳٪ وزنی خود اندوده جذب کرده است و یا بوی شدید حلال از آن منتشر می‌شود، اجازه دهید برای مدت طولانی‌تری خشک شود و سپس وزن آن (CC2) را ثبت کنید.
۶. برای ایجاد سطحی هموار، بخشی از کلوخه را با اره کاشی‌بر ببرید. لازم است که کلوخه را تا حدی بالاتر از نقطه اندازه‌گیری مرطوب کنید. به این منظور از میز مکشی با مکش ۵ سانتی‌متر استفاده کنید. گاهی با فروبردن بیشتر، لمس کردن یا با توزین بررسی کنید که آیا کلوخه به حالت تعادل رسیده است یا نه. بعد از تعادل، کلوخه را برداشته و توزین کنید (WSC).
۷. اگر کلوخه بریده شده آب جذب نکرد، کلوخه را در دسیکاتور بر روی صفحه پوشیده شده با آب (با مکش صفر) قرار دهید. تنها سطح کلوخه را در آب فروبرید. چند میلی‌لیتر الکل اضافه کنید. با استفاده از پمپ خلاء و ایجاد مکش اجازه دهید تا کلوخه به حالت تعادل اشباع برسد. کلوخه را برداشته و جرم آن (WSC) را ثبت کنید.
۸. صفحه سرامیکی متخلخل را با آب مقطر اشباع کنید. برای اطمینان از اشباع شدن کامل صفحه، اشباع کردن را در طول شب انجام دهید. به اندازه کافی فشار وارد کنید تا غشاء لاستیکی صفحه چند سانتی‌متر متورم شود. باید دقت شود تا تمام هوای آن تخلیه شود.
۹. صفحه متخلخل اشباع شده را در محفظه فشاری دستگاه نصب کنید. برای ایجاد تماس مناسب بین کلوخه و صفحه سرامیکی، سطح صفحه سرامیکی را با ۵ میلی‌متر خاک سیلت‌لوم پوشانده و اشباع کنید. لایه‌ای از دستمال خشک‌کن فشرده روی خاک قرار دهید و کلوخه را از سمت بریده شده بر روی دستمال قرار دهید. درب‌پوش محفظه را محکم ببندید.
۱۰. فشار ۳۳ کیلوپاسکال را اعمال کنید و جریان آب را از خروجی دستگاه، پایش (بازبینی) کنید. گاهی لوله خروجی را در زیر آب فرو برید تا در صورت نقص صفحه با مشاهده حباب هوا به آن پی ببرید. نمونه‌ها زمانی به تعادل می‌رسند که نشت آب از لوله خروجی متوقف شود. این کار ممکن است ۳ تا ۴ هفته طول بکشد.
۱۱. بعد از تعادل، کلوخه را برداشته و توزین کنید (WMC). وزن WMC را با WSC مقایسه کنید. اگر $WMC > WSC$ بود، کلوخه را دوباره با استفاده از میز مکشی مرطوب کرده و فرآیند تخلیه آب (مراحل ۹ و ۱۰) را دوباره تکرار کنید.
۱۲. کلوخه را در محلول ساران ۴-۱ فرو برید. به مدت ۷ دقیقه در هوا (در زیر هود) نگهدارید و سپس در محلول ۷-۱ فرو برید. نمونه را به مدت ۱۲ دقیقه در هوا نگهدارید و دوباره در محلول ۷-۱ فرو برده و بیرون آورید. مدت ۱۲ دقیقه دیگر صبر کنید و کلوخه را دوباره در محلول ۷-۱ فرو برده و بیرون آورید. به مدت ۵۵ دقیقه صبر کنید و کلوخه را دوباره توزین کنید (CC3). اگر نمونه بیش از ۳٪ وزنی خود اندوده جذب کرده است و یا بوی شدید حلال از آن منتشر می‌شود، اجازه دهید برای مدت طولانی‌تری خشک شود و سپس وزن آن را ثبت کنید.
۱۳. کلوخه می‌باید نسبت به آب غیر قابل نفوذ شده و برای اندازه‌گیری حجم از طریق جابجایی آب آماده باشد. نمونه را به زیر ترازو آویزان کرده، در آب غوطه‌ور کنید و وزن آن (WMCW) را ثبت کنید.
۱۴. کلوخه را تا ثابت شدن وزن آن در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. وزن آون-خشک کلوخه را در هوا (WODC) و در آب (WODCW) ثبت نمایید.

۱۵. اگر کلوخه حاوی بیش از ۵٪ وزنی قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) است، قطعات سنگی را از کلوخه جدا کنید. به این منظور کلوخه را درون یک بشر قرار داده و روی هات پلیت بگذارید. برای جلوگیری از خروج بخار، روی آن را با یک محافظ بپوشانید. در زیر هود این کار را انجام دهید. با دمای بیش از ۲۰۰ درجه به مدت ۳ تا ۴ ساعت حرارت دهید. اندوده پلاستیکی در دمای بیش از ۲۰۰ درجه تجزیه می‌شود. بعد از حرارت دادن کلوخه می‌بایست سیاه سوخته به نظر برسد. کلوخه را از روی هات پلیت بردارید، به آرامی روی آن را با مایع ظرفشویی بپوشانید و به آن آب داغ اضافه کنید.

۱۶. بعد از سرد شدن، نمونه را به صورت تر با الک ۲ میلی‌متری الک کنید. اجزاء سنگی روی الک را خشک و توزین کنید (RF). دانسیته (جرم مخصوص) قطعات سنگی را با توزین آنها در هوا (برای تعیین جرم) و در آب (برای تعیین حجم) به دست آورید. اگر قطعات سنگی متخلخل بوده و دارای دانسیته مشابه نمونه خاک هستند، لازم نیست که اندازه‌گیریهای جرم و حجم نمونه را تصحیح کنید. تصحیحات قطعات سنگی را زمانی انجام دهید که این ذرات با فروبردن ناگهانی خاک خشک در آب می‌توانند در مقابل شکسته شدن پایدار بمانند.

۱۷. جرم مخصوص ظاهری خاک را برای جرم و حجم اندوده پلاستیکی اصلاح کنید. اندوده به کار رفته دارای دانسیته هوا-خشکی در حدود ۱/۳ گرم بر سانتی‌متر مکعب است. این اندوده زمانی که در دمای ۱۱۰ درجه در آون خشک شود، ۱۰ تا ۲۰٪ وزن هوا-خشک خود را از دست می‌دهد.

۲-۵-۲-۴- محاسبات

(الف) - جرم مخصوص ظاهری فابریک کوچکتر از ۲ میلی‌متر خاک در رطوبت تعادلی در مکش ۳۳ کیلوپاسکال (Db_{33}) بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب ($g\ cm^{-3}$) از رابطه زیر محاسبه می‌شود-

$$Db_{33} = \frac{WODC - RF - ODPC - TAG}{\left(\frac{CC3 - WMCW}{WD}\right) - \frac{RF}{PD} - \frac{MPC1}{1.3}} \quad [53-2]$$

که در آن -

WODC: وزن آون-خشک کلوخه اندوده شده (در هوا)

RF: وزن قطعات سنگی

ODPC: وزن آون-خشک پوشش پلاستیکی، برابر با $MPC1 \times 0.85$

TAG: وزن سیم مسی و برچسب

CC3: وزن سیم مسی و برچسب و کلوخه اندوده شده (با چهار لایه اندوده در آزمایشگاه)

WMCW: وزن در آب کلوخه اندوده شده که در مکش ۳۳ کیلوپاسکال به تعادل رسیده است

WD: دانسیته آب

PD: دانسیته قطعات سنگی

MPC1: وزن پوشش پلاستیک قبل از آون خشک شدن که خود از رابطه زیر برآورد می‌شود-

$$MPC = \{[(CC2 - CC1) + FCE] \times RV\} + (CC3 - WMC) \quad [49-2]$$

که در آن:

CC2؛ وزن سیم مسی و برچسب و کلوخه بعد از سه بار اندوده شدن در آزمایشگاه

CC1؛ وزن سیم مسی و برچسب و کلوخه قبل از اندوده شده در آزمایشگاه

WMC؛ وزن کلوخه اندوده شده که در مکش ۳۳ کیلوپاسکال به تعادل رسیده است در هوا

RV؛ درصد تخمینی حجم کلوخه بعد از برش برای ایجاد سطح صاف (حدود ۸۰٪)

FCE؛ وزن تخمینی پوشش ایجاد شده در مزرعه که از رابطه زیر برآورد می‌شود-

$$FCE = 1.5 \times \frac{CC2 - CC1}{3} \quad [54-2]$$

(ب) - در این روش نیز جرم مخصوص ظاهری در وضعیت آون-خشک (Db_{od}) قابل محاسبه است. به این منظور از رابطه زیر

استفاده کنید:

$$Db_{od} = \frac{WODC - RF - ODPC - TAG}{\left(\frac{WODC - WODCW}{WD}\right) - \frac{RF}{PD} - \frac{MPC1}{1.3}} \quad [55-2]$$

که در آن:

WODCW؛ وزن در آب کلوخه اندوده شده بعد از آون-خشک نمودن

(ج) - در صورت نیاز، درصد وزنی رطوبت نگهداری شده در مکش ۳۳ کیلوپاسکال (W_{33}) در کلوخه نیز از رابطه زیر بدست

می‌آید:

$$W_{33} = \frac{(CC3 - MPC1)(WODC - ODPC)}{(WODC - RF - ODPC - TAG)} \times 100 \quad [56-2]$$

۲-۵-۲-۵- گزارش نتایج

جرم مخصوص ظاهری خاک در دو وضعیت رطوبت تعادلی در مکش ۳۳ کیلوپاسکال و آون-خشک با دقت ۰/۰۱ گرم بر

سانتی‌متر مکعب گزارش می‌شود.

۲-۵-۲-۶- نکات

به نکات روش P5Bd-C1 مراجعه شود.

۲-۵-۲-۷- ایمنی

متیل‌اتیل‌کتون به شدت قابل اشتعال است. یک کپسول آتش نشانی باید در آزمایشگاه و در دسترس باشد. هنگام استفاده از

متیل‌اتیل‌کتون نبایستی در نزدیکی محل کار، مشعل یا شعله روشنی وجود داشته باشد. بخار متیل‌اتیل‌کتون نیز مضر و خطرناک

است. بنابراین استفاده از هود و تهویه مناسب توصیه می‌شود. از تماس فیزیکی با این ماده خودداری شود. درب ظرف محتوی آن

بایستی محکم بسته شود. از عینک ایمنی، دستکش مناسب و روپوش استفاده شود. بعد از حمل و جابجایی متیل‌اتیل‌کتون بلافاصله دست‌ها را با آب شستشو دهید.

۲-۵-۸- منابع

1. Blake, G.R. and K.H. Hartge. 1986. Bulk density. p. 363-382. In A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Brasher, B.R., D.P. Franzmeier, V.T. Volassis, and S.E. Davidson. 1966. Use of saran resin to coat natural soil clods for bulk density and water retention measurements. Soil Sci. 101-108.
3. Grossman, R.B., and T.G. Reinsch. 2002. Bulk density and linear extensibility. p. 202-228. In J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis, Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۵-۳- روش سیلندر^۱ برای تعیین Db_f (کد روش P5Bd-C3)

در این روش یک نمونه‌بردار استوانه‌ای فلزی به درون خاک رانده یا کوبیده می‌شود. سیلندر (استوانه) به دقت از درون خاک کنده شده و حجم معینی از خاک در وضعیت طبیعی برداشته می‌شود. وزن نمونه در همان شرایط رطوبتی تعیین می‌شود. سپس نمونه در آون خشک شده و وزن آون-خشک آن نیز تعیین می‌شود. با این روش جرم مخصوص ظاهری خاک در وضعیت رطوبت مزرعه (Db_f) به راحتی و نسبتاً ارزان بدست می‌آید. چنانچه میزان سنگریزه خاک بیش از حد معمول باشد، نتایج حاصل از این روش رضایت بخش نیست.

وسایل نمونه‌برداری از نظر طرح متفاوت هستند. ساده‌ترین آنها سیلندرهایی فلزی نازک-دیواره و نوع مجهزتر آن جعبه (کیت) نمونه‌برداری است که حاوی تعدادی سیلندر نمونه، یک غلاف سیلندری دسته‌دار و لبه تیز که سیلندر نمونه در داخل آن جای می‌گیرد، یک سه‌پایه به منظور راندن عمودی سیلندر در خاک و یک چکش برای کوبیدن غلاف است. ابزار نمونه‌برداری معمولاً به گونه‌ای طراحی شده‌اند که علاوه بر برداشت نمونه، از آنها برای انتقال نمونه به آزمایشگاه و اندازه‌گیری‌های دیگر نظیر توزیع اندازه منافذ، منحنی مشخصه آب خاک یا هدایت هیدرولیکی نیز استفاده می‌شود. برای اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی، قطر سیلندر نباید از ۷۵ میلی‌متر کمتر باشد.

۲-۵-۳-۱- وسایل

- سیلندرهایی (کیت) نمونه‌برداری
- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- جعبه حمل نمونه
- آون، ۱۱۰ درجه

^۱ - Core method

- الک نمره ۱۰ (با قطر سوراخ ۲ میلی‌متر)
- بیل یا بیلچه
- کاردک

۲-۵-۳-۲- مواد

ماده خاصی مورد نیاز نیست.

۲-۵-۳-۳- روش کار

۱. وزن سیلندر خالی (CW) را ثبت کنید.
۲. یک سطح هموار (افقی یا عمودی) در عمق مورد نظر نیم‌رخ خاک آماده کنید.
۳. نمونه‌بردار را به درون خاک رانده یا بکوبید. دقت کنید که خاک متراکم نشود. بعد از بیرون آوردن نمونه‌بردار، سیلندر نمونه را از درون آن بردارید. اگر به ناچار از سیلندر نمونه بطور مستقیم استفاده می‌کنید، با یک بیلچه، سیلندر را به همراه مقدار اضافی خاک بردارید. به دقت با کاردک خاک بیرون زده از دو انتهای سیلندر را بتراشید. این کار را به آرامی و با دقت انجام دهید. برای جلوگیری از تبخیر رطوبت نمونه، آن را در ظرفی دربسته و در درون جعبه انتقال قرار دهید.
۴. بعد از انتقال به آزمایشگاه، نمونه (با رطوبت مزرعه) را توزین کنید (FW). سپس نمونه را در آون (دمای ۱۱۰ درجه) خشک و وزن آون-خشک (ODW) آن را ثبت کنید.
۵. حجم سیلندر (CV) را اندازه‌گیری و ثبت کنید.
۶. اگر نمونه حاوی سنگریزه است، آن را به صورت مرطوب با الک ۲ میلی‌متری الک کنید. اجزاء سنگی باقیمانده بر روی الک را خشک و توزین کنید (RF). دانسیته اجزاء سنگی (PD) را تعیین نمایید.

۲-۵-۳-۴- محاسبات

جرم مخصوص ظاهری خاک از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$Db_f = \frac{ODW - RF - CW}{CV - \frac{RF}{PD}} \quad [۵۷-۲]$$

که در آن:

ODW؛ وزن آون خشک نمونه

RF؛ وزن سنگریزه‌ها

CW؛ وزن سیلندر خالی

CV؛ حجم سیلندر

PD؛ دانسیته سنگریزه‌ها

در صورت نیاز درصد وزنی رطوبت خاک (W_f) در هنگام نمونه‌برداری نیز از رابطه زیر محاسبه می‌شود-

$$W_f = \frac{(FW - ODW)}{(ODW - CW)} \times 100 \quad [58-2]$$

که در آن:

FW؛ وزن نمونه قبل از خشک کردن در آون (با رطوبت مزرعه)

۲-۵-۳-۵- گزارش نتایج

جرم مخصوص ظاهری خاک در وضعیت رطوبت مزرعه با دقت ۰/۰۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب گزارش می‌شود.

۲-۵-۳-۶- نکات

(الف) - فشرده شدن خاک در حین نمونه‌برداری یکی از مشکلات عمومی در روش سیلندر است. با مقایسه ارتفاع خاک درون سیلندر و سطح اصلی خاک بیرون سیلندر، می‌توان تراکم را مشاهده کرد. اگر میزان تراکم زیاد باشد، نمونه نمی‌تواند برای تجزیه معتبر باشد. در خاک خیلی مرطوب این اتفاق بیشتر رخ می‌دهد.

(ب) - نمونه‌برداری از خاک‌های خشک یا سخت مشکل است و این خاکها در هنگام کوبیدن سیلندر، خرد یا قطعه قطعه می‌شوند.

(ج) - نمونه‌برداری بایستی در خاکهای با رطوبت متوسط انجام شود.

(د) - وجود سنگریزه در خاک، نمونه‌برداری با سیلندر را با مشکل مواجه می‌کند.

(ه) - برای تعیین جرم مخصوص ضرورتی ندارد که نمونه خاک حتماً بصورت دست‌نخورده حفظ و به آزمایشگاه منتقل شود. بنابراین با یک سیلندر می‌توان تعداد زیادی نمونه گرفت و بعد از نمونه‌برداری با حجم معین، خاک را در ظروف دیگر (مثلاً کیسه پلاستیکی یا قوطی) ریخت.

۲-۵-۳-۷- ایمنی

خطر خاصی وجود ندارد.

۲-۵-۳-۸- منابع

1. Blake, G.R. and K.H. Hartge. 1986. Bulk density. p. 363-375. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Grossman, R.B., and T.G. Reinsch. 2002. Bulk density and linear extensibility. p. 202-228. In- J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of soil analysis, Part 4. Physical methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۶- جرم مخصوص حقیقی (جرم مخصوص ذرات خاک)

دانسیته (جرم مخصوص) به عنوان جرم واحد حجم تعریف می‌شود. جرم مخصوص حقیقی خاک عبارت از جرم مخصوص مجموعه ذرات جامد خاک است (بلیک و هورتز، ۱۹۸۶؛ فلینت و فلینت، ۲۰۰۲) و از نسبت جرم کل ذرات خاک به حجم کل آنها، صرف نظر از حجم منافذ بین ذرات، بدست می‌آید. جرم مخصوص حقیقی در تجزیه‌های مربوط به رسوبگذاری، محاسبه جرم و حجم خاک، محاسبه تخلخل و غیره به کار می‌رود.

برای تعیین جرم مخصوص حقیقی، دو کمیت جرم و حجم ذرات جامد یک نمونه خاک را باید تعیین نمود. جرم نمونه با آون خشک کردن و توزین به دست می‌آید، حجم نیز با اندازه‌گیری جرم بخشی از یک سیال (با دانسیته مشخص) که با نمونه جایگزین می‌شود، بر اساس قانون ارشمیدس محاسبه می‌شود. بر حسب سیال مورد استفاده و شیوه جایگزینی، چند روش برای تعیین حجم ذرات جامد خاک وجود دارد. روش پیکنومتر و روش غوطه‌ور کردن در آب که هر دو بر یک اساس بنا نهاده شده‌اند، برای مدت مدیدی است که به کار می‌روند (بلیک و هورتز، ۱۹۸۶). در آزمایشگاه شناسائی خاک (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴) از روش پیکنومتر با جایگزینی گاز (وسایل کوانتاشرومه، ۲۰۰۳) استفاده می‌شود. استفاده از گاز به عنوان سیال جایگزین شونده دقت کار را بسیار بالا می‌برد، زیرا گاز می‌تواند به ریزترین حفرات نیز وارد شود. استفاده از گاز هلیوم با ابعاد اتمی کوچک، باعث نفوذ به منافذ با اندازه یک آنگستروم می‌شود و رفتار آن به عنوان یک گاز ایده‌آل نیز بسیار مناسب است (وسایل کوانتاشرومه، ۲۰۰۳). از آنجا که وسایل مورد نیاز برای روش پیکنومتر با جایگزینی گاز در آزمایشگاه‌های کشور موجود نیست و در بین دو روش پیکنومتر و غوطه‌ور کردن، روش پیکنومتر دارای دقت بالاتری است، تنها این روش شرح داده می‌شود.

۲-۶-۱- روش پیکنومتر (کد روش P6Pd-P)

۲-۶-۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- پیکنومتر
- آون، ۱۱۰ درجه

۲-۶-۱-۲- مواد

- آب مقطر

۲-۶-۱-۳- روش کار

۱. یک پیکنومتر تمیز و خشک را برداشته، درب‌پوش آن را بگذارید و توزین (W_p) کنید. اگر به طور همزمان از چند پیکنومتر استفاده می‌کنید، علاوه بر خود پیکنومتر، درب‌پوش آن را نیز شماره‌گذاری کنید.
۲. حدود ۱۰ گرم خاک هوا-خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر را درون پیکنومتر بریزید.

۳. سطح بیرونی پیکنومتر را با یک پارچه کاملاً تمیز کنید، درب‌پوش پیکنومتر را گذاشته و آن را دوباره توزین کنید (W_{PS}).
۴. همزمان، میزان رطوبت وزنی نمونه خاک مورد استفاده (θ_m) را تعیین کنید (روش P2M).
۵. پیکنومتر را تا حدود نصف با آب مقطر پر کنید. در حین پر کردن پیکنومتر، ذرات خاک چسبیده به گلوله پیکنومتر را به درون آن بشوئید. پیکنومتر را روی هات پلیت قرار داده و برای خارج کردن هوای محبوس به مدت چند دقیقه بجوشانید. به طور متناوب و به آرامی محتویات پیکنومتر را تکان دهید تا از سر رفتن و هدر رفت خاک جلوگیری شود.
۶. پیکنومتر و محتویات آن را تا دمای محیط خشک کنید. سپس پیکنومتر را با آب مقطر جوشیده و خشک شده تا دمای محیط، پر کنید. درب‌پوش را به دقت بگذارید و با یک پارچه خشک، تمام سطح بیرونی پیکنومتر را خشک کنید. مواظب باشید آب درون سوراخ کاپیلاری درب‌پوش را بیرون نکشید.
۷. وزن پیکنومتر و محتویات آن (W_{PSW}) و دمای محتویات آن (T) را ثبت کنید.
۸. محتویات درون پیکنومتر را تخلیه و آن را بطور کامل بشوئید. پیکنومتر را با آب مقطر جوشیده و خشک شده تا دمای محیط، پر کنید. درب‌پوش را به دقت بگذارید و با یک پارچه خشک، تمام سطح بیرونی پیکنومتر را خشک کنید. مواظب باشید آب درون سوراخ کاپیلاری درب‌پوش را بیرون نکشید. دقت کنید دما در همان حد قبلی ثابت بماند.
۹. وزن پیکنومتر و آب درون آن (W_{PW}) را ثبت کنید.

۲-۶-۱-۴- محاسبات

جرم مخصوص حقیقی ذرات خاک (ρ_p) بر حسب g cm^{-3} را با فرمول زیر حساب کنید-

$$\rho_p = \frac{\rho_w (W_{PS} - W_P)}{(W_{PS} - W_P) - [(1 + \theta_m)(W_{PSW} - W_{PW})]} \quad [59-2]$$

که در آن:

ρ_w : جرم مخصوص آب بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب (g cm^{-3}) که با توجه به دمای اندازه‌گیری شده از جدول خصوصیات آب استخراج می‌شود.

W_{PS} : وزن پیکنومتر بعلاوه خاک بر حسب گرم (قبل از اضافه کردن آب)

W_P : وزن پیکنومتر خالی بر حسب گرم

W_{PSW} : وزن پیکنومتر پر شده با خاک و آب بر حسب گرم

W_{PW} : وزن پیکنومتر پر شده با آب بر حسب گرم

θ_m : میزان رطوبت وزنی نمونه خاک بر حسب گرم بر گرم (g g^{-1})

۲-۶-۱-۵- گزارش نتایج

جرم مخصوص حقیقی ذرات خاک با دقت ۰/۰۱ گرم بر سانتیمتر مکعب گزارش می‌شود.

۲-۶-۱-۶- نکات

روش پیکنومتر روشی ساده و مستقیم است و اگر درست انجام شود دقت زیادی دارد.

۷-۱-۶-۲- ایمنی

خطر خاصی در این روش وجود ندارد، تنها هنگام جوشاندن از یک گیره فلزی یا دستکش پارچه‌ای عایق استفاده شود.

۷-۱-۶-۲- منابع

1. Blake, G.R. and K.H. Hartge. 1986. Particle density. p. 377-382. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Flint, A.L., and L.E. Flint. 2002. Particle density. p. 229-240. In- J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis, Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Quantachrome Corporation. 2003. Penta-pycnometer instruction manual. Quantachrome Corporation, Boynton Beach, FL
4. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۷-۲- ذخیره آب خاک^۱

ذخیره آب خاک عبارت از مقدار آب خاک در یک مکش معین است. با تغییر مکش خاک، مقدار آب نگهداری شده در خاک نیز تغییر می‌کند و بالعکس. رابطه بین مقدار آب خاک و مکش خاک که یکی از ویژگی‌های مهم هیدرولیکی خاک است در منابع مختلف، با اسامی گوناگونی از جمله؛ تابع نگهداری آب خاک، منحنی مشخصه آب خاک و منحنی رطوبتی خاک نامیده شده است. این رابطه وابسته به توزیع اندازه ذرات خاک، مینرالوژی رس، ماده آلی و ساختمان یا ساختار فیزیکی (نحوه آرایش) ذرات خاک است. همچنین به هیسترسیس (جذب یا از دست دادن آب) وابسته است (کلوته، ۱۹۸۶). منحنی‌های جذب یا از دست دادن آب توسط خاک به طور مستقیم یا غیر مستقیم به عنوان معیارهایی برای دیگر خصیصه‌های رفتاری خاک نظیر زهکشی، تهویه، نفوذپذیری، آب قابل استفاده گیاه و الگوی رشد ریشه گیاه مورد استفاده هستند (توپ و همکاران، ۱۹۹۳). در روشهای توضیح داده شده در مجموعه حاضر، داده‌ها مربوط به شرایطی هستند که خاک، آب از دست می‌دهد.

در منحنی رطوبتی خاک، مقدار آب خاک به صورت وزنی، حجمی و یا درجه اشباع بیان می‌شود، که البته برای تحلیل جریان آب در خاک، بیان حجمی آن مفیدتر است. در این منحنی، پتانسیل (مکش) آب خاک نیز بر حسب انرژی در واحد جرم، انرژی در واحد حجم یا انرژی در واحد وزن آب بیان می‌شود. با تغییر مکش خاک و ثبت تغییرات مقدار آب خاک، تابع یا منحنی نگهداری آب خاک تعیین می‌شود. روش سنتی مورد استفاده آن است که مجموعه‌ای از حالت‌های تعادلی بین آب خاک نمونه و توده‌ای از آب با پتانسیل معین برقرار گردد. سیستم آب-خاک از طریق یک غشاء یا صفحه متخلخل مرطوب در تماس هیدرولیکی با توده آب قرار می‌گیرد. در حالت تعادل، مقدار حجمی آب خاک (θ_v) تعیین شده و با مقدار بار فشار ماتریک (h_m) که از فشار توده آب تعیین می‌شود جفت می‌شود. این جفت داده یک نقطه از منحنی رطوبتی خاک است. با برقراری مجموعه‌ای از تعادل‌ها، داده‌های مورد نیاز برای ترسیم منحنی به دست می‌آید (کلوته، ۱۹۸۶).

^۱ - Water retention

به منظور اندازه‌گیری منحنی رطوبتی خاک در شرایط از دست دادن آب، دستگاه خاصی وجود دارد، یکی دستگاه مکشی و دیگری دستگاه فشاری است. در آزمایشگاه شناسائی خاک (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴) شیوه فشاری با صفحه تحت فشار^۱ یا غشاء تحت فشار^۲ به کار می‌رود.

نمونه خاک مورد استفاده برای تعیین منحنی نگهداری آب خاک ممکن است نمونه دست‌خورده متراکم شده^۳ یا نمونه دست‌نخورده دارای ساختمان طبیعی باشد. از آنجا که ساختمان خاک بویژه در دامنه مکش‌های پائین بر روی نگهداری آب تأثیر می‌گذارد، معمولاً بهتر است از نمونه با ساختمان طبیعی استفاده شود. برای به دست آوردن نمونه‌های تقریباً دست‌نخورده می‌توان از نمونه‌بردارهای سیلندری (روش جرم مخصوص ظاهری) استفاده کرد. در این مورد ابعاد نمونه معمولاً در دامنه قطر ۵ تا ۱۵ سانتی‌متر و ارتفاع ۱ تا ۵ سانتی‌متر خواهد بود. زمان رسیدن به تعادل متناسب با توان دوم ارتفاع نمونه است. برای رسیدن به تعادل، نمونه بایستی کم ارتفاع باشد. از طرف دیگر کار کردن با نمونه‌های با ارتفاع کمتر از یک سانتی‌متر مشکل است. بنابراین ارتفاع مناسب ۲ تا ۳ سانتی‌متر می‌باشد. قطر نمونه نیز بایستی به اندازه کافی بزرگ باشد تا چند برابر واحدهای ساختمانی خاک را در بر بگیرد (کلوت، ۱۹۸۶).

استفاده از نمونه دست‌خورده یا دست‌نخورده تا حدودی وابسته به اندازه و میزان تکامل ساختمان خاک است. در خاکهایی که دارای ساختمان مناسب هستند و بویژه در لایه‌های زیرین که میزان تکامل ساختمان خاک بالا است، باید نمونه دست‌نخورده تهیه کرد. استفاده از نمونه دست‌خورده در این موارد منجر به نتایجی خواهد شد که معرف وضعیت خاک در شرایط طبیعی نیست، حتی اگر برای رسیدن به همان دانسیته طبیعی، متراکم شده باشد. زیرا خشک کردن، کوبیدن و الک کردن خاک، واحدهای ساختمانی خاک را تخریب نموده و شدیداً تغییر می‌دهد. استفاده از نمونه دست‌خورده متراکم شده، ممکن است برای خیلی از خاکهای درشت بافت که تکامل ساختمانی چندانی ندارند کافی باشد (کلوت، ۱۹۸۶). در آزمایشگاه شناسائی خاک (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴) استفاده از کلوخه‌هایی که برای تعیین جرم مخصوص ظاهری به کار می‌روند نیز به عنوان نمونه دست‌نخورده توصیه شده است.

یکی دیگر از عواملی که می‌تواند بر روی نگهداری آب توسط نمونه خاک، بویژه در خاکهای ریز بافت حاوی مقادیر زیاد رسهای انبساط‌پذیر مؤثر باشد، ترکیب شیمیایی آبی است که نمونه خاک با آن اشباع می‌شود. در خاکهای درشت بافت لازم نیست توجه زیادی به محلول خیس کننده شود. معمولاً باید محلولی با ترکیب شیمیایی مشابه با آب بومی خاک (آب خاک در شرایط طبیعی) استفاده شود. اما ترکیب آب خاک در شرایط طبیعی معمولاً ناشناخته است. توصیه شده است که محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4) به عنوان محلول عمومی مورد استفاده قرار گیرد، مگر اینکه توجیهی برای استفاده از محلول‌های دیگر وجود داشته باشد (کلوت، ۱۹۸۶؛ دین و هوپمنز، ۲۰۰۲). معمولاً توصیه نمی‌شود که خیس کردن با آب مقطر یا آب شیر صورت پذیرد، زیرا اولی موجب پراکنده شدن رس می‌شود و دومی تقریباً اشباع از هوای حل شده است که بعد از اشباع کردن نمونه، ممکن است هوا آزاد شده و در مقدار آب خاک مؤثر باشد (کلوت، ۱۹۸۶).

در دستورالعمل حاضر روشهای زیر برای تعیین ضرایب رطوبتی خاک و ترسیم منحنی مشخصه آب خاک تشریح شده‌اند-

¹ - Pressure plate

² - Pressure membrane

³ - Repacked

- (الف) - تعیین ذخیره آب خاک در مکش‌های ۶، ۱۰، ۳۳، ۱۰۰ یا ۲۰۰ کیلوپاسکال (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳، ۱ یا ۲ بار)، با استفاده از صفحه تحت فشار در نمونه خاک هوا-خشک شده عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر، برای خاکهای انبساط ناپذیر با بافت شنی لومی یا درشت‌تر و برخی خاکهای با بافت لومی شنی. این روش با کد P7WR-1 مشخص شده است.
- (ب) - تعیین ذخیره آب خاک در مکش‌های ۶، ۱۰، ۳۳ یا ۱۰۰ کیلوپاسکال (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳ یا ۱ بار)، با استفاده از صفحه تحت فشار در کلوخه‌های طبیعی. این روش با کد P7WR-2 مشخص شده است.
- (ج) - تعیین ذخیره آب خاک در مکش‌های ۶، ۱۰، ۳۳ یا ۱۰۰ کیلوپاسکال (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳ یا ۱ بار)، با استفاده از صفحه تحت فشار در نمونه دست‌نخورده با سیلندر. این روش با کد P7WR-3 مشخص شده است.
- (د) - تعیین ذخیره آب خاک در مکش‌های ۵۰۰، ۱۰۰۰ یا ۱۵۰۰ کیلوپاسکال (۵، ۱۰ یا ۱۵ بار)، با استفاده از غشاء تحت فشار در نمونه خاک هوا-خشک شده عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متری. این روش با کد P7WR-4 مشخص شده است.

۲-۷-۱- تعیین ذخیره آب خاک در مکش‌های کمتر از ۲ بار، با استفاده از نمونه دست‌خورده (کد روش P7WR-1)، (مکش‌های ۶، ۱۰، ۳۳، ۱۰۰ یا ۲۰۰ کیلوپاسکال)

در این روش، نمونه‌های خاک هوا-خشک شده (کوچکتر از ۲ میلی متر) در درون حلقه‌های قرار داده شده بر روی صفحه سرامیکی متخلخل در درون دستگاه صفحه تحت فشار ریخته شده و پس از اشباع شدن، تحت فشار مورد نظر (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳، ۱ یا ۲ بار) به حالت تعادل می‌رسند. در نهایت مقدار وزنی رطوبت خاک تعیین می‌شود. داده‌های به دست آمده برای ترسیم منحنی رطوبتی خاک، تعیین ظرفیت نگهداری آب خاک، توزیع اندازه منافذ، تخلخل و هدایت هیدرولیکی نمونه خاک مورد استفاده قرار می‌گیرند. این روش برای خاکهای انبساط ناپذیر با بافت شنی لومی یا درشت‌تر و برخی خاکهای با بافت لومی شنی به کار می‌رود.

۲-۷-۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- دستگاه صفحه تحت فشار
- حلقه‌های لاستیکی برای نگهداری نمونه بر روی صفحه. برای خاکهای آلی از حلقه‌های با ارتفاع ۱۰ و قطر ۵۰ میلی‌متر و برای خاکهای دیگر از حلقه‌های با ارتفاع ۱۰ و قطر ۴۰ میلی‌متر استفاده کنید.
- قوطی فلزی توزین درپوش‌دار

۲-۷-۱-۲- مواد

- آب مقطر
- محلول ۱۰٪ آب اکسیژنه (H_2O_2). ۳۳۳ میلی‌لیتر آب اکسیژنه ۳۰٪ (صنعتی) را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اسید هیدروکلریک یک نرمال (1 N HCl). ۸۳/۳ میلی‌لیتر HCl غلیظ را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اتیل الکل ۹۵٪ (صنعتی)

- محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4)

۲-۷-۱-۳- روش کار

۱. صفحه سرامیکی متخلخل را با آب مقطر اشباع کنید. برای اطمینان از اشباع شدن کامل صفحه، اشباع کردن را در طول شب انجام دهید. به اندازه کافی فشار وارد کنید تا غشاء لاستیکی صفحه چند سانتی‌متر متورم شود. باید دقت شود تا تمام هوای آن تخلیه شود.
۲. صفحه متخلخل اشباع شده را در محفظه فشاری دستگاه نصب کنید. حلقه‌های لاستیکی نگهدارنده نمونه را روی آن قرار دهید.
۳. حلقه‌ها را با حدود ۱۰ تا ۱۵ گرم خاک هوا - خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر پر کنید.
۴. برای اشباع نمودن نمونه‌های خاک از طریق کاپیلاری، (نیروی موئینه) بر روی صفحه آب بریزید، اما نه به حدی که حلقه‌ها از آب پوشیده شوند. اگر نمونه‌ها اشباع نشوند، بر روی سطح نمونه‌ها اتیل الکل اضافه کنید. درب محفظه را ببندید و در طول شب آن را به حال خود رها کنید.
۵. فشار مورد نظر (۶، ۱۰، ۳۳، ۱۰۰ یا ۲۰۰ کیلوپاسکال) را اعمال کنید و جریان آب را از خروجی دستگاه پایش (بازبینی) کنید. گاهی لوله خروجی را در زیر آب فرو برید تا در صورت نقص صفحه، با مشاهده حباب هوا به آن پی ببرید. نمونه‌ها زمانی به تعادل می‌رسند که نشأت آب از لوله خروجی متوقف شود.
۶. بلافاصله بعد از تعادل، نمونه‌ها را به درون قوطی‌های توزین ریخته و بعد از گذاشتن درپوش، توزین کنید (M_{s+w}).
۷. بعد از برداشتن درپوش نمونه‌ها را در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از خنک کردن در دسیکاتور توزین نمائید (M_s).

۲-۷-۱-۴- محاسبات

میزان ذخیره آب خاک در هر مکش بر حسب درصد جرمی ($\%H_2O$) را با فرمول زیر حساب کنید-

$$\%H_2O = \frac{(M_{s+w} - M_s)}{(M_s - M_c)} \times 100 \quad [۶۰-۲]$$

که در آن:

M_{s+w} : جرم خاک مرطوب+قوطی

M_s : جرم خاک خشک شده در آون+قوطی

M_c : جرم قوطی

۲-۷-۱-۵- گزارش نتایج

مقدار آب خاک را با دقت ۰/۱٪ گزارش کنید.

۲-۷-۱-۶- نکات

(الف) - منفذدار بودن دستگاه مانع از ایجاد تعادل خواهد شد. همانطور که در روش کار گفته شد، برای ارزیابی اینکه دستگاه

صفحه تحت فشار درست کار می‌کند و منفذدار نیست، نشت هوا از لوله خروجی بررسی می‌شود.

(ب) - فشار دستگاه می‌بایست ثابت باقی بماند و حالت تعادل در دما و رطوبت هوای ثابت به دست آید. کشش سطحی آب با افزایش دما کاهش می‌یابد و این باعث خواهد شد که مقدار آب نگهداری شده در خاک در یک بار فشار (مکش) معین کاهش یابد.

(ج) - استفاده ممتد از دستگاه موجب مسدود شدن منافذ صفحه سرامیکی شده و خروج آب محدود خواهد شد. برای تمیز کردن صفحه، ۵۰۰ میلی‌لیتر آب اکسیژنه ۱۰٪، ۱۰۰۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک یک نرمال (1 N HCl)، و ۵۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر، یکی پس از دیگری با فشار روی صفحه ریخته می‌شود و سپس محلول باقی مانده در منافذ صفحه با مکش (خلأ) بیرون کشیده می‌شود.

(د) - غشاء لاستیکی زیر صفحه برای وجود سوراخ بررسی می‌شود. غشاء باد شده و سپس در آب غوطه‌ور می‌شود. چنانچه حبابهای هوا از آن خارج شود، صفحه کنار گذاشته می‌شود.

(ه) - برای خاکهای با رس انبساطپذیر، استفاده از نمونه خاک الک شده به جای نمونه خاک طبیعی (دست‌نخورده) بویژه در مکش‌های ۶، ۱۰ و ۳۳ کیلوپاسکال موجب بیش‌برآوردی ذخیره آب خاک خواهد شد (یونگ و دیکسون، ۱۹۶۶).

(و) - توصیه شده است که برای اشباع کردن نمونه خاک بویژه در خاکهای ریز بافت حاوی رس‌های انبساطپذیر به جای آب مقطر از محلول هواگیری شده $\text{CaSO}_4 \cdot 0.05$ مولار (0.005 M CaSO_4) استفاده شود (دین و هوپمنز، ۲۰۰۲).

۲-۷-۱-۷- ایمنی

کار کردن با دستگاه‌های تحت فشار بویژه در فشارهای بالا نیازمند رعایت دقیق نکات ایمنی است. درب محفظه فشار بایستی همواره محکم و دقیق بسته شود. قبل از باز کردن درب باید مطمئن بود که فشار به صفر رسیده است. مواظب باشید که درپوش سنگین بر روی زمین یا روی پا نیفتد.

۲-۷-۱-۸- منابع

1. Dane, J.H., and J. W. Hopmans. 2002. Water retention and storage- Laboratory. p. 675-720. In- J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Klute, A. 1986. Water Retention- Laboratory Methods. p. 635-662. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
4. Young, K.K., and J.D. Dixon. 1966. Overestimation of water content at field capacity from sieved-sample data. Soil Sci. 101-104-107.

۲-۷-۲- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از کلوخه در مکش‌های کمتر از ۱ بار (کد روش P7WR-2)

در این روش کلوخه‌های طبیعی بر روی میز مکش^۱ قرار داده شده و در مکش ۵ سانتی‌متر که به کف نمونه وارد می‌شود به تعادل می‌رسند. سپس نمونه‌ها به روی صفحه سرامیکی متخلخل درون دستگاه صفحه تحت فشار منتقل شده و تحت فشار مورد نظر (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳ یا ۱ بار) به حالت تعادل می‌رسند. در نهایت مقدار وزنی رطوبت خاک تعیین می‌شود. داده‌های به دست آمده برای ترسیم منحنی رطوبتی خاک، تعیین ظرفیت نگهداری آب خاک، توزیع اندازه منافذ، تخلخل و هدایت هیدرولیکی نمونه خاک مورد استفاده قرار می‌گیرند (اداره شناسایی خاک، ۲۰۰۴).

۲-۷-۲-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- دستگاه صفحه تحت فشار
- حلقه‌های لاستیکی محافظ با ارتفاع ۱۰ و قطر ۴۰ میلی‌متر
- قوطی فلزی توزین درپوش‌دار
- گیره لباس
- اره کاشی‌بر با تیغه الماس
- خاک سیلت لوم
- دسیکاتور با صفحه سرامیکی
- پمپ خلاء، ۸۰ کیلو پاسکال (۰/۸ بار)
- سوزن نمونه‌گیر
- الک ۱۰ مش (۲ میلی‌متر)
- هات پلیت
- هود
- دستمال خشک‌کن (کاغذی) فشرده با فیبر نایلونی
- میز مکش. میز مکش را می‌توان با قرار دادن آجرهای نسوزی که با دستمال خشک‌کن کاغذی پوشیده شده بر روی یک طشت آب ایجاد کرد.
- برچسب‌های با قطر ۲۵/۴ میلی‌متر و حلقه (قاب) فلزی
- سیم مسی ۲۸

۲-۷-۲-۲- مواد

- آب مقطر

^۱ - Tension table

- محلول ۱۰٪ آب اکسیژنه (H_2O_2). ۳۳۳ میلی‌لیتر آب اکسیژنه ۳۰٪ (صنعتی) را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اسید هیدروکلریک یک نرمال (1 N HCl). ۸۳/۳ میلی‌لیتر HCl غلیظ را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اتیل الکل ۹۵٪ (صنعتی)
- مایع ظرفشویی
- متیل‌اتیل‌کتون
- رزین ساران
- لاک پلاستیکی (محلول ساران). لاک پلاستیکی را با حل کردن رزین ساران در متیل‌اتیل‌کتون با نسبت وزنی ۱ به ۴ و ۱ به ۷ (دو محلول با نسبت‌های مختلف) در قوطی یک گالنی (۳/۸ لیتری) تهیه کنید. حدود ۲۷۰۰ میلی‌لیتر حلال را درون ظرف ریخته و به ترتیب برای نسبت‌های ۱ به ۴ و ۱ به ۷، ۵۴۰ یا ۳۰۵ گرم رزین اضافه کنید. برای اندودن اولیه در صحرا و آزمایشگاه از محلول ۱ به ۴ و برای لایه‌های اندوده بعدی در آزمایشگاه از محلول ۱ به ۷ استفاده کنید. محلول ۱ به ۷ در واقع برای صرفه جویی در رزین و کاهش هزینه استفاده می‌شود. در صحرا برای حل کردن رزین، محلول را با یک چوب بهم بزنید. در آزمایشگاه همزدن می‌تواند با همزن دور بالای بدون جرقه انجام شود و در حین همزدن، رزین به آرامی اضافه شود. حل کردن در دمای ۲۵ درجه حدود ۱۵ تا ۳۰ دقیقه طول می‌کشد و بهتر است در زیر هود انجام شود. محلول تهیه شده را می‌توان به مدت طولانی در ظرف استیل یا پلاستیکی در بسته به گونه‌ای که تبخیر از آن صورت نگیرد نگه‌داشت. ممکن است به جای متیل‌اتیل‌کتون از استون استفاده شود.
- میکروپکش، برای میز مکش

۲-۷-۲-۳- روش کار

۱. این روش معمولاً با روش کلوخه برای تعیین جرم مخصوص ظاهری (P4Bd-C1) ترکیب می‌شود. برای روش تهیه کلوخه به روش مزبور مراجعه شود.
۲. یک برچسب با شماره مشخصات نمونه آماده کنید. حلقه و سیم مسی دور کلوخه را قطع کنید. برچسب را به یک تکه سیم مسی نازک با طول کافی بچسبانید و وزن برچسب و سیم (TAG) را ثبت کنید. حلقه‌ای از سیم مسی به دور کلوخه ایجاد کنید. بایستی سیم دارای دنباله‌ای باشد که برچسب به آن چسبیده و امکان آویزان کردن کلوخه را فراهم کند. وزن کلوخه (CC1) را ثبت کنید.
۳. کلوخه را در محلول ساران ۴-۱ فرو برید. به مدت ۷ دقیقه در هوا (در زیر هود) نگهدارید و سپس در محلول ۷-۱ فرو برید. نمونه را به مدت ۱۲ دقیقه در هوا نگهدارید و دوبار در محلول ۷-۱ فرو برده و بیرون آورید. به مدت ۵۵ دقیقه صبر کنید و کلوخه را دوباره توزین کنید. اگر نمونه بیش از ۳٪ وزنی خود اندوده جذب کرده است و یا بوی شدید حلال از آن منتشر می‌شود، اجازه دهید برای مدت طولانی‌تری خشک شود و سپس وزن آن (CC2) را ثبت کنید.
۴. برای ایجاد سطحی هموار، بخشی از کلوخه را با اره کاشی بر ببرید. لازم است که کلوخه را تا حدی بالاتر از نقطه اندازه‌گیری مرطوب کنید. به این منظور از میز مکشی با مکش ۵ سانتی‌متر استفاده کنید. گاهی با فروبردن بیشتر، لمس کردن یا با توزین بررسی کنید که آیا کلوخه به حالت تعادل رسیده است یا نه. بعد از تعادل، کلوخه را برداشته و توزین کنید (WSC).

۵. اگر کلوخه بریده شده آب جذب نکرد، کلوخه را در دسیکاتور بر روی صفحه پوشیده شده با آب (با مکش صفر) قرار دهید. تنها سطح کلوخه را در آب فروبرید. چند میلی‌لیتر الکل اضافه کنید. با استفاده از پمپ خلاء و ایجاد مکش اجازه دهید تا کلوخه به حالت تعادل اشباع برسد. کلوخه را برداشته و جرم آن (WSC) را ثبت کنید.
۶. صفحه سرامیکی متخلخل را با آب مقطر اشباع کنید. برای اطمینان از اشباع شدن کامل صفحه، اشباع کردن را در طول شب انجام دهید. به اندازه کافی فشار وارد کنید تا غشاء لاستیکی صفحه چند سانتی‌متر متورم شود. باید دقت شود تا تمام هوای آن تخلیه شود.
۷. صفحه متخلخل اشباع شده را در محفظه فشاری دستگاه نصب کنید. برای ایجاد تماس مناسب بین کلوخه و صفحه سرامیکی، سطح صفحه سرامیکی را با ۵ میلی‌متر خاک سیلت‌لوم پوشانده و اشباع کنید. لایه‌ای از دستمال خشک‌کن فشرده روی خاک قرار دهید و کلوخه را از سمت بریده شده بر روی دستمال قرار دهید. درب‌پوش محفظه را محکم ببندید.
۸. فشار مورد نظر (۶، ۱۰، ۳۳ یا ۱۰۰ کیلوپاسکال) را اعمال کنید و جریان آب را از خروجی دستگاه، پایش (بازبینی) کنید. اگر برحسب درخواست یا نیاز اندازه‌گیری ذخیره آب در چند نقطه انجام می‌شود، با پائین‌ترین فشار شروع کنید. گاهی لوله خروجی را در زیر آب فرو برید تا در صورت نقص صفحه با مشاهده حباب هوا به آن پی ببرید. نمونه‌ها زمانی به تعادل می‌رسند که نشست آب از لوله خروجی متوقف شود.
۹. بعد از تعادل، کلوخه را برداشته و توزین کنید (WMC). وزن WMC را با WSC مقایسه کنید. اگر $WMC > WSC$ بود، کلوخه را دوباره با استفاده از میز مکشی مرطوب کرده و فرآیند تخلیه آب (مرحله ۸) را دوباره تکرار کنید. چنانچه می‌خواهید در فشارهای دیگر اندازه‌گیری را انجام دهید، بعد از توزین کلوخه، آن را به دستگاه برگردانید و مرحله ۸ را با فشار بالاتر تکرار کنید.
۱۰. تبصره- چنانچه بخواهید جرم مخصوص نمونه را در مکش ۳۳ کیلوپاسکال (Db_{33}) تعیین کنید، زمانیکه کلوخه در فشار ۳۳ کیلوپاسکال به حالت تعادل رسید، می‌توانید جرم مخصوص آن را با روش $P5Bd_{33}-C2$ تعیین کنید.
۱۱. بعد از آخرین اندازه‌گیری، کلوخه را در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از خنک کردن در دسیکاتور توزین کنید (WODC).
۱۲. اگر کلوخه حاوی بیش از ۵٪ وزنی قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) است، قطعات سنگی را از کلوخه جدا کنید. به این منظور کلوخه را درون یک بشر در زیر آب قرار داده و روی هات پلیت بگذارید. در زیر هود به مدت حدود یک ساعت بجوشانید. اندوده پلاستیکی با حرارت دادن از خاک جدا می‌شود. بعد از خنک کردن، اندوده را جدا کنید.
۱۳. بعد از سرد شدن نمونه را به صورت تر با الک ۲ میلی‌متری الک کنید. اجزاء سنگی روی الک را خشک و توزین کنید (RF). اگر قطعات سنگی مشابه نمونه خاک هستند، لازم نیست که جرم کلوخه را تصحیح کنید.

۲-۷-۲-۴- محاسبات

میزان ذخیره آب خاک در هر مکش بر حسب درصد جرمی ($\%H_2O$) را با فرمول زیر محاسبه کنید:

$$\%H_2O = \frac{(WMC - MPC) - (WODC - ODPC)}{(WODC - RF - ODPC - TAG)} \times 100 \quad [۶۱-۲]$$

که در آن:

WMC: جرم کلوخه اندوده شده و به حالت تعادل رسیده

WODC: جرم آون-خشک کلوخه اندوده شده

RF: جرم قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) در کلوخه

ODPC: جرم آون-خشک پوشش پلاستیکی، برابر با $0.85 \times MPC$

TAG: جرم برچسب و سیم

MPC: جرم پوشش پلاستیکی قبل از آون-خشک کردن که از رابطه زیر به دست می‌آید-

$$MPC = [(CC2 - CC1) + FCE] \times RV \quad [۶۲-۲]$$

که در آن:

CC2: جرم کلوخه اندوده شده با سه لایه پوشش

CC1: جرم کلوخه قبل از اندوده شده در آزمایشگاه

RV: درصد تخمینی حجم نمونه بعد از برش برای ایجاد سطح هموار (حدود ۸۰٪)

FCE: وزن تخمینی پوشش ایجاد شده در مزرعه که از رابطه زیر برآورد می‌شود-

$$FCE = 1.5 \times \frac{CC2 - CC1}{3} \quad [۶۳-۲]$$

۲-۷-۲-۵- گزارش نتایج

مقدار آب خاک را با دقت ۰/۱٪ گزارش کنید.

۲-۷-۲-۶- نکات

به نکات مربوط به روش‌های P5Bd-C1 و P7WR-1 مراجعه شود.

۲-۷-۲-۷- ایمنی

کار کردن با دستگاه‌های تحت فشار بویژه در فشارهای بالا نیازمند رعایت دقیق نکات ایمنی است. درب محفظه فشار بایستی همواره محکم و دقیق بسته شود. قبل از باز کردن درب نیز باید مطمئن بود که فشار به صفر رسیده است. مواظب باشید که درب‌پوش سنگین بر روی زمین یا روی پا نیفتد.

۲-۷-۲-۸- منابع

- 1- Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۷-۳- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از نمونه سیلندر در مکش‌های کمتر از ۱ بار (کد روش P7WR-3)

در این روش، یک نمونه‌بردار استوانه‌ای فلزی به درون خاک رانده یا کوبیده می‌شود. سیلندر (استوانه) به دقت از درون خاک کنده شده و حجم معینی از خاک در وضعیت طبیعی برداشته می‌شود. وزن نمونه در همان شرایط رطوبتی تعیین می‌شود. سپس نمونه بر روی میز مکش قرار داده شده و در مکش ۵ سانتی‌متر که به کف نمونه وارد می‌شود به تعادل می‌رسند. سپس نمونه به روی صفحه سرامیکی متخلخل در درون دستگاه صفحه تحت فشار منتقل شده و تحت فشار مورد نظر (۰/۰۶، ۰/۱، ۰/۳۳ یا ۱ بار) به حالت تعادل می‌رسند. در نهایت مقدار وزنی رطوبت خاک تعیین می‌شود. داده‌های به دست آمده برای ترسیم منحنی رطوبتی خاک، تعیین ظرفیت نگهداری آب خاک، توزیع اندازه منافذ، تخلخل و هدایت هیدرولیکی نمونه خاک مورد استفاده قرار می‌گیرند.

۲-۷-۳-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- دستگاه صفحه تحت فشار
- حلقه‌های لاستیکی محافظ با ارتفاع ۱۰ و قطر ۴۰ میلی‌متر
- قوطی فلزی توزین درپوش‌دار
- خاک سیلت لوم
- دسیکاتور با صفحه سرامیکی
- پمپ خلاء، ۸۰ کیلو پاسکال (۰/۸ بار)
- سوزن نمونه‌گیر
- الک ۱۰ مش (۲ میلی‌متر)
- هات پلیت
- هود
- دستمال خشک‌کن (کاغذی) فشرده با فیبر نایلونی
- میز مکش. در آزمایشگاه شناسایی خاک، میز مکش با قرار دادن آجرهای نسوزی که با دستمال خشک‌کن کاغذی پوشیده شده بر روی یک طشت آب ایجاد می‌شود.
- سیلندر (کیت) نمونه‌برداری

۲-۷-۳-۲- مواد

- آب مقطر
- محلول ۱۰٪ آب اکسیژنه (H_2O_2). ۳۳۳ میلی‌لیتر آب اکسیژنه ۳۰٪ (صنعتی) را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اسید هیدروکلریدریک یک نرمال (1 N HCl). ۸۳/۳ میلی‌لیتر HCl غلیظ را در یک لیتر آب مقطر رقیق کنید.
- اتیل الکل ۹۵٪ (صنعتی)

- مایع ظرفشویی

۲-۷-۳- روش کار

۱. این روش معمولاً با روش سیلندر برای تعیین جرم مخصوص ظاهری (P5Bd-C3) ترکیب می‌شود.
۲. وزن سیلندر خالی (CW) را ثبت کنید.
۳. یک سطح هموار (افقی یا عمودی) در عمق مورد نظر نیم‌رخ خاک آماده کنید. نمونه‌بردار را به درون خاک رانده یا بکوبید. دقت کنید که خاک متراکم نشود. بعد از بیرون آوردن نمونه‌بردار، سیلندر نمونه را از درون آن بردارید. اگر به ناچار از سیلندر نمونه بطور مستقیم استفاده می‌کنید، با یک بیلچه، سیلندر را به همراه مقدار اضافی خاک بردارید. با کاردک خاک بیرون زده از دو انتهای سیلندر را به دقت بتراشید. این کار را به آرامی و با دقت انجام دهید. برای انتقال به آزمایشگاه نمونه را درون جعبه انتقال قرار دهید.
۴. لازم است که نمونه را تا حدی بالاتر از نقطه اندازه‌گیری، مرطوب کنید. این کار با قرار دادن سطح صاف سیلندر بر روی میز مکشی با مکش ۵ سانتی‌متر انجام می‌شود. گاهی با فروبردن بیشتر، لمس کردن یا توزین بررسی کنید که آیا نمونه به حالت تعادل رسیده است یا نه. بعد از رسیدن به حالت تعادل، سیلندر را برداشته و توزین کنید (WSC). برای جلوگیری از ریزش خاک و به هم خوردن وضعیت طبیعی نمونه، بهتر است ته استوانه را با قرار دادن یک لایه تور سیمی نازک یا پارچه نازک متخلخل (نظیر متقال) ببندید. این صفحه نبایستی به هیچ وجه مانعی در عبور آب ایجاد کند.
۵. اگر نمونه، آب جذب نکرد، سیلندر را در دسیکاتور بر روی صفحه پوشیده شده با آب (با مکش صفر) قرار دهید. تنها سطح سیلندر را در آب فروبرید. چند میلی‌لیتر الکل اضافه کنید. با استفاده از پمپ خلاء و ایجاد مکش اجازه دهید تا نمونه به حالت تعادل اشباع برسد. سیلندر را برداشته و جرم آن (WSC) را ثبت کنید.
۶. صفحه سرامیکی متخلخل را با آب مقطر اشباع کنید. برای اطمینان از اشباع شدن کامل صفحه، اشباع کردن را در طول شب انجام دهید. به اندازه کافی فشار وارد کنید تا غشاء لاستیکی صفحه چند سانتی‌متر متورم شود. باید دقت شود تا تمام هوای آن تخلیه گردد.
۷. صفحه متخلخل اشباع شده را در محفظه فشاری دستگاه نصب کنید. برای ایجاد تماس مناسب بین سیلندر و صفحه سرامیکی، سطح صفحه سرامیکی را با ۵ میلی‌متر خاک سیلت‌لوم پوشانده و اشباع کنید. لایه‌ای از دستمال خشک‌کن فشرده روی خاک قرار داده و سیلندر را بر روی دستمال قرار دهید. درب‌پوش محفظه را محکم ببندید.
۸. فشار مورد نظر (۶، ۱۰، ۳۳ یا ۱۰۰ کیلوپاسکال) را اعمال کنید و جریان آب را از خروجی دستگاه، پایش (بازبینی) کنید. اگر برحسب درخواست یا نیاز اندازه‌گیری ذخیره آب در چند نقطه انجام خواهد شد، با پائین‌ترین فشار شروع کنید. گاهی لوله خروجی را در زیر آب فرو برید تا در صورت نقص صفحه، با مشاهده حباب هوا به آن پی ببرید. نمونه‌ها زمانی به تعادل رسیده‌اند که نشأت آب از لوله خروجی متوقف شود.
۹. بعد از تعادل، سیلندر را برداشته و توزین کنید (WMC). وزن WMC را با وزن WSC مقایسه کنید. اگر $WMC > WSC$ بود، سیلندر را دوباره با استفاده از میز مکشی مرطوب کرده و فرآیند تخلیه آب (مرحله ۸) را تکرار کنید. چنانچه می‌خواهید در

فشارهای دیگر اندازه‌گیری را انجام دهید، بعد از توزین سیلندر نمونه، آن را به دستگاه برگردانید و مرحله ۸ را با فشار بالاتر تکرار کنید.

۱۰. تبصره- چنانچه بخواهید جرم مخصوص نمونه را در مکش ۳۳ کیلوپاسکال (Db_{33}) تعیین کنید، زمانیکه سیلندر در فشار ۳۳ کیلوپاسکال به حالت تعادل رسید، می‌توانید جرم مخصوص آن را با روش P5Bd-C2 تعیین کنید.

۱۱. بعد از آخرین اندازه‌گیری، سیلندر را در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از خنک کردن در دسیکاتور توزین (WODC) کنید.

۱۲. اگر نمونه حاوی بیش از ۵٪ وزنی قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) است، قطعات سنگی را با الک تر (۲ میلی‌متر) جدا کنید. اجزاء سنگی روی الک را خشک و توزین کنید (RF). اگر قطعات سنگی مشابه نمونه خاک هستند، لازم نیست که جرم کلوخه را تصحیح کنید.

۲-۷-۳-۴- محاسبات

میزان ذخیره آب خاک در هر مکش بر حسب درصد جرمی ($\%H_2O$) را با فرمول زیر محاسبه کنید:

$$\%H_2O = \frac{(WMC - WODC)}{(WODC - CW - RF)} \times 100 \quad [2-64]$$

که در آن:

WMC : جرم سیلندر + خاک + آب بعد از تعادل در هر مکش اعمال شده

$WODC$: جرم آون-خشک خاک + سیلندر

RF : جرم قطعات سنگی (ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر) در نمونه

CW : جرم سیلندر

۲-۷-۳-۵- گزارش نتایج

مقدار آب خاک را با دقت ۰/۱٪ گزارش کنید.

۲-۷-۳-۶- نکات

به نکات مربوط به روش‌های P5Bd-C2 و P7WR-1 مراجعه شود.

۲-۷-۳-۷- ایمنی

کار کردن با دستگاه‌های تحت فشار بویژه در فشارهای بالا نیازمند رعایت دقیق نکات ایمنی است. درب محفظه فشار بایستی همواره محکم و دقیق بسته شود. قبل از باز کردن درب باید مطمئن بود که فشار به صفر رسیده است. مواظب باشید که درب‌پوش سنگین بر روی زمین یا روی پا نیفتد.

۲-۷-۳-۸- منابع

1. Dane, J.H., and J. W. Hopmans. 2002. Water retention and storage- Laboratory. p. 675-720. In- J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Klute, A. 1986. Water Retention- Laboratory Methods. p. 635-662. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۲-۷-۴- تعیین ذخیره آب خاک با استفاده از نمونه دست‌خورده در مکش‌های بالا (کد روش P7WR-4)، (در مکش‌های ۵۰۰، ۱۰۰۰ یا ۱۵۰۰ کیلوپاسکال)

در این روش، نمونه‌های خاک هوا - خشک شده (کوچکتر از ۲ میلی متر) در درون حلقه‌های قرار داده شده بر روی غشاء سلولزی یا صفحات سرامیکی ۱۵ بار در داخل دستگاه غشاء تحت فشار ریخته شده و پس از اشباع شدن تحت فشار ثابت ۱۵۰۰ کیلوپاسکال (۱۵ بار) به حالت تعادل می‌رسد. در نهایت مقدار وزنی رطوبت خاک تعیین می‌شود. داده‌های به دست آمده برای ترسیم منحنی رطوبتی خاک، تعیین ظرفیت نگهداری آب خاک، توزیع اندازه منافذ، تخلخل و هدایت هیدرولیکی نمونه خاک مورد استفاده قرار می‌گیرند.

۲-۷-۴-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.1 گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- دستگاه غشاء تحت فشار
- حلقه‌های لاستیکی برای نگهداری نمونه بر روی صفحه. برای خاکهای آلی از حلقه‌های با ارتفاع ۱۰ و قطر ۵۰ میلی‌متر و برای خاکهای دیگر از حلقه‌های با ارتفاع ۱۰ و قطر ۴۰ میلی‌متر استفاده کنید.
- قوطی فلزی توزین درپوش‌دار

۲-۷-۴-۲- مواد

- آب مقطر
- اتیل الکل ۹۵٪ (صنعتی)

۲-۷-۴-۳- روش کار

۱. غشاء سلولزی را با قرار دادن در زیر آب، اشباع کنید. برای اطمینان از اشباع شدن کامل صفحه، اشباع کردن را در طول شب (حدود ۱۲ ساعت) انجام دهید.

۲. غشاء سلولزی اشباع شده را در محفظه فشاری دستگاه نصب کنید. حلقه‌های لاستیکی نگهدارنده نمونه را روی آن قرار دهید. به اندازه کافی آب اضافه کنید تا غشاء مرطوب بماند. سطح آب باید کمتر از ارتفاع حلقه‌ها باشد.
۳. حلقه‌ها را با حدود ۱۰ تا ۱۵ گرم خاک هوا - خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر پر کنید. برای اشباع نمودن نمونه‌های خاک از طریق کاپیلاری، بر روی صفحه آب بریزید، اما نه به حدی که حلقه‌ها از آب پوشیده شوند. اگر نمونه‌ها اشباع نشدند، بر روی سطح نمونه‌ها اتیل الکل اضافه کنید. اجازه دهید تا الکل تبخیر شود. برای کاهش تبخیر آب، نمونه‌ها را با یک لایه پلاستیک بپوشانید، درب محفظه را ببندید و در طول شب آن را به حال خود رها کنید.
۴. آب اضافه روی غشاء را با یک لوله سیفون مانند و ایجاد مکش تخلیه کنید.
۵. درپوش محفظه را بگذارید و پیچ‌ها را بطور یکنواخت سفت کنید. پیچ‌های دو طرف لولا را تا حد نیروی گشتاور ۱۳۸ کیلوپاسکال (۲۰۰ psi) و بقیه پیچ‌ها را تا حد نیروی گشتاور ۱۰۳/۵ کیلوپاسکال (۱۵۰ psi) محکم کنید.
۶. فشار درون دستگاه را در فواصل ۱۵ دقیقه‌ای تا رسیدن به فشار ۵۰۰، ۱۰۰۰ یا ۱۵۰۰ کیلوپاسکال، هر بار ۱۵۰ کیلوپاسکال افزایش دهید. نمونه‌ها زمانی به تعادل می‌رسند که نشت آب از لوله خروجی متوقف شود.
۷. بلافاصله بعد از تعادل، نمونه‌ها را به درون قوطی‌های توزین ریخته و بعد از گذاشتن درپوش توزین کنید (M_{s+w}).
۸. بعد از برداشتن درپوش نمونه‌ها را در آون در دمای ۱۱۰ درجه خشک کنید. بعد از خنک کردن در دسیکاتور و گذاشتن درپوش توزین کنید (M_s).
۹. وزن قوطی خالی (M_c) را ثبت کنید.

۲-۷-۴-۴- محاسبات

میزان ذخیره آب خاک در هر مکش بر حسب درصد جرمی ($\%H_2O$) را با فرمول زیر حساب کنید:

$$\%H_2O = \frac{(M_{s+w} - M_s)}{(M_s - M_c)} \quad [۶۵-۲]$$

که در آن:

M_{s+w} : جرم خاک مرطوب+قوطی بعد از تعادل در فشار ۱۵۰۰ کیلوپاسکال

M_s : جرم خاک خشک شده در آون+قوطی

M_c : جرم قوطی

۲-۷-۴-۵- گزارش نتایج

مقدار آب خاک را با دقت ۰/۱٪ گزارش کنید.

۲-۷-۴-۶- نکات

- (الف) - منفذدار بودن دستگاه مانع از ایجاد تعادل خواهد شد. برای ارزیابی اینکه دستگاه صفحه تحت فشار درست کار می‌کند و منفذدار نیست نشت هوا از لوله خروجی بررسی می‌شود.

(ب) - فشار دستگاه می‌باید ثابت باقی بماند و حالت تعادل در دما و رطوبت هوای ثابت به دست آید. کشش سطحی آب با افزایش دما کاهش می‌یابد و این باعث خواهد شد که مقدار آب نگهداری شده در خاک در یک بار فشار (مکش) معین کاهش یابد.

(ج) - توصیه شده است که برای اشباع کردن نمونه خاک بویژه در خاکهای ریز بافت حاوی رسهای انبساطپذیر به جای آب مقطر از محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4) استفاده شود (دین و هوپمنز، ۲۰۰۲).

(د) - در خاکهای گچی با مقدار گچ خاک بیش از ۱٪، مقدار آب در ۱۵۰۰ کیلوپاسکال که بر مبنای وزن آون-خشک خاک گزارش می‌شود برای به حساب آوردن وزن آب کریستالی تصحیح شود.

۲-۷-۴-۷-۲ ایمنی

کار کردن با دستگاههای تحت فشار بویژه در فشارهای بالا نیازمند رعایت دقیق نکات ایمنی است. درب محفظه فشار بایستی همواره محکم و دقیق بسته شود. قبل از باز کردن درب نیز باید مطمئن بود که فشار به صفر رسیده است. مواظب باشید که دربپوش سنگین بر روی زمین یا روی پا نیفتد.

۲-۷-۴-۸-۲ منابع

1. Dane, J.H., and J. W. Hopmans. 2002. Water retention and storage- Laboratory. p. 675-720. In: J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Klute, A. 1986. Water Retention- Laboratory Methods. p. 635-662. In: A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
4. Young, K.K., and J.D. Dixon. 1966. Overestimation of water content at field capacity from sieved-sample data. Soil Sci. 101-104-107.

۲-۷-۵- محاسبه رطوبت قابل استفاده خاک (کد روش $P7WR_{AW}$)

ظرفیت آب قابل استفاده (AWC) بخشی از ذخیره شده در خاک است که هیچ محدودیتی برای ریشه‌ها از نظر لایه‌های خاک یا فشار اسمزی ایجاد نمی‌کند. معمولاً حجم قطعات سنگی به عنوان یک عامل کاهنده ظرفیت آب قابل استفاده است که در محدوده مکش تعریفی برای AWC، محتوی هیچ آبی نیستند. AWC یک مقدار محاسبه شده است که جزئی از حجم کل آب خاک را مشخص می‌کند که بین مکش ۱۵۰۰ کیلوپاسکال و یک حد بالایی (معمولاً مکش ۳۳ کیلو پاسکال) نگه داشته می‌شود. حد بالایی (مکش پائین‌تر) به گونه‌ای انتخاب می‌شود که حجم آب ذخیره شده، تقریبی از حجم آب نگهداری شده در ظرفیت مزرعه باشد. مقدار رطوبت در مکش ۱۵۰۰ کیلوپاسکال، ظرفیت نقطه پژمردگی دائم^۱ (PWP) یا ظرفیت نگهداری در حد پژمردگی دائم گیاه نامیده می‌شود. مقدار رطوبت در مکش ۳۳ کیلوپاسکال نیز حد ظرفیت مزرعه‌ای^۲ (FC) نامیده می‌شود.

^۱ - Permanent wilting point

^۲ - Field capacity

مقدار جرمی آب خاک در مکش ۱۰، ۳۳ و ۱۵۰۰ کیلوپاسکال با ضرب کردن در جرم مخصوص ظاهری (Db_{33}) به مقدار حجمی (نسبتی از حجم کل) خاک تبدیل می‌شود و برای اجزاء حجمی قطعات سنگی، در صورت وجود در خاک تعدیل می‌شود. مکش‌های پائین، یعنی ۱۰ یا ۵ کیلوپاسکال برای مواد درشت استفاده می‌شوند.

مقدار آب قابل استفاده خاک بر حسب جزء حجمی ($\text{cm}^3 \text{ cm}^{-3}$) با فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$AWC_{WS} = \frac{(W_{33<2mm} - W_{1500<2mm}) \times Db_{33<2mm} \times Cm}{\rho_w \times 100} \quad [۶۶-۲]$$

که در آن:

AWC_{WS} : جزء حجمی ($\text{cm}^3 \text{ cm}^{-3}$) آب قابل استفاده در کل خاک در حد فاصل بین مکش‌های ۳۳ و ۱۵۰۰ کیلوپاسکال که بر حسب cm cm^{-1} گزارش می‌شود.

$W_{33<2mm}$: درصد جرمی آب نگهداری شده در مکش ۳۳ کیلوپاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر

$W_{1500<2mm}$: درصد جرمی آب نگهداری شده در مکش ۱۵۰۰ کیلوپاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر

$Db_{33<2mm}$: جرم مخصوص ظاهری (g cm^{-3}) در (مقدار آب) مکش ۳۳ کیلو پاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر

ρ_w : دانسیته آب (g cm^{-3})

Cm : ضریب تعدیل قطعات سنگی. در صورت عدم وجود ذرات درشت $Cm=1$ ، اما در صورت وجود سنگریزه در خاک، Cm با رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$Cm = \frac{Vol_{<2mm}}{Vol_{whole}} \quad [۶۷-۲]$$

که در آن:

$Vol_{<2mm}$: حجم مرطوب ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (cm^3)

Vol_{whole} : حجم مرطوب کل خاک (cm^3)

Cm را با رابطه زیر نیز می‌توان محاسبه کرد:

$$Cm = \frac{100 - Vol_{>2mm}}{100} \quad [۶۷-۲]$$

که در آن:

$Vol_{>2mm}$: درصد حجمی ذرات بزرگتر از ۲ میلی‌متر

در خاکهای درشت بافت به جای $W_{33<2mm}$ از $W_{10<2mm}$ (درصد جرمی آب نگهداری شده در مکش ۱۰ کیلوپاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر) استفاده می‌شود.

۲-۸- هدایت هیدرولیکی اشباع (آبگذری) خاک (کد روش P8HC)

سرعت حرکت آب در خاک در بسیاری از جنبه‌های کشاورزی و زندگی شهری اهمیت زیادی دارد. ورود آب به داخل خاک، حرکت آب به سمت ریشه‌های گیاه، جریان آب به طرف زهکش‌ها و تبخیر آب از سطح خاک مثالهای ملموسی هستند که در آن

سرعت حرکت آب نقش مهمی بازی می‌کند. ویژگی‌هایی از خاک که رفتار سیستم جریان آب در خاک را تعیین می‌کند، هدایت هیدرولیکی و ظرفیت نگهداری آب خاک هستند. هدایت هیدرولیکی یک خاک معیاری از توانایی آن برای انتقال آب است. آب در واکنش به نیروهای مختلف مؤثر بر آن در خاک جریان می‌یابد.

هدایت هیدرولیک با قانون دارسی تعریف می‌شود، که برای حرکت یک بعدی عمودی در حالت اشباع ممکن است به صورت زیر نوشته شود:

$$q = -K_s \frac{\partial H}{\partial z} \quad [۶۸-۲]$$

که در آن:

q : شدت جریان حجمی آب، یا اصطلاحاً سرعت دارسی یا سرعت ظاهری (یعنی، حجمی از آب که در واحد زمان از واحد سطح مقطع خاک عبور می‌کند)

$\frac{\partial H}{\partial z}$: گرادیان بار هیدرولیکی H

K_s : هدایت هیدرولیکی اشباع خاک

نمونه خاک مورد استفاده برای هدایت هیدرولیک خاک ممکن است نمونه دست‌خورده متراکم شده یا نمونه دست‌نخورده دارای ساختمان طبیعی باشد. در برخی از مطالعات از جمله برای بررسی مفاهیم جریان در محیط‌های متخلخل، نمونه‌های متراکم شده ممکن است مفید باشند. دو روش بار ثابت و بار افتان برای تعیین هدایت هیدرولیکی اشباع خاک در هر دو نوع نمونه، شرح داده می‌شود. برای ایجاد جریان یک بعدی معمولاً از سیلندرهای فلزی یا پلاستیکی استفاده می‌شود. برای تهیه نمونه‌های با ساختمان تقریباً دست‌نخورده می‌توان از نمونه‌بردارهای سیلندری (همانند روش جرم مخصوص ظاهری) استفاده کرد.

در این مورد ابعاد نمونه ممکن است متفاوت باشد. حالت ایده آل آن است که اندازه نمونه در مقایسه با بزرگترین واحد ساختمان خاک، نسبتاً بزرگ باشد. اما تهیه کردن و کار با چنان نمونه‌ای ممکن است غیر عملی باشد. سیلندرهای با قطر ۲ تا ۱۰ سانتی‌متر و ارتفاع ۵ تا ۲۵ سانتی‌متر به طور رضایت بخشی برای اندازه‌گیری در آزمایشگاه قابل کاربرد هستند (کلوت و دایرکسن، ۱۹۸۶). روش تهیه نمونه‌های دست‌خورده و دوباره متراکم شده برای رسیدن به یک جرم مخصوص ظاهری معین نیز تشریح خواهد شد.

یکی دیگر از عواملی که می‌تواند بر روی هدایت هیدرولیکی خاک مؤثر باشد، ترکیب شیمیایی آبی است که اندازه‌گیری با آن انجام می‌شود. زمانی که سیال در خاک جریان می‌یابد، فرآیندهای فیزیکی، شیمیایی و بیولوژیک مختلفی ممکن است در سیستم خاک رخ دهد که باعث تغییر هدایت هیدرولیکی می‌شود. اگر محلول ورودی دارای غلظت بالای گازهای حل شده باشد، مثل آب شیر، گازها از محلول آزاد شده، در منافذ تجمع می‌یابند و هدایت هیدرولیکی را کاهش می‌دهند. به این دلیل توصیه می‌شود از آب شیر تازه استفاده نشود (کلوت و دایرکسن، ۱۹۸۶). در خاکهای ریز بافت حاوی مقادیر زیاد رس‌های انبساط‌پذیر، هر تغییری در ترکیب شیمیایی محلول خاک، ممکن است اثر شدیدی بر هدایت هیدرولیکی داشته باشد (دین و کلوت، ۱۹۷۷؛ رولف و آیل‌موره، ۱۹۷۷). اگر محلول ورودی موجب پراکنده شدن رس شود، ذرات ریز ممکن است جابجا شده و به گونه‌ای در منافذ قرار بگیرند که قابلیت هدایت را کاهش دهند. فعالیت میکروبی نیز ممکن است قابلیت هدایت را تحت تأثیر قرار دهد، بویژه وقتی که آب برای مدت طولانی از نمونه بگذرد یا وقتی که نمونه برای مدت طولانی غوطه ور شده باشد.

معمولاً آب مقطر یا آب یون زدایی شده نباید برای تعیین هدایت هیدرولیکی مورد استفاده قرار گیرد، زیرا زمانی که محلول خاک با آب مقطر جایگزین شود ساختمان خاک ممکن است تغییر کند. در خاکهای درشت بافت لازم نیست توجه زیادی به محلول مورد استفاده شود. توصیه شده است که محلولی با ترکیب شیمیایی مشابه با آب بومی خاک (آب خاک در شرایط طبیعی) استفاده شود. اما ترکیب آب خاک در شرایط طبیعی معمولاً ناشناخته است. با وجود این مشکلات، در انتخاب و استفاده از محلول معیار باید ملاحظات در نظر داشت تا این محلول خیلی متفاوت از محلول خاک در شرایط طبیعی نباشد.

توصیه شده است که محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4) و اشباع شده با تیمول به عنوان محلول عمومی مورد استفاده قرار گیرد، مگر اینکه دلایل کافی برای استفاده از محلول‌های دیگر وجود داشته باشد (کلوت و دایرکسن، ۱۹۸۶؛ دین و هوپمنز، ۲۰۰۲). یون کلسیم پراکنده شدن ذرات رس را کاهش می‌دهد و تیمول مانع فعالیت میکروبی می‌شود. مواد دیگر مثل فنول (۰/۱ درصد) یا کلراید مرکوریک (۲۰ تا ۵۰۰ میلی گرم در لیتر) نیز ممکن است به عنوان بازدارنده فعالیت بیولوژیک استفاده شوند.

۲-۸-۱- روش تعیین هدایت هیدرولیکی اشباع با بار ثابت^۱ (کد روش P7HC-1)

در آزمایشگاه، اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی اشباع بر اساس کاربرد مستقیم فرمول داری برای یک ستون یکنواخت خاک اشباع انجام می‌شود. یک اختلاف بار هیدرولیکی به ستون خاک اعمال شده و شدت جریان آب اندازه‌گیری می‌شود. هدایت هیدرولیکی (قابلیت هدایت) اشباع خاک با استفاده از فرمول داری محاسبه می‌شود.

۲-۸-۱-۱- وسایل

- دستگاه داری
- سیلندر نمونه
- بشر
- ارلن
- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.01 گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- کاغذ خشک کن، کاغذ صافی یا اسکاج به عنوان لایه متخلخل
- تور سیمی یا متقال برای بستن زیر نمونه
- قوطی خشک کن
- کولیس

۲-۸-۱-۲- مواد

- آب مقطر

^۱ - Constant head method

- محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4) و اشباع شده با تیمول.

۲-۸-۱-۳-روش کار

۱. برای جلوگیری از ریزش خاک و به هم خوردن وضعیت طبیعی نمونه، ته استوانه را با قرار دادن یک لایه تور سیمی نازک یا پارچه نازک متخلخل (نظیر متقال) ببندید. اگر نمونه ریز بافت است، ممکن است لازم باشد از تور یا پارچه ریز بافت استفاده شود. این صفحه نایستی به هیچ وجه مانعی در عبور آب ایجاد کند. به دیگر سخن قابلیت هدایت این لایه باید در حد ممکن بالا باشد، به گونه‌ای که کاهش بار هیدرولیکی در عرض آن در مقایسه با کاهش بار در طول نمونه خاک قابل چشم پوشی باشد.

۲. نمونه را درون یک سینی که تا عمقی درست پائین‌تر از سر سیلندر با آب (محلول آزمایش) پر شده قرار دهید. اجازه دهید تا نمونه حداقل به مدت ۱۲ ساعت خیس شود.

۳. با استفاده از یک تسمه لاستیکی پهن یا چسب ضد آب (عایق)، یک سیلندر خالی به بالای سیلندر نمونه متصل کنید. این کار را در حالی انجام دهید که ته نمونه در آب قرار دارد. یک تکه کاغذ خشک کن یا کاغذ صافی بر روی نمونه قرار دهید.

۴. به آرامی سیلندر بالایی را حدود دو-سوم تا سه-چهارم با آب پر کنید. یک قاشق سر پهن یا کاردک تیغه پهن به زیر نمونه بلغزانید و سریع اما با احتیاط، نمونه را به گیره نگهدارنده یا بر روی پایه مربوطه در دستگاه داری منتقل کنید و یکی از سیفون‌ها را برای ایجاد بار ثابت راه بیاندازید. انجام این مرحله نباید آنقدر طولانی یا کند باشد که آب از بالای نمونه زهکش شود. یعنی روی نمونه نباید از آب خالی شود.

۵. بعد از این که سطح آب در بالای نمونه ثابت شد، آب رد شده از نمونه را در یک بشر یا فلاکس جمع‌آوری کنید. اختلاف بار هیدرولیکی ($H_2 - H_1$)، و حجم آب رد شده از نمونه (V) را در زمان t اندازه‌گیری کنید. اختلاف بار هیدرولیکی با اندازه‌گیری فاصله بین سطح آب در سیلندر بالایی و نقطه خروجی آب است. حجم آب نیز ممکن است به طور معمول با جمع‌آوری آب در یک بشر و توزین آن و با توجه به دانسیته آب تعیین شود. مقدار آب جمع‌آوری شده می‌باید به اندازه کافی باشد تا اندازه‌گیری حجم و در نتیجه هدایت هیدرولیکی دقیق باشد.

۶. نمونه را از محل اندازه‌گیری بردارید. سیلندر بالایی را جدا کنید و آب اضافی روی نمونه را تخلیه کنید. خاک را برای تعیین مقدار رطوبت از درون سیلندر به درون یک قوطی خشک کن منتقل و قبل و بعد از خشک کردن در آون (دمای ۱۱۰ درجه) توزین کنید (روش تعیین رطوبت خاک).

۷. برای محاسبه سطح مقطع (A) و حجم خاک (V_s)، قطر و ارتفاع سیلندر را با کولیس اندازه‌گیری کنید.

۲-۸-۱-۴-محاسبات

هدایت هیدرولیکی اشباع خاک (K_s) را با فرمول زیر محاسبه کنید:

$$K_s = \frac{VL}{At(H_2 - H_1)} \quad [۶۹-۲]$$

که در آن:

V : حجم آب رد شده از نمونه در مدت زمان t

L : طول نمونه

A : سطح مقطع نمونه (سیلندر)

H_2-H_1 : اختلاف بار هیدرولیکی

درصد حجمی رطوبت خاک (θ_v) و جرم مخصوص ظاهری (ρ_b) آن نیز با فرمول‌های زیر محاسبه می‌شوند-

$$\% \theta_v = \frac{(M_{S+W} - M_S)}{\rho_w V_S} \times 100 \quad [70-2]$$

$$\rho_b = \frac{(M_S - M_C)}{V_S} \quad [71-2]$$

که در آن:

M_{S+W} : جرم جامد خاک مرطوب + قوطی

M_S : جرم خاک آون-خشک + قوطی

ρ_w : دانسیته آب

V_S : حجم نمونه (سیلندر)

M_C : جرم قوطی

۲-۸-۱-۵- گزارش نتایج

هدایت هیدرولیکی اشباع می‌تواند بر حسب cm min^{-1} ، mm h^{-1} یا دیگر واحدها محاسبه و گزارش شود.

۲-۸-۱-۶- نکات

(الف)- خیس شدن هوا در منافذ خاک موجب ایجاد خطا در اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی اشباع می‌شود. این عمل ممکن است

به علت اشباع نشدن کامل نمونه باشد، و یا در حین راه اندازی سیستم اتفاق بیافتد. برای اطمینان از اشباع کامل نمونه، ممکن است روش اشباع کردن تحت خلاء به کار رود.

(ب)- برای تعیین هدایت هیدرولیکی نباید از آب مقطر یا آب عاری از یون^۱ استفاده کرد، زیرا زمانی که محلول خاک با آب مقطر جایگزین شود، ممکن است ساختمان خاک تخریب شود.

(ج)- معادله داری برای تمام جریان‌ها در محیط متخلخل معتبر نیست. تجزیه و تحلیل نیروهای مؤثر بر حرکت آب در محیط‌های متخلخل نشان داده است که معادله داری زمانی معتبر است که نیروهای اینرسی جریان در مقایسه با نیروهای ویسکوز سیال قابل اغماض باشند (هوبرت، ۱۹۵۷). این شرط در خاک‌های با بافت سیلتی و ریزتر در شرایط شیب

^۱ - Deionized

هیدرولیکی^۱ که در طبیعت رخ می‌دهد وجود دارد. اما در خاکهای شنی، بویژه شن‌های درشت، برای کاربرد معادله دارسی لازم است که شیب هیدرولیکی اعمال شده کمتر از ۰/۵-۱ باشد.

(د) - در روش بار ثابت، خطای اندازه‌گیری شدت جریان حجمی آب در شدتهای مساوی یا کمتر از ۵ میلی‌لیتر در ساعت (mL h^{-1})، قابل توجه خواهد بود. این نشان می‌دهد که در نمونه‌های با قابلیت هدایت کم، روش اندازه‌گیری حجم باید حساسیت بالایی داشته باشد یا می‌باید از روشهای دیگر مثل روش بار افتان (بخش ۲-۷-۲ روش P7HC-2) استفاده کرد.

(ه) - در خاک‌های با قابلیت هدایت بسیار زیاد، روش فوق ممکن است مناسب نباشد، زیرا لوله سیفون نمی‌تواند آب را به شدتی که بتواند بار ثابتی بر روی نمونه ایجاد کند فراهم نماید. در چنین شرایطی، آرایش سیستم باید به گونه‌ای باشد که شیب هیدرولیکی کمتر از واحد ایجاد کند.

(و) - در نمونه‌های با هدایت هیدرولیکی پائین، برای جمع‌آوری مقدار قابل اندازه‌گیری ممکن است زمان زیادی لازم باشد. تبخیر آب از بشر بویژه در محیط‌های گرم و خشک می‌تواند خطای قابل توجهی ایجاد کند. در چنین شرایطی بهتر است روی بشر جمع‌آوری نمونه پوشانده شود.

۲-۸-۱-۷-ایمنی

خطر خاصی در این روش وجود ندارد.

۲-۸-۱-۸-منابع

1. Dane, J.H., and A. Klute. 1977. Salt effects on the hydraulic properties of swelling soil. Soil Sci. Soc. Am. J. 41- 1043-1049.
2. Dane, J.H., and J. W. Hopmans. 2002. Water retention and storage- Laboratory. p. 675-720. In- J.H. Dane and G.C. Topp (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Klute, A., and C. Dirksen. 1986. Hydraulic Conductivity and Diffusivity- Laboratory Methods. p. 687-734. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Rolfe, P.F., and A.G. Aylmore. 1977. Water and salt movement through compacted clays- 1. Permeability of compacted illite and montmorillonite. Soil Sci. Soc. Am. J. 41- 489-495.

۲-۸-۲-روش تعیین هدایت هیدرولیکی اشباع با بار افتان^۲ (کد روش P8HC-2)

دیگرام سیستم مورد استفاده برای اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی با روش بار افتان در شکل ۲-۱ نشان داده شده است. در صورت وجود اختلاف بار هیدرولیکی H در دو طرف نمونه، حجم آبی (dV) که در زمان dt از نمونه عبور می‌کند با معادله زیر بیان می‌شود:

$$\frac{dV}{dt} = -K_s \frac{H}{L} \quad [۷۲-۲]$$

^۱- Hydraulic gradient = $(H_2 - H_1)/L$

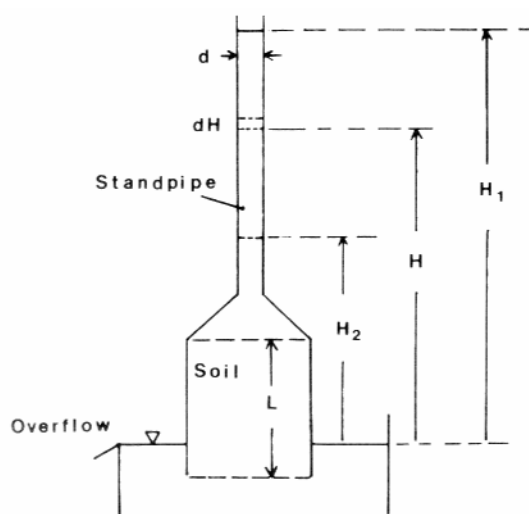
^۲- Falling head method

که در آن:

K_s : هدایت هیدرولیکی اشباع خاک

L : طول نمونه

در فرمول فوق، حجم دیفرانسیلی آب (dV) را می‌توان با حاصلضرب سطح مقطع لوله عمودی روی نمونه (a) در دیفرانسیل H ، یعنی $a \times dH$ جایگزین کرد. با این جایگزینی و انتگرال‌گیری معادله بین دو حد H_1, t_1 و H_2, t_2 و حل آن فرمولی برای محاسبه هدایت هیدرولیکی اشباع به دست می‌آید که در قسمت محاسبات (بند ۲-۷-۴) ارائه می‌شود.



شکل ۲-۱- سیستم بار افتان برای اندازه‌گیری هدایت هیدرولیکی اشباع،

۲-۸-۲- وسایل

- دستگاه مورد استفاده در عمل ممکن است متفاوت باشد. یک آرایش احتمالی در شکل ۲-۱ نشان داده شده است. لایه‌های متخلخلی که در دو طرف (بالا و پائین) نمونه قرار داده می‌شود می‌بایست در مقایسه با خاک ضریب هدایت بالایی داشته باشد. قطر لوله عمودی باید به گونه‌ای انتخاب شود که در یک زمان معقول (بین ۱ تا ۱۰۰ دقیقه)، تغییر بار آبی در آن اتفاق بیافتد که به آسانی قابل اندازه‌گیری است. بنابراین به قابلیت هدایت نمونه نیز بستگی دارد. در عمل دامنه قطری لوله بین ۰/۲ تا ۲ سانتی‌متر است.

- سیلندر نمونه
- بشر
- ارلن
- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 0/01$ گرم
- آون، ۱۱۰ درجه
- کاغذ خشک کن، کاغذ صافی یا اسکاج به عنوان لایه متخلخل
- تور سیمی یا متقال برای بستن زیر نمونه
- قوطی خشک کن

- کولیس
- سرنگ، ۵۰ میلی لیتر

۲-۸-۲-۲- مواد

- آب مقطر
- محلول هواگیری شده CaSO_4 ۰/۰۰۵ مولار (0.005 M CaSO_4) و اشباع شده با تیمول.

۲-۸-۳- روش کار

- روش کار ممکن است بسته به آرایش سیستم کمی متفاوت باشد. روش زیر برای آرایش ارائه شده در شکل ۱-۲ است. اگر آرایش دیگری استفاده می‌شود، باید به تناسب تغییراتی در روش کار داده شود.
۱. برای جلوگیری از ریزش خاک و به هم خوردن وضعیت طبیعی نمونه، دوطرف استوانه را با قرار دادن یک لایه متخلخل ببندید. این لایه‌ها نایستی به هیچ وجه مانعی در عبور آب ایجاد کند. به دیگر سخن قابلیت هدایت این لایه باید در حد ممکن بالا باشد، به گونه‌ای که کاهش بار هیدرولیکی در عرض آن در مقایسه با کاهش بار در طول نمونه خاک قابل صرفنظر باشد.
 ۲. نمونه را درون سیستم مستقر کنید. با استفاده از شیر سه راهی، نمونه را (حداقل برای مدت ۱۲ ساعت) با آب مخزن از زیر خیس کنید.
 ۳. فضای بالای نمونه را تا خروجی با آب پر کنید. این کار ممکن است با جریان یافتن آب به سمت بالا از درون نمونه (که از مخزن تأمین می‌شود)، یا با وارد کردن آب با استفاده از یک پیپت یا سرنگ از لوله خروجی انجام شود.
 ۴. لوله عمودی را برای ایجاد بار، تا سطحی بالاتر از سطح انتخابی H_1 با آب پر کنید. این کار ممکن است از طریق شیر سه راهی و با آب مخزن صورت گیرد. ممکن است برای نگهداری آب در لوله عمودی، شیر سه راه تا زمان آماده شدن همه وسایل بسته شود.
 ۵. لوله عمودی را با باز کردن شیر به نمونه متصل کنید و زمان کاهش سطح آب از H_1 تا H_2 را اندازه‌گیری کنید.
 ۶. اندازه‌گیری‌های اضافی ممکن است با تکرار مراحل ۴ و ۵ انجام شود.
 ۷. زمانی که اندازه‌گیری پایان یافت، آب اضافی روی نمونه را تخلیه کنید و سطح آب درون لوله عمودی را با سطح بالایی نمونه همتراز نمایید.
 ۸. سرپوش (کلاهک) بالای نمونه را بردارید و نمونه را از محل اندازه‌گیری برداشته و درون یک قوطی خشک کن منتقل کنید. برای تعیین میزان رطوبت خاک، آن را قبل و بعد از خشک کردن در آون (دمای ۱۱۰ درجه) توزین کنید (روش تعیین رطوبت خاک).
 ۹. قطر و ارتفاع سیلندر نمونه و قطر لوله عمودی را با کولیس اندازه‌گیری کنید.

۲-۸-۲-۴ محاسبات

هدایت هیدرولیکی اشباع خاک (K_s) را با فرمول زیر محاسبه کنید:

$$K_s = \frac{aL}{At} \ln \frac{H_1}{H_2} \quad [۷۳-۲]$$

که در آن:

a : سطح مقطع لوله عمودی

L : طول نمونه

A : سطح مقطع نمونه (سیلندر)

H_1 : بار هیدرولیکی در زمان صفر (فاصله عمودی بین سطح آب در لوله عمودی و نقطه خروجی آب در زمان صفر)

H_2 : بار هیدرولیکی در زمان t (فاصله عمودی بین سطح آب در لوله عمودی و نقطه خروجی آب در زمان t)

درصد حجمی رطوبت خاک (θ_v) و جرم مخصوص ظاهری (ρ_b) آن نیز با فرمول‌های زیر محاسبه می‌شوند-

$$\theta_v \% = \frac{(M_{S+W} - M_S)}{\rho_w V_S} \times 100 \quad [۷۴-۲]$$

$$\rho_b = \frac{(M_S - M_C)}{V_S} \quad [۷۵-۲]$$

که در آن:

M_{S+W} : جرم جامد خاک مرطوب + قوطی

M_S : جرم خاک آون - خشک + قوطی

ρ_w : دانسیته آب

V_S : حجم نمونه (سیلندر)

M_C : جرم قوطی

۲-۸-۲-۵ گزارش نتایج

هدایت هیدرولیکی اشباع می‌تواند بر حسب cm min^{-1} یا mm h^{-1} یا دیگر واحدها محاسبه و گزارش شود.

۲-۸-۲-۶ نکات

(الف) - به نکات روش بار ثابت (بند ۲-۷-۱-۶) مراجعه شود. اغلب نکات ذکر شده در مورد بار افتان نیز صادق هستند.

(ب) - آرایش ارائه شده در شکل برای روش بار افتان می‌تواند برای روش بار ثابت نیز به کار رود.

(ج) - در روش بار افتان، H_1 و H_2 می‌توانند و بهتر است از پیش تعیین شده، بر روی لوله عمودی علامت گذاری شده و در طی

آزمایش همان طور که در روش کار گفته شد، تنها زمان افت آب از H_1 به H_2 تعیین شود.

۲-۸-۲-۷- ایمنی

خطر خاصی در این روش وجود ندارد.

۲-۸-۲-۸- منابع

1. Klute, A., and C. Dirksen. 1986. Hydraulic Conductivity and Diffusivity- Laboratory Methods. p. 687-734. In- A. Klute (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.

۲-۹- ضریب انبساط خطی (کد روش P9COLE)

ضریب انبساط خطی^۱ (COLE) کمیتی است که تغییر نسبی ابعاد کلوخه از حالت مرطوب به خشک را بیان می‌کند (فرانزمایر و روز، ۱۹۶۸، گروسمن و همکاران، ۱۹۶۸، هولمگرین، ۱۹۶۸). ضریب انبساط خطی ممکن است برای استنتاج درباره ظرفیت انبساط-انقباض خاک و مینرالوژی رس به کار رود. مفهوم ضریب انبساط خطی دربرگیرنده انقباض برگشت‌ناپذیر خاکهای آلی و برخی خاکهای اندیک نیست. برخی از خاکهای با مقدار نسبی بالای رس اسمکتایتی مستعد انبساط قابل توجه در هنگام خیس شدن و انقباض در هنگام خشک شدن هستند. این توان انبساط-انقباض برای برخی از کمیت‌های فیزیک خاک (شکافهای عمیق بزرگ در فصل خشک) و نیز برای فرآیندهای ژنز و طبقه‌بندی خاک مهم است (بیول و همکاران، ۱۹۸۰).

ضریب انبساط خطی می‌تواند برحسب درصد بیان شود، که در این صورت به آن درصد انبساط خطی^۲ (LEP) گفته می‌شود. درصد انبساط خطی برابر با حاصل ضرب ضریب انبساط خطی در ۱۰۰ است ($LEP = COLE \times 100$). اما درصد انبساط خطی (LEP) نیز با انبساط خطی (LE) متفاوت است. در طبقه‌بندی خاک (اداره شناسایی خاک، ۱۹۹۹)، انبساط خطی (LE) هر لایه از خاک برابر با حاصل ضرب ضخامت آن لایه بر حسب سانتی‌متر در ضریب انبساط خطی (COLE) آن لایه است. انبساط خطی (LE) هر خاک نیز برابر مجموع این حاصل‌ضربها برای تمام افقهای خاک است (اداره شناسایی خاک، ۱۹۹۹).

۲-۹-۱- محاسبات

(الف) - خاکهای سنگریزه‌دار

ضریب انبساط خطی در حضور قطعات سنگی از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$COLE_{ws} = \left[\frac{1}{Cm \times \frac{Db_{33 < 2mm}}{Db_{d < 2mm}}} \right]^{1/3} - 1 \quad [۷۶-۲]$$

که در آن:

$COLE_{ws}$: ضریب انبساط خطی بر مبنای کل خاک (ذرات کوچکتر و بزرگتر از ۲ میلی‌متر) بر حسب ($cm\ cm^{-1}$)

^۱ - Coefficient of linear extensibility

^۲ - Linear extensibility percent

$Db_{33<2mm}$: جرم مخصوص ظاهری خاک در مقدار رطوبت مکش ۳۳ کیلوپاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (g cm^{-3})

$Db_{d<2mm}$: جرم مخصوص ظاهری خاک در حالت هوا-خشک یا آون-خشک بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (g cm^{-3})
 Cm : ضریب تبدیل قطعات سنگی که به یکی از دو روش زیر محاسبه می‌شود-

$$Cm = \frac{Vol_{<2mm}}{Vol_{whole}} \quad [۲-۷۷\text{الف}]$$

یا

$$Cm = \frac{100 - \%Vol_{>2mm}}{100} \quad [۲-۷۷\text{ب}]$$

که در آن:

$Vol_{<2mm}$: حجم مرطوب فابریک کوچکتر از ۲ میلی‌متر (cm^3)

Vol_{whole} : حجم مرطوب کل خاک (cm^3)

$\%Vol_{>2mm}$: درصد حجمی اجزاء بزرگتر از ۲ میلی‌متر

(ب) - خاکهای بدون سنگریزه

در غیاب قطعات سنگی، با $Cm=1$ ، ضریب انبساط خطی از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$COLE_{ws} = \left[\frac{Db_{d<2mm}}{Db_{33<2mm}} \right]^{1/3} - 1 \quad [۲-۷۸]$$

که در آن:

$COLE_{ws}$: ضریب انبساط خطی بر مبنای کل خاک بر حسب (cm cm^{-1})

$Db_{33<2mm}$: جرم مخصوص ظاهری خاک در مقدار رطوبت مکش ۳۳ کیلوپاسکال بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (g cm^{-3})

$Db_{d<2mm}$: جرم مخصوص ظاهری خاک در حالت هوا-خشک یا آون-خشک بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (g cm^{-3})

(ج) - محاسبه LEP و LE

درصد انبساط خطی (LEP) و انبساط خطی (LE) از روابط زیر محاسبه می‌شوند:

$$LEP = COLE \times 100 \quad [۲-۷۹]$$

$$LE_i = COLE_i \times D_i \quad [۲-۸۰]$$

$$LE_{whole} = \sum_{i=1}^n COLE_i \times D_i \quad [۲-۸۱]$$

که در آن:

LE_i : انبساط خطی افقی i بر حسب (cm)

$COLE_{WS}$ ، ضریب انبساط خطی افق i بر حسب (cm cm^{-1})

D_i ، ضخامت افق i بر حسب (cm)

LE_{whole} ، انبساط خطی کل نیمرخ خاک (cm)

n ، تعداد افقهای خاک

۲-۹-۲- منابع

1. Buol, S.W., F.D. Hole, and R.J. McCracken. 1980. Soil genesis and classification. 2nd ed. Iowa State Univ. Press, Ames IA.
2. Franzmeier, D.P., and S.J. Ross, Jr. 1968. Soil swelling- Laboratory measurement and relation to other soil properties. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 32-573-577.
3. Grossman, R.B., B.R. Brasher, D.P. Franzmeier, and J.L. Walker. 1968. Linear extensibility as calculated from natural-clod bulk density measurements. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 32-570-573.
4. Holmgren, George G.S. 1968. Nomographic calculation of linear extensibility in soils containing coarse fragments. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. 32-568-570.
5. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy- A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. Agric. Handb. No. 436. 2nd ed USDA-NRCS. Govt. Print. Office, Washington, DC.

فصل ۳

تجزیه‌های شیمیایی خاک

۳-۱- واکنش (pH) خاک (کد روش C1pH)

واکنش (pH) خاک یکی از معمول‌ترین و از جمله شاخص‌ترین اندازه‌گیریهای خصوصیات شیمیائی خاک است (مکلین، ۱۹۸۲). pH خاک نه تنها وضعیت اسیدی یا قلیائی بودن خاک را مشخص می‌نماید، بلکه قابلیت استفاده عناصر غذائی ضروری و سمیت عناصر دیگر نیز از روی روابط مشخص آنها با pH قابل تخمین است (توماس، ۱۹۹۶). pH خاک تحت تأثیر عوامل متعددی مانند نوع و طبیعت مواد آلی و معدنی، نوع و مقدار کاتیونها و آنیونهای قابل تبادل، نسبت خاک به محلول، محتوای نمکی یا یونی محلول و غلظت CO₂ قرار می‌گیرد (مکلین، ۱۹۸۲). اسیدی، خنثی و یا قلیائی بودن خاک بر حلالیت ترکیبات مختلف، نسبت یونهای که به شکل تبدالی نگه داشته می‌شوند و نیز فعالیتهای میکربی خاک تأثیر گذار است. بسته به نوع رس غالب خاک، pH می‌تواند به عنوان یک شاخص نسبی از اشباع بازی خاک مورد استفاده قرار گیرد (مهلیچ، ۱۹۶۳). pH خاک همچنین در قابلیت استفاده اکثر عناصر غذائی ضروری برای گیاهان نقش اساسی را ایفا می‌نماید.

افزایش نسبت خاک به آب یا حضور نمکها، عموماً منجر به کاهش pH خاک می‌شود. با استفاده از محلولهای نمکی رقیق مانند CaCl₂ یا KCl به جای آب می‌توان محتوای نمک محیط را به بیش از محتوای نمک محلول خاک افزایش داد. استفاده از محلولهای نمکی رقیق، روشی معمول برای پوشش تغییرات فصلی pH خاک است. pH اندازه‌گیری شده با محلولهای نمکی رقیق معمولاً از آنچه با آب مقطر اندازه‌گیری می‌شود، کمتر است. اما در شرایط خاکهای حاره‌ای خیلی هوادیده، مانند خاکهای با ظرفیت تبادل آنیونی بالا، این دو می‌توانند برابر باشند و یا حتی pH در محلولهای نمکی، بیشتر از pH اندازه‌گیری شده در آب مقطر باشد. هنگامی که مقادیر pH خاکهای مختلف با یکدیگر مقایسه می‌شوند، یکسان بودن روش اندازه‌گیری حائز اهمیت می‌شود (فوت و ایس، ۱۹۸۸).

اندازه‌گیری pH در گل اشباع در مناطقی دارای خاکهای متأثر از املاح محلول متداول است. درصد رطوبت (اشباع) خاک با خصوصیات نگهداری آب خاک تغییر می‌کند. pH گل اشباع بیش از آن که معرف اندازه‌گیری pH در نسبت معینی از خاک به آب باشد، می‌تواند نشان دهنده pH خاک تحت آبیاری در حالت اشباع باشد. pH گل اشباع همچنین pH در شرایطی است که عصاره اشباع خاک برای اندازه‌گیری غلظت نمکها استخراج می‌شود و بنابراین pH در رقتی است که در آن نسبت جذبی سدیم (SAR) محاسبه شده است (روش C2SAR).

در طبقه‌بندی خاک، pH در محلول CaCl₂، به منظور تشخیص دو کلاس مختلف واکنش خاک (اسیدی و غیر اسیدی) در دو فامیلی از هیستوسل‌ها استفاده می‌شوند (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹). کلاس اسیدی در واقع $pH < 5$ در محلول CaCl₂ یا $pH < 5.5$ در نسبت ۱:۱ آب است. کلاس غیر اسیدی $pH \geq 5.0$ در محلول CaCl₂ است.

۳-۱-۱- pH گل اشباع (کد روش C1pHS)

هنگام ارائه تفسیر از خصوصیات خاک، معمولاً pH گل اشباع با pH در نسبت ۱:۱ خاک به آب و pH در نسبت ۱:۲ خاک به CaCl₂ مقایسه می‌شود. معمولاً مقایسه مقادیر pH به ترتیب زیر می‌باشد:

pH گل اشباع $> pH$ در نسبت ۱:۲ خاک به CaCl₂ $> pH$ در نسبت ۱:۱ خاک به آب

اگر pH گل اشباع بزرگتر از pH در نسبت ۱:۲ خاک به CaCl_2 باشد نشان دهنده آن است که خاک شور نیست. اگر pH گل اشباع بزرگتر از pH در نسبت ۱:۱ خاک به آب باشد، ممکن است خاک از یون Na اشباع شده و بنابراین فاقد کربناتهای آزاد باشد. از آنجا که بین اندازه‌گیریهای شیمیایی مختلف در خاک روابط متقابلی وجود دارد، pH گل اشباع می‌تواند به عنوان داده‌ای برای کنترل اطلاعات شوری به منظور هماهنگی و کنترل داده‌ها استفاده شود (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). بعضی از نکات تجربی که در رابطه با pH گل اشباع بکار می‌روند به شرح زیر می‌باشند:

کربناتهای محلول فقط وقتی ظاهر می‌شوند که pH خاک بیش از ۹ باشد.

در صورتی که pH کمتر از ۷ باشد، به ندرت غلظت بی‌کربنات محلول از ۳ یا ۴ میلی‌اکی‌والان در لیتر فراتر می‌رود.

در صورتی که pH بیشتر از ۹ باشد، غلظت یونهای Ca^{++} و Mg^{++} در محلول به ندرت از ۲ میلی‌اکی‌والان در لیتر فراتر می‌رود.

خاکهای گچی به ندرت pH بیش از ۸/۲ دارند.

۳-۱-۱-۱-۱- وسایل

- دستگاه pH متر
- الکتروود pH

۳-۱-۱-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول‌های بافر با pH=4، pH=7، pH=9.18 برای واسنجی الکتروود

۳-۱-۱-۳- روش کار

۱. ابتدا گل اشباع را به روش استاندارد (روش P2SP) تهیه نمایید.
۲. دستگاه pH متر را با محلول‌های بافر با pH، ۴/۰۰، ۷/۰۰ و ۹/۱۸ واسنجی کنید.
۳. پس از واسنجی دستگاه، به آرامی الکتروود را با آب مقطر بشوئید. الکتروود را خشک کنید. از خشک کردن الکتروود با دستمالی که ممکن است باعث ایجاد بار ایستائی بر روی الکتروود شود پرهیز نمایید.
۴. الکتروود را به آرامی در گل اشباع فرو برید تا جایی که محل اتصال KCl الکتروود زیر سطح گل اشباع قرار گیرد.
۵. قبل از ثبت pH، اجازه دهید pH متر به ثبات برسد. سپس pH را تا حد ۰/۰۱ ثبت نمایید.
۶. الکتروود pH را به آرامی از درون گل اشباع بالا آورده و تمام ذرات چسبیده به آن را با آب مقطر بشوئید.

۳-۱-۱-۴- محاسبات

در این روش نیاز به محاسبه خاصی نمی‌باشد.

۳-۱-۱-۵- گزارش نتایج

pH گل اشباع را با دقت ۰/۱ واحد pH گزارش نمایید.

۳-۱-۱-۶ نکات

- (الف): اختلاف pH در رسوبات و مواد شناور اثر سوسپانسیون نامیده می شود (مکلین، ۱۹۸۲).
- (ب): به منظور حفظ یکنواختی در تعیین pH، مقدار pH را بلافاصله در زیر سطح گل اشباع اندازه‌گیری نمائید.
- (ج): ممکن است اتصال KCl بوسیله رسها مسدود شده و به همین دلیل پاسخ الکتروود کند گردد. الکتروود را با شستشو با آب مقطر تمیز نموده و به آهستگی با دستمال خشک نمائید. خشک کردن الکتروود با پارچه، دستمال آزمایشگاه یا مواد مشابه ممکن است باعث قطبی شدن (پلاریزاسیون) الکتروود گردد.

۳-۱-۱-۷ ایمنی

خطرات ویژه‌ای در استفاده از این روش وجود ندارد. روشهای استاندارد ایمنی در آزمایشگاه را رعایت نمائید.

۳-۱-۱-۸ منابع

1. Forh, H.D., and B.G. Ellis. 1988. Soil fertility. John Wiley and Sons. New York, NY.
2. McLean, E.O. 1982. Soil pH and lime requirement. p. 199-224. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Mehlich, A. 1943. The significance of percentage of base saturation and pH in relation to soil differences. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 7:167-174.
4. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys, USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
5. Thomas, G.W. 1996. Soil pH and soil acidity. p. 475-490. In: D.L. Sparks (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
6. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۱-۲ pH خاک در نسبت ۱:۱ با آب (کد روش C1pHW) و نسبت ۱:۲ با 0.01 M CaCl₂ (کد روش C1pH_{CaCl2})

خاک هستند. pH دو روش معمول و اجرائی اندازه‌گیری 0.01M CaCl₂ در نسبت ۱:۱ در آب و نسبت ۱:۲ در محلول pH تعیین در نسبت ۱:۱ آب است. ترکیب تبادل و هیدرولیز در محلولهای نمکی (غلظت های ۰/۱ تا pH عموماً کمتر از CaCl₂ خاک در pH در آب مقطر کمتر کند (فورت و الیس، ۱۹۸۸). pH اندازه‌گیری شده را از ۰/۵ تا ۱/۵ واحد نسبت به pH ۱ مولار می‌تواند

۳-۱-۲-۱ وسایل

- پیمانه دست ساز با گنجایش تقریبی ۲۰ گرم
- دیسپنسر برای برداشت حجمهای بین ۰ تا ۳۰ میلی‌لیتر
- بهم‌زن چوبی
- بشرهای تیتراسیون پلی‌اتیلنی ۲۵۰ میلی‌لیتری
- تیترا تور اتوماتیک

- دستگاه pH متر

- الکتروود pH

۳-۱-۲-۲- مواد

- آب مقطر

- محلول‌های استاندارد بافر pH=4, pH=7, pH=9.18

- محلول کلسیم کلراید ۰/۰۲ مولار (CaCl₂, 0.02M). مقدار ۲۳/۵۲ گرم از نمک CaCl₂.2H₂O را در مقداری آب مقطر حل نموده و حجم نهائی را به ۸ لیتر برسانید.

۳-۱-۲-۳- روش کار

۱. ۲۰ گرم خاک هوا-خشک (ذرات کوچکتر از ۲ میلی متر یا پودر شده) را در بشر ۱۲۵ میلی‌لیتری توزین نمایید.

۲. ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه نمایید.

۳. اجازه دهید مخلوط یک ساعت بماند. گاهیگاهی مخلوط را بهم بزنید.

۴. pH متر را با محلولهای بافر ۴/۰۰، ۷/۰۰ و ۹/۱۸ واسنجی نمایید.

۵. الکتروود pH را در محلول بالای رسوب قرار دهید.

۶. نمونه را به مدت ۳۰ ثانیه بهم بزنید.

۷. بعد از یک دقیقه pH ۱:۱ در آب مقطر را با تقریب ۰/۰۱ واحد ثبت نمایید.

۸. ۲۰ میلی‌لیتر 0.02 M CaCl₂ به نمونه اضافه کنید. ۳۰ ثانیه بهم بزنید.

۹. بعد از یک دقیقه pH ۲:۱ در CaCl₂ را با تقریب ۰/۰۱ واحد قرائت نمایید.

۱۰. الکتروود را از نمونه خارج نموده و با آب مقطر بشوئید.

۳-۱-۲-۴- محاسبات

در این روش نیازی به انجام محاسبه نمی‌باشد.

۳-۱-۲-۵- گزارش نتایج

با استفاده از این روش pH 1:1 آب و CaCl₂ 1:2 pH را با تقریب ۰/۱ واحد pH گزارش نمایید.

۳-۱-۲-۶- نکات

(الف): pH در محیط رسوب با محلول روئی متفاوت است (مکلین، ۱۹۸۲). به منظور حفظ یکنواختی، pH را فقط در بالای

رسوب ذرات خاک اندازه گیری کنید.

(ب): ممکن است ذرات رس اتصال KCl را مسدود نموده و پاسخ الکتروود را کند نمایند. بنابراین الکتروود را تمیز نمایید.

(ج): مالیدن و خشک کردن الکتروود با پارچه یا دستمال کاغذی آزمایشگاه ممکن است باعث قطبی شدن الکتروود شود. الکتروود را با آب مقطر شسته و به آرامی خشک کنید.

(د): گاز CO_2 موجود در اتمسفر pH مخلوط خاک و آب را تحت تاثیر قرار می‌دهد. ظروف در بسته و مواد نا متخلخل از به تعادل رسیدن با CO_2 اتمسفر جلوگیری می‌نمایند. در صورتی که کار حساسی انجام می‌پذیرد، هنگام تعیین pH، فشار جزئی CO_2 و نقطه تعادل آن باید مورد توجه قرار گیرد.

۳-۱-۲-۷-ایمنی

خطرات ویژه‌ای در رابطه با این روش وجود ندارد. ضوابط استاندارد ایمنی در آزمایشگاه را رعایت نمائید.

۳-۱-۲-۸-منابع

1. Forh, H.D., and B.G. Ellis. 1988. Soil fertility. John Wiley and Sons. New York, NY.
2. McLean, E.O. 1982. Soil pH and lime requirement. p. 199-224. In: A.L Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys, USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۲-املاح محلول و هدایت الکتریکی

خاکهای متاثر از نمک (برای مثال مقادیر زیاد نمکهای محلول و یا سدیم تبادلی) در مناطق خشک یا نیمه خشک متداول است، هرچند که تنها به این مناطق محدود نمی‌باشند. این خاکها معمولاً بر حسب غلظت نمکهای محلول (برای مثال نمکهای غیرآلی حل شده) تعریف و مشخص می‌شوند (رودز، ۱۹۸۲). توزیع و ترکیب نمک در نیمرخ خاک، شیوه واکنش گیاه (برای مثال تنش اسمتیک، تاثیرات خاص یون و غیرمتعادل بودن تغذیه) را تحت تاثیر قرار می‌دهند. همچنین بافت خاک و گونه گیاهی در واکنش گیاه به خاکهای شور مؤثر می‌باشند.

در گذشته، طبقه‌بندی خاکهایی که تحت تاثیر نمک بودند بر اساس غلظت نمکهای محلول در عصاره خاک و درصد سدیم تبادلی (ESP) انجام می‌گرفت (بوهن و همکاران، ۱۹۷۹). به طور کلی، خاکهای حاوی بیش از ۱٪ درصد نمک یا $\text{EC} \geq 4 \text{ dS m}^{-1}$ به عنوان خاک شور، خاکهای با $\text{ESP} > 15\%$ به عنوان خاک قلیایی، و خاکهای دارای خصوصیات توأم خاکهای شور و خاکهای قلیایی، به عنوان خاک شور-سدیمی تعریف شده‌اند (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). در رده‌بندی خاک، ESP و نسبت جذب سدیم (SAR) به عنوان نمایه‌ای برای شناسایی افق ناتریک استفاده شده است (اداره شناسایی خاک، ۱۹۹۹). روش محاسبه ESP و SAR به ترتیب در کد روشهای C6ESP و C2SAR ارائه شده است.

نسبت آب به خاکی که عصاره محلول خاک از آن گرفته شده، مقادیر مطلق و نسبی قابل اندازه‌گیری املاح محلول مختلف را تحت تاثیر قرار می‌دهد. بنابراین، برای اینکه نتایج بدست آمده بتواند به صورت گسترده به کار رفته و تفسیر شود، حالت اشباع به

عنوان نسبت استاندارد تعیین شده است. بنابراین شوری خاک به طور رایج در عصاره آبی گل اشباع خاک تعریف و اندازه گیری شده است (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). این نسبت خاک به آب به دو علت مورد استفاده قرار می‌گیرد: این نسبت، حداقل نسبت قابل ایجاد است که می‌توان با فشار یا مکش، به آسانی مقدار کافی عصاره برای تجزیه استخراج نمود. اغلب با یک شیوه قابل تخمین می‌توان بین این نسبت و مقدار آب خاک در شرایط مزرعه رابطه‌ای برقرار کرد (رودز، ۱۹۸۲). به دست آوردن محلولهای خاک در رطوبت پائین‌تر خاک مشکل بوده و نیاز به وسایل خاص دارد.

در دستورالعمل آزمایشگاه شناسائی خاک، شوری در عصاره آبی گل اشباع خاک اندازه‌گیری می‌شود. طرز تهیه گل اشباع و تعیین درصد رطوبت اشباع (SP) خاک در روش P2SP شرح داده شده است. عصاره اشباع بوسیله عصاره‌گیر اتوماتیک و یا پمپ خلاء (روش C2SEx) به دست می‌آید. pH گل اشباع به روش C1pH_s اندازه‌گیری می‌شود. کاتیون‌های محلول در آب Ca^{2+} ، Mg^{2+} ، K^{+} و Na^{+} بوسیله دستگاه جذب اتمی اندازه‌گیری می‌شوند، که در روشهای C2SCa-1، C2SMg-1، C2SK-1 و C2SNa-1 بیان شده است. آنیون‌های محلول در آب Br^{-} ، Cl^{-} ، NO_3^{-} ، NO_2^{-} ، PO_4^{3-} ، SO_4^{2-} بوسیله یون کروماتوگرافی (روشهای C2SBr-1، C2SCI-1، C2SNO3-1، C2SNO2-1، C2SPO4-1، C2SSO4-1) اندازه‌گیری می‌شوند. غلظت کربنات و بی کربنات به روش تیتراسیون با اسید (روشهای C2SCO3-1 و C2SHCO3-1) تعیین می‌گردند. علاوه بر همه موارد مذکور، یک آزمون پیش بینی نمک (روش C2EC-P) وجود دارد که نه تنها برای پیش‌بینی خاکهایی که مقدار قابل توجهی نمک محلول دارند، به کار می‌رود، بلکه برای پیش بینی مقدار و رقت‌های مناسب برای اندازه‌گیری املاح این گونه خاکها نیز مفید است. اگر هدایت الکتریکی در روش پیش‌بینی نمک کمتر از ۰/۲۵ دسی‌زیمنس بر متر ($ds\ m^{-1}$) باشد، خاک غیرشور محسوب می‌شود و معمولاً دیگر اندازه‌گیری املاح محلول در آن انجام نمی‌گیرد (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴).

۳-۲-۱- پیش بینی نمک (کد روش C2EC-P)

پیش‌بینی نمک نه تنها در تشخیص خاکهایی که مقدار قابل توجهی نمکهای محلول دارند، بلکه برای پیش‌بینی مقدار و رقت مناسب برای تجزیه‌های نمک این خاکها نیز به کار می‌رود. اگر پیش بینی نمک یا هدایت الکتریکی (EC) کمتر از ۰/۲۵ دسی-زیمنس بر متر ($ds\ m^{-1}$) باشد خاک غیرشور محسوب می‌شود و معمولاً دیگر تجزیه‌های نمک در این نمونه‌ها انجام نمی‌گیرد (اداره شناسائی خاک، ۲۰۰۴).

در این روش نمونه خاک با آب مخلوط شده و یک شب به حال خود رها می‌شود. هدایت الکتریکی این مخلوط بوسیله یک EC-متر اندازه‌گیری می‌شود. از EC اندازه‌گیری شده به این روش برای تشخیص حضور نمکهای محلول استفاده می‌شود (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴).

۳-۲-۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- EC-متر با تصحیح کننده حرارتی اتوماتیک، $25 \pm 0/1^{\circ}C$
- ظرف پلاستیکی، ۳۰ میلی لیتری با درپوش

^۱ - معادل با واحد میلی‌موس بر سانتی‌متر ($mmhos\ cm^{-1}$)

- دیسپنسر صفر تا ۱۰ میلی‌لیتری

۳-۲-۱-۲- مواد

- آب مقطر
- کلرید پتاسیم ۰/۰۱٪ نرمال (KCl, 0.01N). مقدار کافی کلرید پتاسیم را به مدت یک شب درآون (۱۱۰°C) خشک کنید. بعد از خشک شدن، ۰/۷۴۵۶ گرم از آن را در آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید. هدایت الکتریکی این محلول در دمای ۲۵°C برابر با ۱/۴۱۲ dS m⁻¹ می‌باشد.

۳-۲-۱-۳- روش کار

۱. ۵/۰ گرم خاک هوا-خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر را در قوطی پلاستیکی ۳۰ میلی‌لیتری بریزید.
۲. ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر را با استفاده از دیسپنسر به نمونه اضافه کنید.
۳. ظرف را بچرخانید تا مخلوط شود، اجازه دهید تا یک شب به حال خود بماند.
۴. با استفاده از آب مقطر (به عنوان شاهد) و محلول کلرید پتاسیم ۰/۰۱٪ نرمال (EC = ۱/۴۱ dS m⁻¹) دستگاه EC-متر را واسنجی کنید.
۵. هدایت الکتریکی محلول روئی مخلوط خاک و آب را مستقیماً با EC-متر قرائت نمایید.
۶. هدایت الکتریکی را با دقت ۰/۰۱ دسی‌زیمنس بر متر ثبت کنید.

۳-۲-۱-۴- محاسبات

این روش نیاز به محاسبه خاصی ندارد. اما از هدایت الکتریکی اندازه‌گیری شده می‌توان برای تخمین غلظت کل کاتیونها یا آنیونهای محلول خاک بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر (meq L⁻¹) یا میلی‌اکی‌والان در گرم خاک آون-خشک (meq g⁻¹ oven-dry soil) استفاده کرد. روابط مورد استفاده به صورت زیر است:

$$EC (dS m^{-1}) \times 10 = \text{غلظت کاتیونها یا آنیونها} [1-3]$$

$$EC (dS m^{-1}) \times 10 = \text{غلظت کاتیونها یا آنیونها} [2-3] \text{ (meq g}^{-1} \text{ soil)}$$

۳-۲-۱-۵- گزارش نتایج

هدایت الکتریکی (EC) را با دقت ۰/۰۱ دسی‌زیمنس بر متر (dS m⁻¹) گزارش کنید.

۳-۲-۱-۶- نکات

(الف): برای تنظیم صفر دستگاه EC-متر آب مقطر عاری از یون استفاده می‌شود. فرض بر این است که دمای محلول ۲۵ درجه سانتیگراد است، چنانچه دما به طور معنی‌داری متفاوت باشد تصحیح اثر دما ضروری است.

(ب) : به منظور جلوگیری از آزاد شدن کاتیونهای قلیایی خاکی، محلول کلرید کلسیم و نمونه‌ها را در ظروف سر بسته غیر قابل نفوذ نسبت به هوا نگهداری کنید. تماس با هوا ممکن است با گرفتن یا از دست دادن آب و گازهای محلول، قرائت EC را به صورت معنی‌داری تحت تاثیر قرار دهد.

۳-۲-۱-۷-ایمنی

خطر مهمی در رابطه با این روش وجود ندارد. از استاندارد ایمنی آزمایشگاه پیروی کنید.

۳-۲-۱-۸-منابع

1. Soil Survey Staff. 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff, 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60, U.S. Govt. Print Office, Washington DC.

۳-۲-۲-عصاره‌گیری گل اشباع (کد روش C2SEx)

گل اشباع به گونه‌ای تعریف شده است که بطور عملی توسط یک کارشناس تعلیم دیده با استفاده از وسایل محدودی قابل تکرار باشد. عصاره اشباع به دست آمده از گل اشباع یک محلول آبی مهم می‌باشد، زیرا بسیاری از خصوصیات خاک با ترکیب عصاره اشباع مرتبط است (به عنوان مثال ترکیب نمک محلول و هدایت الکتریکی). این خصوصیات یا مشخصات خاک با پاسخ گیاه به شوری مرتبط هستند (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴).

در این روش گل اشباع تهیه شده (در روش P2SP) به یک قیف صافی پلاستیکی که با کاغذ صافی پوشانده شده، منتقل می‌شود. قیف روی یک عصاره گیر مکانیکی خلاء قرار داده شده و از گل اشباع، عصاره‌گیری می‌شود. عصاره برای تجزیه‌های شیمیایی بعدی مانند کاتیونهای محلول در آب (روشهای C2SCa, C2SMg, C2SK و C2SNa) و آنیونهای محلول در آب (روشهای C2SBr, C2SCl, C2SNO3, C2SNO2, C2SPO4, C2SSO4, C2SCO3 و C2SHCO3) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۳-۲-۲-۱-وسایل

- پمپ خلاء
- ظرفهای جمع‌آوری عصاره
- قیف بوختر
- کاغذ صافی با قدرت نگهداری بالا در اندازه مناسب (با توجه به اندازه قیف بوختر)
- پایه عصاره‌گیری

۳-۲-۲-۲-مواد

- آب مقطر

۳-۲-۲-۳- روش کار

۱. قیف بوخنر را روی پایه عصاره‌گیری قرار دهید.
۲. کاغذ صافی با قدرت نگهداری بالا را به نحوی درون قیف بوخنر قرار دهید که کلیه سوراخهای قیف را بپوشاند.
۳. ظرف جمع‌آوری عصاره را به خروجی پایه عصاره‌گیر متصل کنید.
۴. گل اشباع را با دقت و به آرامی درون قیف بوخنر بریزید.
۵. گل اشباع را در تمام سطح قیف یکنواخت کنید.
۶. پمپ خلاء را روشن کرده و عصاره‌گیری را شروع نمایید.
۷. بعد از آنکه عصاره به مقدار کافی جمع‌آوری گردید عصاره‌گیری را متوقف کنید.
۸. ظرف عصاره را خارج کرده درب آنرا محکم ببندید.
۹. اگر عصاره بلافاصله مورد اندازه‌گیری قرار نمی‌گیرد آن را در یخچال در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید.

۳-۲-۲-۴- محاسبات

این روش نیاز به محاسبه ای ندارد.

۳-۲-۲-۵- گزارش نتایج

ندارد.

۳-۲-۲-۶- نکات

- (الف): عصاره‌گیری در بعضی از خاکها (برای مثال گل اشباع خاکهای دیسپرس شده و گل خراب) مشکل می‌باشد. برای تأمین حجم کافی عصاره، ممکن است تکرار عصاره‌گیری ضروری باشد. همچنین ممکن است سانتریفیوژ با سرعت بالا یا صاف کردن عصاره مورد نیاز باشد.
- (ب): اگر عصاره برای مدت طولانی نگهداری می‌شود، برای جلوگیری از رسوب کربنات کلسیم در عصاره باید از هگزامتافسفات سدیم استفاده شود.

۳-۲-۲-۷- ایمنی

هیچ خطری در ارتباط با این روش وجود ندارد. استانداردهای آزمایشگاهی رعایت شود.

۳-۲-۲-۸- منابع

1. Holmgren, George G.S., R.L. Juve, and R.C. Geschwender. 1977. A mechanically controlled variable rate leaching device. Soil Sci. Am. J. 41:1207-1208.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۲-۳- هدایت الکتریکی عصاره اشباع (C2ECs) (کد روش)

هدایت الکتریکی عصاره اشباع (ECs) به عنوان معیاری برای طبقه‌بندی خاک از نظر شوری مورد استفاده قرار می‌گیرد. دیگر کاربردهای این اندازه‌گیری شامل، تخمین غلظت کل کاتیون در عصاره، درصد نمک در محلول (Psw)، درصد نمک در خاک (Pss)، و فشار اسمزی (OP) می‌باشد. واحد هدایت الکتریکی، $EC \times 10^3$ ، میلی‌موس بر سانتی‌متر ($mmhos\ cm^{-1}$) نامیده می‌شود. در این روش ECs در عصاره اشباعی که به روش C2SEx تهیه گردیده با استفاده از قرائت مستقیم EC متر اندازه‌گیری می‌شود. ثابت سلول EC متر با استفاده از محلول استاندارد تنظیم می‌گردد.

۳-۲-۳-۱- وسایل

- دستگاه EC-متر

۳-۲-۳-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول کلرید پتاسیم ۰/۰۱ نرمال (KCl, 0.01 N). مقداری KCl را به مدت یک شب درآون (دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد) خشک کنید. پس از خشک شدن، ۰/۷۴۵۶ گرم از آن را در آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید. هدایت الکتریکی این محلول در دمای ۲۵ °C برابر با $1/412\ mmhos\ cm^{-1}$ ($dS\ m^{-1}$) می‌باشد.

۳-۲-۳-۳- روش کار

۱. با استفاده از محلول کلرید پتاسیم ۰/۰۱ نرمال ($EC=1/41\ mmhos\ cm^{-1}$)، دستگاه EC-متر و ضریب سلول^۲ را واسنجی کنید.
۲. سلول EC-متر را در آب مقطر عاری از یون قرار داده و صفر دستگاه را تنظیم نمایید.
۳. با قرار دادن سلول دستگاه در درون عصاره اشباع، ECs نمونه را قرائت کنید.
۴. عمل قرائت ECs در عصاره اشباع را دوبار تکرار کنید.
۵. وقتی قرائت ثابت شد ECs را ثبت نمایید.
۶. سلول را با آب مقطر عاری از یون بشوئید، تا جایی که هدایت الکتریکی به صفر برسد.

۳-۲-۳-۴- محاسبات

این روش نیاز به محاسبه ندارد.

۳-۲-۳-۵- گزارش نتایج

مقدار ECs را با دقت $0/01\ mmhos\ cm^{-1}$ ($dS\ m^{-1}$) گزارش کنید.

^۱ - معادل با دسی‌زیمنس بر متر ($dS\ m^{-1}$)

^۲ - Cell

۳-۲-۶- نکات

(الف): برای تنظیم صفر دستگاه EC- متر آب مقطر عاری از یون استفاده می‌شود. فرض بر این است که دمای محلول ۲۵ درجه سانتیگراد است، چنانچه دما به طور معنی‌داری متفاوت باشد تصحیح اثر دما ضروری است.

(ب): به منظور جلوگیری از آزاد شدن کاتیونهای قلیایی خاکی، محلول کلرید کلسیم و نمونه‌ها را در ظروف بسته غیر قابل نفوذ نسبت به هوا نگهداری کنید. تماس با هوا ممکن است با گرفتن یا از دست دادن آب و گازهای محلول به طور معنی‌داری قرائت EC را تحت تاثیر قرار دهد.

۳-۲-۷- ایمنی

خطرات مهمی در رابطه با این روش وجود ندارد. از استاندارد ایمنی آزمایشگاه پیروی کنید.

۳-۲-۸- منابع

1. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۲-۴- اندازه‌گیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم محلول بوسیله جذب اتمی (کد روش به ترتیب C2SCa, C2SMg, C2SK و C2SNa)

کاتیون‌هایی که معمولاً در محلول خاک اندازه‌گیری می‌شوند شامل، کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ و Na^+) می‌باشند. علاوه بر این، در خاکهای با pH اسیدی، ممکن است مقداری آهن و آلومینیم (Fe و Al) نیز وجود داشته باشد. تعیین کاتیون‌های محلول برای بدست آوردن روابط بین غلظت کاتیون کل و دیگر خصوصیات محلول‌های نمکی از قبیل هدایت الکتریکی و فشار اسمزی ضروری است (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). غلظت‌های نسبی کاتیون‌های مختلف در عصاره آب- خاک همچنین اطلاعاتی در مورد ترکیب کاتیون‌های تبدلی در خاک در اختیار می‌گذارد. اندازه‌گیری کامل یونهای محلول امکان تخمین مقدار نمک کل خاک و مقدار نمک در شرایط رطوبتی مزرعه را فراهم می‌آورد.

در این روش نمونه عصاره اشباع (تهیه شده به روش C2SEx) با یک بازدارنده یونیزاسیون (La_2O_3) رقیق می‌شود. سپس کاتیونها با استفاده از دستگاه جذب اتمی اندازه‌گیری می‌شوند. داده‌ها به طور اتوماتیک توسط یک کامپیوتر و چاپگر ثبت و چاپ می‌گردد. در مواقعی که جابجا کننده اتوماتیک، کامپیوتر و چاپگر به دستگاه متصل نباشند تعویض نمونه‌ها و ثبت داده‌ها بصورت دستی انجام می‌گیرد. کاتیون‌های عصاره اشباع (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ و Na^+) بر حسب meq L^{-1} ($\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1}$) گزارش می‌شوند.

۳-۲-۴-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)
- جابجا کننده اتوماتیک نمونه ها^۱

^۱ - Autosampler

- کامپیوتر همراه با نرم افزار AA WinLab و چاپگر

- رگولاتور ساده (Single-stage) ، استلین

۳-۲-۴-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون

- اسید هیدروکلریک غلیظ، ۱۲ نرمال (HCl, 12 N)

- محلول ۱:۱، اسید هیدروکلریک (HCl) به آب مقطر عاری از یون ۶ نرمال. یک قسمت اسید غلیظ HCl را با یک قسمت آب مقطر عاری از یون به دقت مخلوط کنید.

- سیلندر هوای فشرده یا کمپرسور برای تأمین هوای فشرده همراه با رگولاتور و فیلتر تصفیه هوا از رطوبت و گرد و غبار

- گاز استلین، با خلوص ۹۹/۶٪

- محلول مادری لانتانیوم بازدارنده یونیزاسیون^۱ (SLISS)، با غلظت ۶۵۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). مقدار ۱۵۲/۴ گرم اکسید لانتانیوم (La_2O_3) را توزین کرده و ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون به آن اضافه نمایید. ۵۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک ۶ نرمال را برای حل کردن اکسید لانتانیوم بطور آرام و پیوسته اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون محلول را به حجم دو لیتر برسانید. سپس آن را صاف نموده و در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

- محلول لانتانیوم مانع یونیزاسیون کاربردی^۲ (WLISS)، با غلظت ۲۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). مقدار ۶۱/۵ میلی لیتر SLISS را درون بالن ژوژه ۲ لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم نهایی دو لیتر برسانید. محلول را کاملاً مخلوط کرده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

- محلولهای استاندارد مادری اولیه^۳ (PSSS)، برای Ca, Mg, K و Na با خلوص بالا، با غلظت های ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}).

- محلول مخلوط استاندارد مادری کاربردی^۴ (WSMSS)، برای کاتیونهای Ca, Mg و K. برای تهیه این محلول مخلوط، مقادیر ۲۵۰ میلی لیتر از محلول Ca-PSSS، ۲۵ میلی لیتر از محلول Mg-PSSS و ۱۰۰ میلی لیتر از محلول K-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری بریزید و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. این محلول از نظر Ca, Mg و K به ترتیب دارای غلظت ۵۰۰، ۵۰ و ۲۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود. برای مخلوط شدن کامل آنرا وارونه کنید و در یک ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شوند. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطلاق به تعادل برسد.

- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی^۵ (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:

^۱ - Stock lanthanum ionization suppressant solution

^۲ - Working lanthanum ionization suppressant solution

^۳ - Primary stock standards solutions

^۴ - Working stock mixed standards solution

^۵ - Mixed calibration standard solutions

۱. استاندارد MCSS با غلظت بالا (نسبت ۱:۱۰۰): محلول WSMSS را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۵/۰، ۲ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
۲. استاندارد MCSS با غلظت متوسط (نسبت ۱:۲۰۰): مقدار ۵۰ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۵/۲، ۲۵/۰ و ۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
۳. استاندارد MCSS با غلظت کم (نسبت ۱:۴۰۰): مقدار ۲۵ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۲۵/۱، ۲۵/۰ و ۵/۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
۴. استاندارد MCSS با غلظت خیلی کم (نسبت ۱:۶۰۰): مقدار ۱۶/۶۵ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۸۳/۰، ۰/۰۸ و ۳۳/۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر کلسیم، منیزیم و پتاسیم. آب مقطر عاری از یون را به نسبت ۱:۱۰۰ با WLISS رقیق کنید.

- محلول استاندارد سدیم برای واسنجی (NaCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:

۱. استاندارد NaCSS با غلظت بالا (نسبت ۱:۱۰۰): محلول Na-PSSS را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
۲. استاندارد NaCSS با غلظت متوسط (نسبت ۱:۲۰۰): مقدار ۲۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۳. استاندارد NaCSS با غلظت کم (نسبت ۱:۴۰۰): مقدار ۱۲/۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می-بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۲/۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۴. استاندارد NaCSS با غلظت خیلی کم (نسبت ۱:۶۰۰): مقدار ۸/۳۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می-بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۱/۶۷ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر سدیم. آب مقطر عاری از یون را به نسبت ۱:۱۰۰ با WLISS رقیق کنید.

۳-۴-۵-۳-روش کار

رقیق کردن استانداردهای واسنجی و عصاره نمونه‌ها:

۱. نمونه عصاره اشباع را با نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کنید.

۲. محلول‌های رقیق شده نمونه را در داخل لوله‌های آزمایش که در نگهدارنده نمونه قرار دارند توزیع کنید.

تنظیم و کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS):

۳. برای کار کردن با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید. مطالبی که در جدول ۳-۱ ارائه شده تنها یک راهنمای خیلی کلی برای شرایط دستگاه برای اندازه گیری کاتیونهای مختلف در محلول می‌باشد.

جدول شماره ۳-۱- برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)

کاتیون	غلظت (mg L^{-1})	برنر و زاویه	طول موج (nm)	اسلیت (mm)	اکسیدانت/سوخت ($\text{C}_2\text{H}_2/\text{Air}$)
Ca	۹/۰	10 cm @ 0°	۴۲۲/۷	۰/۷	1.5/10.0
Mg	۰/۷۵	10 cm @ 0°	۲۸۵/۲	۰/۷	1.5/10.0
K	۲/۰	10 cm @ 0°	۷۶۶/۵	۰/۷	1.5/10.0
Na	۱۰/۰	10 cm @ 30°	۵۸۹/۰	۰/۲	1.5/10.0

۴. دستگاه را با استفاده از محلول‌های مخلوط استاندارد (MCSS) و محلول استاندارد سدیم (NaCSS)، واسنجی کنید. در این صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخ‌های دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.

۵. اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه ابتدا با آب مقطر عاری از یون به نسبت‌های لازم ۱:۵ یا ۱:۲۰ یا ۱:۱۰۰ و یا غیره، رقیق شده و سپس با WLISS به نسبت ۱:۱۰۰ رقیق می‌شود.
۶. به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS) انجام دهید. اگر اختلاف قرائت‌ها کمتر از ۱۰٪ نبود، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.
۷. قرائت کاتیون در محلول را با دقت ۰/۰۱ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) ثبت کنید.

۳-۲-۴-محاسبات

قرائت دستگاه برای غلظت آنالیت بر حسب میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) است. برای محاسبه غلظت هر کاتیون در محلول بر حسب meq L^{-1} از رابطه زیر استفاده می‌شوند:

$$[\text{۳-۳}] \quad (\text{meq L}^{-1}) = (A \times B)/C$$

که در آن:

A: غلظت کاتیون (Na, K, Mg, Ca) در عصاره (mg L^{-1})

B: رقت، اگر انجام شده باشد

C: وزن اکی‌والانی عنصر (mg meq^{-1})، که برای کلسیم (Ca^{+2})، منیزیم (Mg^{+2})، سدیم (Na^{+}) و پتاسیم (K^{+}) به ترتیب برابر با ۲۰/۰۴، ۱۲/۱۵، ۲۲/۹۹ و ۳۹/۱۰ میلی‌گرم بر میلی‌اکی‌والان (mg meq^{-1}) می‌باشد.

۳-۲-۴-۵-گزارش نتایج

مقادیر غلظت Ca^{2+} ، Mg^{2+} ، Na^{+} و K^{+} اندازه‌گیری شده را با دقت ۰/۱ ($\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1}$) meq L^{-1} گزارش کنید.

۳-۲-۴-۶-نکات

(الف): چهار نوع خطا (ماتریکس، طیفی، شیمیایی و یونیزاسیون) در اندازه‌گیری این کاتیونها وجود دارد. اهمیت این خطاها بسته به هر کاتیون خاص انتخاب شده، فرق می‌کند.

(ب): از لوله‌های بروسلیکات استفاده نکنید، زیرا پتانسیل خارج کردن کاتیونها از محلول را دارد.

۳-۲-۴-۷-ایمنی

لباس محافظ پوشیده و محافظ چشم بزنید. هنگام تهیه محلولها، مراقبتهای ویژه را اعمال کنید. اسید کلریدریک غلیظ را منحصراً در زیر هود استفاده کنید. بسیاری از نمکهای فلزات بی‌نهایت سمی هستند و ممکن است کشنده باشند. بعد از استفاده از این نمکهای فلزی (تماس دست با آنها) دستها را بطور کامل بشوئید. هنگام استفاده از گازهای فشرده روشهای استاندارد آزمایشگاهی را رعایت کنید. استیلن به شدت آتش‌زا است. از شعله و جرقه اکیداً خودداری کنید. وسایل اطفاء حریق استاندارد آزمایشگاهی شامل پتوها و دستگاه آتش‌نشان برای مواقع ضروری در دسترس باشد. در هنگام استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)، احتیاطهای ایمنی کارخانه سازنده را رعایت کنید.

۳-۲-۸- منابع

1. Thomas, G.W. 1982. Exchangeable Cations. p. 159-165. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
- 3.

۳-۲-۵- اندازه‌گیری آنیونهای سولفات، کلراید، نیترات، نیتريت، فسفات، و بروماید محلول بوسیله یون کروماتوگرافی (کد روش به ترتیب C2SSO4، C2SCI، C2SNO3، C2SNO2، C2SPO4 و C2SBr)

آنیونهای محلول که بطور معمول در خاکهای شور و قلیایی تعیین می‌شوند شامل، کربنات، بی‌کربنات، سولفات، کلراید، نیترات، نیتريت، فلوراید، سولفات، فسفات، بروماید، و بورات می‌باشند (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴؛ خوم، ۱۹۷۴). کربنات و بی‌کربنات با روش تیتراسیون تعیین می‌شوند که در این دستورالعمل به طور جداگانه شرح داده شده است. فسفات، بروماید، بورات، و آلومینات تنها بعضی از اوقات به میزان قابل اندازه‌گیری در خاک یافت می‌شوند. کلراید، سولفات، نیترات، فلوراید، و نیتريت با روش کروماتوگرافی در محلول اندازه‌گیری می‌شوند. در خاکهای قلیایی و شور، کربنات، بی‌کربنات، سولفات و کلراید آنیون‌هایی هستند که با فراوانی بیشتری یافت می‌شوند.

در روش کروماتوگرافی، عصاره اشباع خاک در صورت نیاز بر اساس هدایت الکتریکی (ECs) رقیق می‌شود. نمونه رقیق شده به داخل یون کروماتوگراف تزریق شده و آنیونها جدا می‌شوند. یک آشکارساز هدایتی برای اندازه‌گیری گونه‌های یون و مقدار آن به کار می‌رود. غلظت‌های آنیون استاندارد شده برای واسنجی سیستم استفاده می‌شود. منحنی واسنجی تعیین شده و غلظت آنیونها محاسبه می‌گردد. یک برنامه کامپیوتری این عملیات را به طور اتوماتیک انجام می‌دهد. آنیونهای عصاره اشباع شامل NO_2^- ، NO_3^- ، Cl^- ، Br^- ، SO_4^{2-} و PO_4^{3-} بر حسب meq L^{-1} ($\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1}$) گزارش می‌شوند.

۳-۲-۵-۱- وسایل

- یون کروماتوگراف دوستونه، آشکارساز هدایتی
- ستون محافظ
- ستون تجزیه
- متوقف کننده خودکار
- نمونه گیر اتوماتیک
- کامپیوتر با نرم افزار و چاپگر
- دیسپنسر یا رقیق کننده دیجیتالی
- ظروف پلی‌اتیلنی با در پوش

۳-۲-۵-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- گاز هلیوم
- محلول شوینده. محلول A: مقدار ۵/۳ گرم Na_2CO_3 را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری با مقداری آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم برسانید. محلول B: مقدار ۴/۲۰ گرم NaHCO_3 را با مقداری آب مقطر عاری از یون در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری حل کرده و به حجم برسانید. سپس ۳۵ میلی لیتر از محلول A و ۱۰ میلی لیتر از محلول B را در بالن ژوژه یک لیتری اضافه کنید و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی این محلول از نظر Na_2CO_3 ۰/۰۲۴ مولار و از نظر NaHCO_3 ۰/۰۲۵ مولار خواهد بود. اگر کروماتوگراف بیش از یک شب روشن است دو لیتر شوینده درست کنید. شوینده را در منبع شوینده دستگاه بریزید و آن را به مدت ۱۵ دقیقه به ازاء هر لیتر با هلیوم (مجموعاً ۳۰ دقیقه) گازگیری کنید. این محلول را هر روز بصورت تازه تهیه کنید.
- محلولهای استاندارد مادری اولیه^۱ (PSSS-1000)، برای Br^- ، Cl^- ، NO_3^- ، NO_2^- ، PO_4^{3-} و SO_4^{2-} با خلوص بالا، با غلظت ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}).
- محلولهای استاندارد مادری اولیه^۲ (PSSS-100)، برای Br^- ، Cl^- ، NO_3^- ، NO_2^- ، PO_4^{3-} و SO_4^{2-} با غلظت ۱۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). برای تهیه هر یک از این محلولها مقدار ۲۵ میلی لیتر از محلولهای PSSS1000- NO_3^- ، PSSS1000- NO_2^- ، PSSS1000- PO_4^{3-} و PSSS1000- Br^- را به طور جداگانه در بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون رقیق کنید تا به حجم برسد. محلول را کاملاً مخلوط کرده و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها باید هر هفته بصورت تازه تهیه شوند.
- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی (MCSS)، با غلظت A، B، C، D و E و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:

۱. استاندارد MCSS-A: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری، مقادیر زیر را از محلولهای استاندارد مادری اولیه بریزید و با آب مقطر عاری از یون رقیق کنید تا به حجم برسد.

12.5 mL, Cl^- -PSSS1000
 25 mL, SO_4^{2-} -PSSS1000
 20 mL, NO_3^- -PSSS100
 20 mL, NO_2^- -PSSS100
 22 mL, Br^- -PSSS100
 22 mL, PO_4^{3-} -PSSS100

محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۵۰، ۱۰۰، ۸، ۸/۸، ۸/۸ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

¹ - Primary stock standards solutions

² - Primary stock standards solutions

۱. استاندارد MCSS-B: در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری، ۴۰ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۲۰، ۴۰، ۳/۲، ۳/۲ و ۳/۵۲ میلی‌گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.
۲. MCSS-C: در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری، ۲۰ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۱۰، ۲۰، ۱/۱۶/۶، ۱/۷۶ و ۱/۷۶ میلی‌گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.
۳. MCSS-D: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۲۵ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۵، ۱۰، ۰/۸، ۰/۸، ۰/۸۸ و ۰/۸۸ میلی‌گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.
۴. MCSS-E: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۵ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۱، ۲، ۰/۱۶، ۰/۱۶، ۰/۱۷۶ و ۰/۱۷۶ میلی‌گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.
۵. استاندارد MCSS شاهد: صفر میلی‌لیتر از Cl^- ، SO_4^{2-} ، NO_3^- ، NO_2^- ، Br^- و PO_4^{3-} را با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.

۳-۲-۵-۳- روش کار

۱. نمونه‌های عصاره اشباع را بر اساس هدایت الکتریکی عصاره اشباع (ECs)، با آب مقطر عاری از یون با توجه جدول ۳-۲ رقیق کنید.

جدول شماره ۳-۲- ضریب رقت برای عصاره خاک بر اساس هدایت الکتریکی عصاره اشباع

ضریب رقت	ECs (dS m ⁻¹)	ضریب رقت	ECs (dS m ⁻¹)	ضریب رقت	ECs (dS m ⁻¹)
۴۰۰	۱۷/۰۱-۱۸/۰۰	۹۰	۳/۱۱-۳/۵۵	۴	۰/۰۰-۰/۵۵
۴۵۰	۱۸/۰۱-۲۰/۰۰	۱۰۰	۳/۵۶-۴/۰۵	۵	۰/۵۶-۰/۶۵
۴۸۰	۲۱/۰۱-۲۱/۰۰	۱۲۰	۴/۰۶-۴/۶۰	۶	۰/۶۶-۰/۷۵
۵۰۰	۲۱/۰۱-۲۳/۰۰	۱۴۰	۴/۶۱-۵/۲۰	۷	۰/۷۶-۰/۸۵
۵۴۰	۲۳/۰۱-۲۴/۰۰	۱۵۰	۵/۲۱-۵/۸۵	۸	۰/۸۶-۰/۹۵
۵۶۰	۲۴/۰۱-۲۵/۰۰	۱۶۰	۵/۸۶-۶/۵۵	۹	۰/۹۶-۱/۰۵
۶۰۰	۲۵/۰۱-۲۷/۰۰	۱۸۰	۶/۵۶-۷/۳۰	۱۰	۱/۰۶-۱/۲۰
۶۴۰	۲۷/۰۱-۲۸/۰۰	۲۰۰	۷/۳۱-۸/۰۰	۱۵	۱/۲۱-۱/۴۰
۶۸۰	۲۸/۰۱-۳۰/۰۰	۲۲۵	۸/۰۱-۹/۰۰	۲۵	۱/۴۱-۱/۵۰
۷۰۰	۳۰/۰۱-۳۲/۰۰	۲۴۰	۹/۰۱-۱۰/۰۰	۳۰	۱/۵۱-۱/۶۰
۷۲۰	۳۲/۰۱-۳۳/۰۰	۲۷۰	۱۰/۰۱-۱۱/۵۰	۴۰	۱/۶۱-۱/۸۰
۸۰۰	۳۳/۰۱-۳۶/۰۰	۲۸۰	۱۱/۵۱-۱۳/۰۰	۵۰	۱/۸۱-۲/۰۰
۹۰۰	۳۶/۰۱-۴۰/۰۰	۳۰۰	۱۳/۰۱-۱۴/۵۰	۶۰	۲/۰۱-۲/۳۰
۱۰۰۰	۴۰/۰۱-۴۴/۰۰	۳۲۰	۱۴/۵۱-۱۶/۰۰	۷۰	۲/۳۱-۲/۶۰
		۳۶۰	۱۶/۰۱-۱۷/۰۰	۸۰	۲/۶۱-۳/۱۰

۲. محلولهای MCSS-(B,C,D,E,Blank) و محلولهای عصاره رقیق شده را در لوله‌های پلی‌اتیلنی ریخته و با درپوش فیلتری ببندید.

تنظیم دستگاه یون کروماتوگراف (IC):

۳. برای کار با دستگاه IC به دستورالعمل شرکت سازنده مراجعه نمایید. به دلیل اینکه فاکتورهای زیادی می‌تواند شرایط کار با دستگاه را تحت تاثیر قرار دهد، در اینجا تنها به عنوان نمونه تنظیم های کلی دستگاه یون کروماتوگراف Dionex DX-120 ارائه می‌گردد (جدول ۳-۳).

جدول شماره ۳-۳- تنظیم های کلی دستگاه یون کروماتوگراف Dionex DX-120

Parameter	Range and/or (Typical Setting)
Calibration	Peak Height or (Area)
Flow Setting	0.5 to 4.5 mL min ⁻¹ (1.63 mL min ⁻¹)
Pressure	0 to 4000 psi (2200 to 2400 psi)
Detection	Suppressed conductivity
Total Conductivity	0 to 999.9 μS
Injection Volume	10 μL
Auto Offset	-999.9 to 999.9 μS (ON)

۴. نگهدارنده نمونه‌ها را که حاوی نمونه‌ها، استانداردها و نمونه‌های کنترل می‌باشند درون دستگاه قرار دهید.

۵. با استفاده از کامپیوتر و چاپگر، پارامترهای دستگاه را تنظیم کرده و نتایج قرائت را جمع‌آوری و ثبت نمایید.

واسنجی و تجزیه توسط IC:

۶. با استفاده از محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی MCSS(B,C,D,E,Blank) دستگاه را واسنجی نمائید. در این صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخهای دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.
۷. اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه را با آب مقطر عاری از یون رقیق کرده و مجدداً اندازه‌گیری کنید.
۸. به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS، استاندارد C) انجام دهید.
۹. اگر اختلاف قرائتها کمتر از ۱۰-۱۵٪ نبود (بسته به آنیون مورد آزمون)، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.
۱۰. قرائت غلظت آنیون را با دقت 0.1 mg L^{-1} ثبت کنید.

۳-۲-۵-۴- محاسبات

قرائت دستگاه برای غلظت آنیون در محلول بر حسب میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) است. برای محاسبه غلظت هر آنیون بر حسب meq L^{-1} از رابطه زیر استفاده می‌شوند:

$$[\text{۴-۳}] \quad (\text{meq L}^{-1}) = (A \times B)/C$$

که در آن:

A؛ غلظت آنیون (PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^-) در عصاره (mg L^{-1})

B؛ ضریب رقت، اگر انجام شده باشد

C؛ وزن اکی‌والانی عنصر (mg meq^{-1})، که برای PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^- به ترتیب برابر با ۴۸/۰۳، ۳۵/۴۵، ۷۹/۹۰، ۴۶/۰۰، ۶۲/۰۰، ۳۱/۶۶ میلی‌گرم بر میلی‌اکی‌والان (mg meq^{-1}) می‌باشد.

غلظت کل آنیون‌های محلول (meq L^{-1}) را با استفاده از هدایت الکتریکی عصاره اشباع (ECs) می‌توان تخمین زد. به این منظور ECs (روش C2ECs) در عدد ۱۰ ضرب می‌شود. چنانچه غلظت یونهای CO_3^{2-} و HCO_3^- (بترتیب روشهای C2SCO3، C2SHCO3) را از مجموع غلظت آنیونها کم کنید، آنچه باقی می‌ماند غلظت آنیون‌هایی است که بوسیله یون کروماتوگرافی تفکیک شده‌اند. بنابراین:

$$[\text{۵-۳}] \quad (\text{meq L}^{-1}) = \text{ECs} \times 10 - (\text{HCO}_3^- + \text{CO}_3^{2-})$$

۳-۲-۵-۵- گزارش نتایج

غلظت آنیون‌های عصاره اشباع (PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^-) را با دقت 0.1 meq L^{-1} (mmol L^{-1}) گزارش کنید.

۳-۲-۵-۶- نکات

(الف) : برخی از عصاره‌های اشباع خاک حاوی ذرات جامد معلق می‌باشند. قبل از رقیق کردن برای حذف این ذرات، عصاره را فیلتر کنید.

(ب) : عصاره اشباع خاکهای اسیدی که حاوی Fe و یا Al می‌باشند ممکن است رسوب کرده و ستون جداکننده را مسدود کند.

(ج) : عصاره اشباع خاکهای با pH خیلی بالا ممکن است حاوی مواد آلی باشند که باعث مسدود یا آلوده کردن ستون شوند. آنیونهای آلی با وزن مولکولی پائین بوسیله آنیونهای غیر آلی از ستون شسته خواهند شد.

۳-۲-۵-۷-ایمنی

لباس محافظ پوشیده و از عینک ایمنی استفاده کنید. هنگام تهیه محلولها، مراقبتهای خاص را اعمال کنید. بسیاری از نمکهای فلزی بی‌نهایت سمی هستند و ممکن است در صورت ورود به بدن کشنده باشند. دستهای خود را بعد از کار کردن با نمکهای فلزی کاملاً بشوئید. هنگام استفاده از دستگاه کروماتوگراف دستورالعمل ایمنی شرکت سازنده را رعایت کنید.

۳-۲-۵-۸-منابع

1. Khym, J.X. 1974. Analytical ion-exchange procedures in chemistry and biology: Theory, equipment, techniques. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, NJ.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. USDA Agric. Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۲-۶- اندازه‌گیری آنیونهای کربنات و بی‌کربنات بوسیله تیترا تور اتوماتیک (کد روش به ترتیب C2SCO3, C2SHCO3)

آنیونهای محلول که بطور معمول در خاکهای شور و قلیایی تعیین می‌شوند شامل، کربنات، بی‌کربنات، سولفات، کلراید، نیتрат، نیتريت، فلوراید، سولفات، فسفات، بروماید، و بورات می‌باشند. کربنات و بی‌کربنات با روش تیتراسیون تعیین می‌شوند. در عصاره اشباع، کربنات در صورتی قابل اندازه‌گیری است که pH بیش از ۹ باشد (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). در غیاب آنیونهای کربنات، غلظت بی‌کربنات به ندرت از 10 meq L^{-1} فراتر می‌رود. در pH کمتر از ۷، غلظت بی‌کربنات به ندرت از ۳ یا ۴ میلی‌اکی‌والان در لیتر فراتر می‌رود (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴).

مقادیر کل یونهای حل شده عموماً با افزایش رطوبت خاک افزایش می‌یابند. اما در حالی که غلظت اغلب یونها افزایش می‌یابد، غلظت برخی دیگر ممکن است کاهش یابد. آنیونهای کربنات و بی‌کربنات از جمله یونهای هستند که به میزان زیادی به رطوبت خاک وابسته‌اند. بنابراین هنگام ارائه تفسیر در رابطه با کربنات و بی‌کربنات در محلول خاک توجه دقیق به شیمی خاک و محلول خاک ضروری است.

در روش تیتراسیون، زیر نمونه‌ای^۱ از عصاره اشباع (تهیه شده به روش C2SEX) به کمک یک تیترا تور اتوماتیک تا نقاط پایان pH=8.25 و pH=4.6 تیترا می‌شود. غلظت کربنات و بی‌کربنات با استفاده از حجم مصرفی تیتراکننده، حجم زیر نمونه، حجم مصرفی تیترا کننده در نمونه شاهد و نرمالیه اسید محاسبه می‌شوند. غلظت کربنات و بی‌کربنات بر حسب meq L^{-1} (mmol (-) L^{-1}) گزارش می‌شوند.

^۱ - Sub-sample

۳-۲-۱- وسایل

- تیترا تور اتوماتیک
- الکترو د pH
- پیپت‌های دیجیتالی ۲۵۰۰ میکرو لیتر و ۱۰ میلی لیتری

۳-۲-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید سولفوریک غلیظ ۳۶ نرمال (H_2SO_4 , 36 N)
- اسید سولفوریک ۰/۰۲۴ نرمال استاندارد شده. مقدار ۲/۶۷ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به آرامی در ۴ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. اسید حاصل را به روشهای معمول مجدداً استاندارد نمائید.
- محلولهای بافر pH: با pH بافر شده ۴/۰، ۷/۰ و ۹/۱۸ برای کالیبره کردن تیترا تور

۳-۲-۳- روش کار

۱. ۳ میلی لیتر از عصاره اشباع تازه خاک را به درون بشر تیتراسیون ۲۵۰ میلی لیتری پیپت کنید.
۲. ۷۲ میلی لیتر آب مقطر به درون بشر تیتراسیون اضافه نمائید. حجم نهائی محلول در نمونه مجهول و شاهد ۷۵ میلی لیتر باشد. در طول تیتراسیون ۸ تا ۱۲ نمونه شاهد آب مقطر را در بین نمونه‌ها انجام دهید.
۳. برای کار با دستگاه تیترا تور اتوماتیک بر اساس دستورالعمل دستگاه عمل نمائید.
۴. تیترا تور اتوماتیک را با محلولهای بافر pH، ۴/۰، ۷/۰ و ۹/۱۸ کالیبره نمائید.
۵. تیترا تور اتوماتیک را برای تشخیص نقطه پایان تیتراسیون تنظیم نمائید. تنظیم (SET) مشخصات pH به شرح جدول زیر می باشد.

جدول شماره ۳-۴- تنظیم مشخصات pH

Parameter	Value
Ep1	pH 8.25
Dyn change pH	1.5 units
Drift	0.4 mV s-1
Time delay	10 s
Ep2	pH 4.60
Dyn change pH	1.5 units
Drift	0.4 mV s-1
Temp	25°C
Stop Volume	35 MI

۶. بشر ۲۵۰ میلی لیتری حاوی نمونه را در سینی نمونه‌ها^۱ قرار دهید.
۷. دکمه Start را فشار دهید. در صورتی که تیترا تور بدرستی تنظیم شده باشد ضرورتی به مداخله آزمایش کننده نمی باشد.

^۱ - sample changer

۸. حجم مصرفی تیترکننده و سایر پارامترهای تیتراسیون توسط دستگاه روی چاپ گر ثبت می‌شوند.

۳-۲-۶-۴- محاسبات

برای محاسبه غلظت هر کربنات و بی‌کربنات بر حسب meq L^{-1} از روابط زیر استفاده می‌شوند:

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{meq L}^{-1}) = \frac{2T_1 \times N \times 1000}{V} \quad [6-3]$$

$$\text{HCO}_3^{-} (\text{meq L}^{-1}) = \frac{[(T_2 + T_1) - B - (2T_1)] \times N \times 1000}{V} \quad [7-3]$$

که در آن:

T_1 : حجم تیترکننده کربنات (mL)

T_2 : حجم تیترکننده بی‌کربنات (mL)

N : نرمالیت اسید

B : میانگین حجم تیترکننده مصرفی در نمونه‌های شاهد (mL)

V : حجم عصاره اشباع تیتر شده

1000؛ ضریب تبدیل

۳-۲-۶-۵- گزارش نتایج

غلظت کربنات و بی‌کربنات در عصاره اشباع خاک را با دقت (mmol L^{-1}) یا meq L^{-1} گزارش کنید.

۳-۲-۶-۶- نکات

(الف): الکتروود را از طریق شستشو با آب مقطر و خشک کردن آرام با دستمال کاغذی تمیز نمائید. خشک کردن شدید با مالیدن

دستمال پارچه ای، دستمال آزمایشگاهی یا مواد مشابه می‌تواند باعث قطبی شدن الکتروود شود.

(ب): کند شدن زمان پاسخ الکتروود ممکن است باعث بیش برآورد نقطه پایان شود. ترکیبی از کاهش سرعت بورت و افزایش

تأخیر زمانی می‌تواند در این رابطه کمک نماید. پاک کردن الکتروود با محلول شوینده می‌تواند مدت پاسخ را کاهش دهد.

اگر همه این موارد نتواند مشکل را حل کند تعویض الکتروود معمولاً مشکل را حل می‌کند.

(ج): شاهدها ممکن است به خوبی تیتر نشوند زیرا بعضی از منابع آب مقطر pH پائینی دارند.

۳-۲-۶-۷- ایمنی

لباسهای محافظ بپوشید و از محافظ چشم استفاده کنید. هنگام آماده‌سازی محلولها مراقبتهای لازم را بعمل آورید. بعد از کار با

محلولها دستهای خود را با دقت بشوئید. از اسید سولفوریک غلیظ فقط در هودهای مکنده استفاده کنید. از ایستگاههای دوش

اضطراری و چشم شوی برای رقیق کردن اسیدهای پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن اسیدهای پاشیده شده از بی‌کربنات

سدیم و آب استفاده نمائید. هنگام استفاده از تیتراتور اتوماتیک اظهارهای ایمنی ذکر شده توسط شرکت سازنده را رعایت نمائید.

۳-۲-۸- منابع

1. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۲-۷- برخی نسبتها و تخمینها در ارتباط با املاح محلول

هدایت الکتریکی عصاره اشباع (ECs) گاهی به صورت مقاومت گل اشباع (Rs) نیز گزارش می‌شود. اندازه‌گیری ECs به علت آماده‌کردن گل اشباع، نسبت به اندازه‌گیری Rs زمان بیشتری نیاز دارد. اما ECs از بین داده‌هایی که برای تفسیر استفاده می‌شوند، اندازه‌گیری آسانتری است، به عنوان مثال ECs ارتباط خیلی نزدیکی با پاسخ گیاه دارد (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). بعلاوه همبستگی محدودی بین ECs و Rs وجود دارد زیرا این ارتباط به شدت تحت تاثیر تغییرات در درصد رطوبت اشباع، شوری و هدایت بخش معدنی خاک قرار می‌گیرد. ECs با رابطه زیر به Rs مرتبط می‌شود:

$$ECs \approx 0.25/Rs \quad [۸-۳]$$

که در آن:

0.25: ضریب ثابت معادله است.

به روال مرسوم، ECs قبل از استفاده برای تفسیری بر مبنای دمای $60^{\circ}F$ ($15/5^{\circ}C$) تصحیح می‌شود. ECs و Rs به ازاء هر درجه سانتیگراد ۲٪ افزایش می‌یابند.

ارتباطی که بین اندازه‌گیریهای شیمیایی مختلف خاک وجود دارد، این امکان را فراهم می‌کند تا ما بتوانیم صحت و واقعی بودن تجزیه‌های شیمیایی را کنترل کنیم (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). pH گل اشباع، pH ظاهری مخلوط آب و خاک می‌باشد و یک شاخص کلیدی در بسیاری از این روابط است. pH گل اشباع به غلظت CO_2 حل شده، مقدار رطوبت مخلوط، ترکیب کاتیون تبدلی، ترکیب و غلظت نمک محلول، و حضور و مقدار گچ و کربناتهای قلیایی خاکی بستگی دارد. بعضی از روابطی (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴) که برای گل اشباع به کار برده می‌شود در زیر شرح داده می‌شود.

۳-۲-۷-۱- تخمین غلظت کل یونها، درصد نمک عصاره و خاک و فشار اسمزی با استفاده از ECs

در خاکهای با املاح محلول کم که در آن ECs پائین است، می‌توان با استفاده از هدایت الکتریکی عصاره اشباع، میزان غلظت کل کاتیون یا آنیون در عصاره، درصد نمک در محلول (Psw)، درصد نمک در خاک (Pss)، و فشار اسمزی (OP) را تخمین زد (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). روابط مورد استفاده به شرح زیر است:

$$ECs (mmhos cm^{-1}) \times 10 \approx \text{غلظت کاتیونها (meq L}^{-1}) \quad [۹-۳]$$

$$ECs (mmhos cm^{-1}) \times 10 \approx \text{غلظت آنیونها (meq L}^{-1}) \quad [۱۰-۳]$$

$$Psw \approx ECs (mmhos cm^{-1}) \times 0.064 \quad [۱۱-۳]$$

$$Pss \approx (Psw \times SP)/100 \quad [۱۲-۳]$$

$$OP(atm.) \approx ECs (mmhos cm^{-1}) \times 0.36 \quad [۱۳-۳]$$

که در آنها:

ECs: هدایت الکتریکی عصاره اشباع خاک در دمای 25°C

Psw: درصد نمک در محلول

Pss: درصد نمک در خاک

SP: درصد رطوبت اشباع خاک

OP: فشار اسمزی بر حسب اتمسفر است.

لازم به یادآوری است که غلظت کل کاتیونها و آنیونها بر حسب اکی‌والان با هم برابر است.

۳-۷-۲-۲- تخمین حضور برخی کاتیونها و آنیونها با استفاده از pH

- در شرایطی که pH بیش از ۹ باشد، غلظت کاتیونهای Ca^{2+} و Mg^{2+} به ندرت از ۲ میلی‌اکی‌والان در لیتر (meq L^{-1}) فراتر می‌رود.
- غلظت کربنات وقتی به حد قابل اندازه‌گیری می‌رسد که pH بیش از ۹ باشد.
- در غیاب کربنات‌ها غلظت بی‌کربنات به ندرت از ۱۰ میلی‌اکی‌والان در لیتر (meq L^{-1}) فراتر می‌رود.
- در صورتی که pH کمتر از ۷ باشد، غلظت بی‌کربنات به ندرت از ۳ یا ۴ میلی‌اکی‌والان در لیتر (meq L^{-1}) فراتر می‌رود.
- در pH بالاتر از ۸/۲ بندرت گچ حضور می‌یابد.
- گچ در محلول‌های شور (۲۰ تا ۵۰ میلی‌اکی‌والان در لیتر)، حلالیت متغیری دارد.
- در صورتی که غلظت کلسیم بیش از 20 meq L^{-1} بوده و pH کمتر از ۸/۲ باشد، لازم است حضور گچ کنترل شود.

۳-۷-۲-۳- رابطه بین pH، ESP و کربنات‌های قلیائی خاکی

- کربنات‌های قلیائی خاکی و $\text{ESP} > 15$ زمانی نمایان می‌شوند که $\text{pH} > 8.5$ باشد.
- چنانچه $\text{pH} < 8.5$ باشد، $\text{ESP} < 15$ ممکن است اتفاق بیافتد یا نیافتد.
- در صورتی که $\text{pH} < 7.5$ باشد کربنات‌های قلیائی نمایان نمی‌شوند.

۳-۷-۲-۴- نسبت جذب سدیم (SAR)، (کد روش C2SAR)

نسبت جذب سدیم (SAR) با تقسیم غلظت مولار کاتیون یک ظرفیتی Na^{+} به ریشه دوم مجموع غلظت مولار کاتیونهای دو ظرفیتی Ca^{2+} و Mg^{2+} بدست می‌آید (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). SAR بعنوان شاخصی از کیفیت آب آبیاری (بویژه در مواردی که آب برای آبیاری خاکهای متأثر از املاح محلول یا سدیم استفاده شود) شناخته شده است (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). در رده بندی خاک، $\text{SAR} > 13$ بعنوان شاخصی از افق ناتریک می‌باشد (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹). مقدار SAR به روش زیر محاسبه می‌گردد:

$$\text{SAR} = \frac{[\text{Na}^{+}]}{\sqrt{\frac{[\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}]}{2}}} \quad [14-3]$$

که در آن:

$$SAR: \text{نسبت جذب سدیم بر حسب } (mmol_{(+)} L^{-1})^{0.5}$$

$$Na^{+}: \text{غلظت } Na^{+} \text{ در محلول بر حسب } (mmol_{(+)} L^{-1})$$

$$Ca^{2+}: \text{غلظت } Ca^{2+} \text{ در محلول بر حسب } (mmol_{(+)} L^{-1})$$

$$Mg^{2+}: \text{غلظت } Mg^{2+} \text{ در محلول بر حسب } (mmol_{(+)} L^{-1})$$

۳-۲-۷-۵- منابع

1. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. 160 p. USDA Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۳- کربن آلی خاک با کمک تیترا تور اتوماتیک (کد روش C3OC)

روش واکلی- بلک یک تکنیک سوزاندن تر برای تخمین کربن آلی می‌باشد. در این روش یک فاکتور تصحیح برای تبدیل مقدار واکلی- بلک به مقدار ماده آلی استفاده می‌شود. مقدار این فاکتور با این فرض که ۵۸ درصد ماده آلی خاک کربن آلی باشد، معمولاً ۱/۷۲۴ در نظر گرفته می‌شود. مرور منابع نشان می‌دهد که این فاکتور نه تنها در میان خاکها بلکه بین افقهای خاکهای مشابه بسیار متغیر می‌باشد (برودبنت، ۱۹۵۳). بعلاوه، بدلیل اینکه روش واکلی-بلک به طور کامل نمی‌تواند همه کربن آلی را اکسید کند، از یک فاکتور باز یافت (کارائی) نیز استفاده می‌شود.

در آزمایشگاه شناسائی خاک از روش اصلاح شده واکلی- بلک استفاده می‌شود. در این روش نمونه با دی کرومات پتاسیم و اسید سولفوریک غلیظ (نسبت حجمی ۱:۲) اکسید می‌شود. بعد از ۳۰ دقیقه، واکنش از طریق رقیق کردن با آب متوقف می‌شود. دی کرومات اضافی با سولفات فرو تیترو می‌شود. یک شاهد در طول آزمایش برای استاندارد کردن سولفات فرو استفاده می‌گردد. درصد کربن آلی بر اساس وزن آون خشک خاک گزارش می‌شود.

۳-۳-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با حساسیت ۰/۰۰۱ گرم
- بشرهای تیتراسیون، شیشه بروسیلیکات، ۲۵۰ میلی لیتری
- دیسپنسر اتوماتیک، ۵ تا ۲۰ میلی لیتری، برای دی کرومات پتاسیم، قابل تنظیم تا ۱۰±۰/۰۱ میلی لیتر، با قابلیت تکرار پذیری ۰/۵٪
- دیسپنسر (ویژه اسید)، ۳۰ میلی لیتری، برای اسید سولفوریک (H₂SO₄) غلیظ
- شیکر، سرعت رفت و برگشت ۶۰ تا ۲۶۰ دور در دقیقه،
- تیترا تور اتوماتیک

- الکتروود پلاتین

۳-۳-۲- مواد

- آب مقطر
- دی کرومات پتاسیم، $K_2Cr_2O_7$ 1.000N، استاندارد اولیه. $49/0.35$ گرم $K_2Cr_2O_7$ که در 105 درجه سانتیگراد خشک شده را در یک بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر حل کنید.
- اسید سولفوریک (H_2SO_4)، غلیظ
- سولفات فرو، $FeSO_4.7H_2O$ 1N، اسیدی، یک کیلوگرم $FeSO_4.7H_2O$ را در ۶ لیتر آب مقطر حل کنید. به دقت و با بهم زدن مداوم ۶۴۰ میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به آن اضافه کنید. خنک کرده و با آب مقطر تا ۸ لیتر رقیق کنید.

۳-۳-۳- روش کار

هضم کربن آلی:

۱. مقدار $1/000$ گرم خاک هوا-خشک را وزن کرده و در بشر تیتراسیون قرار دهید. اگر خاک حاوی بیش از ۳٪ کربن آلی می‌باشد، مقدار کمتری نمونه استفاده کنید. برای راهنمای وزن نمونه به جدول ۳-۵ مراجعه کنید. در صورتی که اندازه نمونه کمتر از نیم گرم بود، از خاک ریزتر از ۸۰ مش استفاده کنید. اگر اندازه نمونه بیشتر از نیم گرم بود از خاک کوچکتر از ۲ میلی‌متر استفاده کنید.
۲. بوسیله دیسپنسر اتوماتیک ۱۰ میلی‌لیتر محلول $K_2Cr_2O_7$ به بشر تیتراسیون اضافه کنید. نمونه را بچرخانید تا مخلوط شود.
۳. با استفاده از دیسپنسر به دقت ۲۰ میلی‌لیتر H_2SO_4 غلیظ به بشر اضافه کنید. با چرخاندن محلول آنرا مخلوط کنید. دقت و تنظیمی که در اضافه کردن $K_2Cr_2O_7$ به نمونه مورد استفاده قرار گرفته، بایستی برای اضافه کردن H_2SO_4 نیز رعایت گردد تا نسبت حجمی ۱:۲ ابقاء شود.
۴. بشر تیتراسیون را روی شیکر رفت و برگشتی قرار دهید و یک دقیقه شیکر کنید. اگر مخلوط اسید دی کرومات به رنگ سبز-آبی برگشت، تمام دی کرومات تبدیل (احیاء) شده است. مقدار بیشتری دی کرومات و اسید اضافه کنید، به طوریکه نسبت حجمی در ۱:۲ باقی بماند. برای حجمهای دی کرومات و اسید به جدول ۳-۵ مراجعه کنید.
۵. بشر را به مدت ۳۰ دقیقه روی یک سطح پایدار حرارت قرار دهید.
۶. تقریباً ۱۸۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون برای متوقف کردن واکنش به بشر اضافه کنید.

تیتراسیون دی کرومات اضافی:

۷. برای تعیین نرمالیت سولفات فرو، هشت محلول شاهد را در شروع هر دسته نمونه، تیترا کنید. هر محلول شاهد شامل $10/00$ میلی‌لیتر $K_2Cr_2O_7$ به اضافه H_2SO_4 بدون خاک می‌باشد. میانگین حجم تیترا کننده این هشت محلول شاهد به عنوان مقدار حجم تیترا کننده شاهد استفاده می‌شود.
۸. شاهد ها و نمونه‌های مناسب را در نگهدارنده نمونه‌ها قرار داده و روی تعویض کننده نمونه قرار دهید.
۹. برای کار کردن با تیترا تور اتوماتیک به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید.

۱۰. نقطه پایانی را روی 700mV قرار دهید.

۱۱. قبل از شروع تیتراسیون، بورت را با ۵۰ میلی‌لیتر محلول سولفات فرو آماده کنید.

۱۲. هنگامی که تعداد زیادی نمونه را تیترو می‌کنید، شاهد‌ها را در لابه‌لای نمونه‌ها پراکنده کنید. حجم تیترو کننده شاهد با زمان تغییر می‌کند، دلیل عمده آن تغییر دمای محلول می‌باشد. هر نمونه‌ای با حجم تیترو کننده کمتر از یک میلی‌لیتر و یا نقطه پایانی کمتر از ۶۲۰ میلی‌ولت بایستی دوباره تجزیه شود.

۱۳. دکمه استارت را فشار دهید.

جدول شماره ۳-۵- راهنمای وزن نمونه، حجم‌های دی کرومات و اسید

برای هضم کربن آلی

H2SO4 (mL)	K2Cr2O7 (mL)	میزان نمونه (g)	کربن آلی (%)
۲۰	۱۰/۰۰	۱/۰۰۰	۰-۳
۲۰	۱۰/۰۰	۰/۵۰۰	۳-۶
۴۰	۲۰/۰۰	۱/۰۰۰	۳-۶
۴۰	۲۰/۰۰	۰/۵۰۰	۶-۱۲
۴۰	۲۰/۰۰	۰/۲۵۰	۱۲-۲۴
۶۰	۳۰/۰۰	۰/۱۰۰	۲۴-۵۰

۳-۳-۴- محاسبات

میزان کربن آلی با رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$OC (\%) = \frac{[(B \times V) - (10 \times T) \times 3 \times 100 \times \frac{AD}{OD}]}{[B \times W \times 0.77 \times 1000]} \quad [15-3]$$

که در آن:

OC (%): کربن آلی (%)

B: میانگین حجم تیترو کننده محلول‌های شاهد (mL)

V: حجم دی کرومات پتاسیم یک نرمال (mL)

T: حجم تیترو کننده سولفات فرو (mL)

3: تعداد اکی‌والان‌های هر کربن (فرض شده)

100: ضریب تبدیل به پایه ۱۰۰ گرم

$\frac{AD}{OD}$: نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک (روش P1M)

W: وزن نمونه خاک (g)

0.77: ضریب اکسیداسیون فرضی برای کربن

1000؛ نسبت میلی‌اکی‌والان به اکی‌والان

۳-۳-۵- گزارش

درصد کربن آلی را تا دو رقم اعشار (برای مثال ۰/۹۵٪ OC)، بر اساس وزن آون خشک گزارش کنید.

۳-۳-۶- نکات

(الف) - روشهای دی کروماتی که از حرارت اضافی استفاده نمی کنند، منجر به اکسیداسیون کامل مواد آلی نمی شوند. حتی با حرارت دادن، بازیافت ممکن است کامل نباشد. واکلی و بلک (۱۹۳۴) فاکتور بازیافت را بطور متوسط ۷۶٪ بدست آوردند. مطالعات دیگر، فاکتور بازیافت را در محدوده ۶۰٪ تا ۸۶٪ گزارش کرده‌اند. بدین ترتیب، در نظر گرفتن یک فاکتور تصحیح متوسط در بسیاری از خاکها باعث می‌گردد که نتایج نادرستی حاصل گردد. روش واکلی - بلک فقط یک تقریب یا تخمین نیمه کمی از کربن آلی می‌باشد.

(ب) - نسبت محلول دی کرومات به اسید سولفوریک غلیظ را در ۱:۲ حفظ کنید تا حرارت یکنواخت مخلوط حفظ شود.

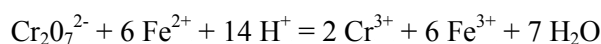
(ج) - حضور معنی دار کلراید در خاک باعث خطای مثبت (بیش برآورد) می‌شود. اگر حضور کلراید در خاک معلوم شده باشد،

برای بدست آوردن کربن آلی از ضریب تصحیح زیر (واکلی، ۱۹۳۴)، استفاده کنید:

$$(۱۲/کلراید خاک(\%)) - (کربن آلی ظاهری خاک(\%)) = (کربن آلی(\%))$$

(د) - حضور مقادیر معنی‌دار یونهای فرو باعث خطای مثبت (بیش برآورد) می‌شود (واکلی، ۱۹۴۷). در این روش دی کرومات، آهن

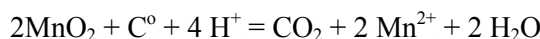
فرو را به آهن فریک اکسید می‌کند.



(ه) - حضور دی اکسید منگنز باعث خطای منفی (کم برآورد) می‌شود (واکلی، ۱۹۴۷). هنگامی که دی اکسید منگنز در محیط

اسیدی حرارت داده می‌شود، اکسیدهای بالای منگنز، برای مثال MnO_2 ، برای اکسید کردن مواد قابل اکسیداسیون با دی

کرومات رقابت می‌کنند.



(و) - تمام روشهای دی کرومات، بر این فرض استوار هستند که کربن آلی در خاک، هنگام واکنش با دی کرومات به طور

متوسط در حالت (عدد) اکسیداسیون صفر و وزن اکی‌والانی ۳ گرم بر اکی‌والان قرار دارد. هنگامی که خاک دارای مواد

کربنی شده (زغالی) مانند زغال چوب، گرافیت، زغال سنگ و دوده، می‌باشد، روش واکلی - بلک بازیافت پائینی از این مواد

می‌دهد به عنوان نمونه، دامنه بازیافت بین ۲ تا ۳۶٪ می‌باشد.

۳-۳-۷- ایمنی

هنگام تهیه معرفها بخصوص اسیدها و دی کرومات پوشش محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ آستین، و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک، یا شیشه محافظ) بپوشید. در صورت حضور غلظتهای بالای کلراید، ممکن است کلراید کرومیل سمی از نمونه آزاد شود. در این موارد از هود بخار استفاده کنید تا گازهای آزاد شده به این روش را در برگرفته و رقیق کند. از دوش و چشم شوی اضطراری برای رقیق کردن اسید پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید و دی کرومات پاشیده شده از بی کربنات سدیم و آب استفاده کنید. هنگام استفاده از تیترا تور اتوماتیک از دستورالعمل ایمنی کارخانه پیروی کنید.

۳-۳-۸- منابع

1. Broadbent, F.E. 1953. The soil organic fraction. Adv. Agron. 5:153-183.
2. Walkley, A. 1946. A critical examination of a rapid method for determining organic carbon in soils: Effect of variations in digestion conditions and of inorganic soil constituents. Soil Sci. 63:251-263.
3. Walkley, A., and Black, I.A. 1934. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. Soil Sci. 37:29-38.

۳-۴- اندازه‌گیری کربناتهای کلسیم در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (کد روش $C4CCE_{<2mm}$) و ذرات $<20mm$ (کد روش $C4CCE_{<20mm}$)

توزیع و مقدار کربنات کلسیم ($CaCO_3$) برای حاصلخیزی، فرسایش، ظرفیت نگهداری آب قابل استفاده، و پیدایش خاک مهم می‌باشد. کربنات کلسیم یک سطح واکنش دهنده برای جذب و رسوب فسفر، عناصر کمیاب، و اسیدهای آلی را مهیا می‌کند (لوپز و سوارز، ۱۹۹۶؛ آمر و همکاران، ۱۹۸۵؛ تالیبودن و آرمباری، ۱۹۶۴؛ بویژت، ۱۹۵۰). تعیین کربنات کلسیم ($CaCO_3$) معادل، یکی از شاخص‌های مورد استفاده در رده‌بندی خاک می‌باشد. مقدار کربنات یک خاک برای مشخص کردن کربناته بودن، اندازه ذرات، و کلاس‌های خاک آهکی و برای تعیین افقهای پتروکلسیک و کلسیک مورد استفاده قرار می‌گیرد (اداره شناسایی خاک، ۱۹۹۹). تشکیل افقهای کلسیک و پتروکلسیک به فرآیندهای مختلفی بستگی دارد که بعضی از آنها عبارتند از جابجایی و تجمع خالص کربناتهای پدوژنیک حاصل از منابع مختلف و نیز تغییر لیتوژنیک (موروئی) کربنات به کربنات پدوژنیک، یعنی کربناتی که از طریق انحلال و رسوب درجا در خاک تشکیل شده است (رابنهورست، ۱۹۹۱).

کربنات کلسیم معادل معمولاً بر مبنای ذرات خاک کوچکتر از ۲ میلی‌متر گزارش می‌شود. اما در بعضی از خاکها دارای سخت‌دانه‌های^۱ کربناتی، کربناتها، هم بر اساس ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر و هم بر اساس ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر تعیین می‌گردند. قبل از اندازه‌گیری از معیارهای دیگری برای وجود و میزان نسبی کربناتها بهره برده می‌شود. از جمله، $pH > 6.95$ در $CaCl_2$ معمولاً به عنوان یک معرف برای وجود کربناتها استفاده می‌شود. همچنین حضور کربناتها در طول آماده سازی آزمایشگاهی با

^۱ - Concretion

جوشش با HCl کنترل می‌شود. در روش حاضر مقدار کربنات خاک با تیتراژ کردن نمونه با اسید کلریدریک (HCl) به دست می‌آید. دی‌اکسید کربن (CO_2) خارج شده با اندازه‌گیری فشار تعیین می‌گردد. پس از آن مقدار کربنات بر حسب درصد CaCO_3 محاسبه می‌شود.

۳-۴-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.1 میلی گرم
- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 1 میلی گرم
- بطریهای توزین دهانه پهن، با شیشه تمیز، استاندارد، ۱۲۰ میلی لیتری، با اندازه گردن ۴۸ میلی متر. برای کسب بهترین نتایج، لبه بطریها را با سنباده ۴۰۰-۶۰۰ روی یک بشقاب شیشه‌ای صاف سنباده بزنید.
- درپوش پی‌وی‌سی واشر دار طراحی شده برای بطریهای ۱۲۰ میلی لیتری، با قطر ۵۴ میلی متر که سوراخی به قطر ۱۲/۷ میلی متر در مرکز آن ایجاد شده باشد.
- واشرهای ۳/۲×۵۰/۸×۵۷/۲ میلی متری
- در پوش لبه دار
- فشار سنج
- سوزن هایپودرمیک، ۲۵/۴ میلی متری، سوزن را به لوله فشار روی دستگاه متصل کنید.
- شیکر مکانیکی، ۱۴۰ دور در دقیقه

۳-۴-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- شناساگر متیل رد
- اسید هیدروکلریک (HCl) غلیظ، ۱۲ نرمال
- اسید هیدروکلریک ۳ نرمال. مقدار ۵۰۰ میلی لیتر HCl غلیظ را با ۱۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید. مقداری کریستال شناساگر متیل رد اضافه کنید. چنانچه HCl بوسیله نمونه مصرف گردد شناساگر متیل رد به رنگ زرد تبدیل می‌شود. اگر این واکنش اتفاق بیافتد، میزان نمونه را تنظیم کنید (کمتر).
- کپسول ژلاتین، ۱۰ میلی لیتری سایز ۱۱.
- گلیسرین. گلیسرین را در یک بطری کوچک ریخته و بعنوان روان کننده برای اورینگ استفاده کنید.
- کربنات کلسیم (CaCO_3) خالص. عیار بر اساس وزن خشک ۱۰۰/۰۱٪

۳-۴-۳- روش کار

واسنجی فشارسنج:

۱. فشار سنج را هر سه ماه یک بار یا هر زمانی که وسایل تعویض می شوند (برای مثال جایگزین کردن درپوش غشائی کهنه) واسنجی کنید. برای واسنجی از مقادیر استاندارد ۰/۲۵، ۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۲، ۰/۳، ۰/۴، ۰/۵، ۰/۷۵ گرم CaCO_3 با سه تکرار استفاده کنید.

۲. توزین را با دقت ۰/۱ میلی گرم انجام دهید. نمونه‌های استاندارد را برای خشک شدن به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد در آن قرار دهید. نمونه‌ها را از آن خارج کرده، در دسیکاتور قرار دهید و تا دمای محیط خنک کنید. برای هر نمونه استاندارد، مراحل ۴ تا ۹ (که در ادامه شرح داده می شود) را انجام دهید.

بر اساس ذرات کوچکتر از ۲ میلی متر:

۳. نیم تا دو گرم نمونه خاک هوا - خشک پودر شده را با دقت میلی گرم وزن کرده و در یک بطری دهانه پهن ۱۲۰ میلی لیتری بریزید. به ازاء هر ۲۴ نمونه خاک، سه نمونه شاهد (بطری خالی) را آماده کرده و یک نمونه کنترل کیفی انجام دهید. نمونه کنترل کیفی به صورت یک کنترل تک نقطه‌ای انجام می گیرد. وزن نمونه را براساس محتوای نسبی CaCO_3 با توجه به جوشش نمونه به شرح زیر تغییر دهید:

- اگر نمونه جوشش خیلی کم و کم داشت و یا جوشش نداشت، ۲ گرم از نمونه استفاده کنید.

- برای جوشش قوی از یک گرم نمونه استفاده کنید.

- برای جوشش شدید ۰/۵ گرم از نمونه استفاده کنید.

۴. اورینگ سر بطری را با گلسیرین چرب کنید.

۵. ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک ۳ نرمال (HCl) را داخل یک کپسول ژلاتین ریخته و به دقت درب کپسول را بگذارید. ممکن است HCl از کپسول بیرون پریده یا نشت کند. اگر این اتفاق افتاد، کپسول را دور بیندازید.

۶. کپسول را در داخل بطری گذاشته و درپوش بطری را بلافاصله ببندید.

۷. هر گونه فشار درون بطری را بوسیله سوراخ کردن درپوش با یک سوزن کوچک آزاد کنید و سوزن را بعد از تقریباً ۵ تا ۱۰ ثانیه خارج کنید.

۸. بعد از ۵ تا ۱۰ دقیقه، HCl کپسول را حل می کند. بطری را به مدت ۱۰ دقیقه با سرعت ۱۴۰ دور در دقیقه روی شیکر قرار داده و بعد از آن به مدت ۴۰ دقیقه در دمای اطاق ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) رها کنید. سپس مجدداً به مدت ۱۰ دقیقه شیکر نمائید. فشار درون بطری را بوسیله سوراخ کردن درپوش با یک سوزن کوچک که به فشار سنج متصل است اندازه بگیرید.

۹. قبل از انجام قرائت، فشارسنج را روی صفر تنظیم کنید. فشار قرائت شده را ثبت کنید (mmHg).

بر اساس ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی متر:

۱۰. مقدار کربنات در ذرات ۲ تا ۲۰ میلی متر نمونه خاک هوا-خشک پودر شده ($<180 \mu\text{m}$) را با روش ذکر شده در بالا (مراحل ۳ تا ۹) اندازه بگیرید.

۱۱. میزان کربنات موجود در ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر و در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر با هم ترکیب شده و به عنوان کربنات کل خاک در ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر تبدیل می‌گردد.

۳-۴-۴- محاسبات

قرائتهای فشار سنج را با استفاده از رابطه زیر تصحیح کنید:

$$CR = (MR - BR) \quad [۱۶-۳]$$

که در آن:

CR؛ قرائت اصلاح شده

MR؛ قرائت فشار سنج

BR؛ قرائت شاهد. برای هر دسته ۲۴ تایی نمونه، سه شاهد اندازه گیری می‌شود. متوسط سه شاهد بعنوان BR استفاده می‌شود.

منحنی واسنجی: برای قرائتهای تصحیح شده نمونه‌های استاندارد یک معادله رگرسیونی محاسبه کنید. وزن $CaCO_3$ را به

عنوان متغیر وابسته و قرائتهای متناظر را بعنوان متغیر مستقل در نظر بگیرید. شیب و عرض از مبدا خط رگرسیون برای محاسبه کربنات کلسیم معادل در نمونه خاک مورد استفاده قرار می‌گیرد.

برای تخمین درصد $CaCO_3$ در نمونه خاک از رابطه زیر استفاده کنید:

$$CCE = \frac{(CR \times S) + I}{SW} \times \frac{AD}{OD} \times 100 \quad [۱۷-۳]$$

که در آن:

CCE؛ کربنات کلسیم معادل (%) در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر یا ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر

CR؛ قرائت تصحیح شده فشارسنج برای نمونه خاک (ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر یا ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر)

$\frac{AD}{OD}$ ؛ نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک (روش PIM)

S؛ شیب خط رگرسیون واسنجی (منحنی کالیبره)

I؛ عرض از مبدا خط رگرسیون واسنجی (منحنی کالیبره)

SW؛ وزن نمونه

برای محاسبه میزان کربنات در ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\text{Carbonate} = (A \times B) + [C \times (1-B)] \quad [۱۸-۳]$$

که در آن:

Carbonate؛ میزان کربنات بصورت $CaCO_3$ در ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر

A؛ میزان $CaCO_3$ در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (%)

C؛ میزان $CaCO_3$ در ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر (%)

B؛ نسبت جرمی که با رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$B = \frac{W_{<20mm} - W_{2-20mm}}{W_{<20mm}} \quad [۱۹-۳]$$

که در آن:

$W_{<20mm}$: وزن ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر

W_{2-20mm} : وزن ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر

۳-۴-۵- گزارش نتایج

کربنات کلسیم معادل خاک را بر حسب درصد خاک آون-خشک با تقریب همه اعداد گزارش کنید.

۳-۴-۶- نکات

(الف): مزاحمت (تداخل)های شیمیایی، واکنش اسید با کربناتهای کاتیونهای دیگر مانند Mg، Na و K، موجود در نمونه خاک می‌باشد.

(ب): محاسبه $CaCO_3$ یک اندازه‌گیری نیمه کمی است (نلسون؛ ۱۹۸۲).

(ج): تداخل‌های تجزیه‌ای ممکن است در اثر تغییرات دما در داخل ظرف اتفاق بیافتد.

(د): هنگام آب‌بندی ظرف، کارشناس نبایستی بیشتر از زمان لازم برای سفت کردن فنجان ظرف را در دست نگهدارد.

(ه): فشار داخلی بایستی با اتمسفر مساوی باشد. بعد از اینکه درپوش غشائی بوسیله سوزن سوراخ شد، تقریباً ۵ تا ۱۰ ثانیه زمان لازم است تا فشار داخلی بطری یکسان شود.

(و): استفاده خیلی زیاد، باعث می‌گردد در زمان تحت فشار بودن، گاز از جدار درپوش غشائی نشت کند. جدار بایستی بطور منظم جایگزین شود.

(ز): در زمان قرائت فشار، کارشناس نباید شیشه ظرف را لمس کند.

۳-۴-۷- ایمنی

هنگام کار با اسید، پوشش محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ آستین، و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک، یا شیشه محافظ) بپوشید. بعد از کار با اسید، دستهای خود را کاملاً بشوئید. هنگام رقیق کردن HCl غلیظ از هود مکنده استفاده کنید. از دوش و چشم شوی اضطراری برای رقیق کردن اسیدهای پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید پاشیده شده از آب و بی‌کربنات سدیم استفاده کنید. کپسول ژلاتینی ممکن است در زمان پر شدن، اسید نشت کند. اگر مقدار زیادی آهک در نمونه وجود داشته باشد، فشار بالا ممکن است باعث انبساط داخل بطری گردد. هیچ نمونه‌ای را بیش از دو گرم در داخل بطری استفاده نکنید. اگر فشار بالا در بطری گسترش یافت، مقداری از فشار را بوسیله ایجاد یک منفذ با سوزن سرنگ، آزاد کنید. بعضی از بطریها ممکن است بدون خرد شدن بشکنند. هر بطری را که دارای ترکهای مویی یا عیوب آشکار می‌باشد کنار بگذارید.

۳-۴-۸- منابع

1. Amer, F.A., A. Mahmoud, and V. Sabel. 1985. Zeta potential and surface area of calcium carbonate as related to phosphate sorption. Soil Sci. Soc. Am. J. 49:1137-1142.
2. Loeppert, R. H., and D. L. Suarez. 1996. Carbonate and gypsum. p. 437-474. In: D.L. Sparks (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. Soil Sci. Am. Book Series No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Nelson, R.E. 1982. Carbonate and gypsum. p. 181-197. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Rabenhorst, M.C., L.T. West, and L.P. Wilding. 1991. Genesis of calcic and petrocalcic horizons in soils over carbonate rocks. p. 61-74. In: W.D. Nettleton (ed.) Occurrence, characteristics, and genesis of carbonate, gypsum, and silica accumulations in soils. Soil Sci. Soc. Am. Spec. Publ. No. 26. ASA and SSSA, Madison, WI.
5. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
6. Talibudeen, O., and P. Arambarri. 1964. The influence of the amount and the origin of calcium carbonates on the isotopically-exchangeable phosphate in calcareous soils. J. Agric. Sci. 62:93-97.

۳-۵- اندازه‌گیری کیفی و کمی گچ در ذرات <2mm (کد روش C5Gyp<2mm) و ذرات <20mm (کد روش C5Gyp<20mm)

چنانچه هدایت الکتریکی خاک (با روش C2ECs) بیش از ۰/۵ دسی‌زیمنس بر متر (dS m^{-1}) باشد، مقدار گچ اندازه‌گیری می‌شود. مقدار گچ (CaSO_4) یک خاک به عنوان معیاری برای تشخیص افق‌های جیپسیک و پتروجیپسیک و تعیین کلاس‌های مینرالوژیکی در سطح فامیل استفاده می‌شود (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹). فرونشست خاک به علت حل شدن و خروج گچ از نیمرخ خاک می‌تواند باعث ایجاد شکاف در پی ساختمان، شکستن کانال‌های آبیاری و ناهموار ساختن جاده‌ها شود. گچ موجود در خاک می‌تواند برای تعیین نیاز خاک‌های سدیک به احیاء شیمیایی به کار رود. همچنین خوردگی بتن با گچ خاک ارتباط دارد. میزان گچ خاک هم بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر و هم بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر گزارش می‌شود. در روش حاضر نمونه خاک با آب مخلوط شده تا گچ حل گردد. برای رسوب گچ حل شده، استن به قسمتی از عصاره صاف اضافه می‌گردد. بعد از سانتریفیوژ کردن، گچ دوباره در آب حل می‌شود. هدایت الکتریکی (EC) محلول قرائت شده و برای تخمین مقدار گچ بر حسب $\text{meq } 100\text{g}^{-1}$ مورد استفاده قرار می‌گیرد. در نهایت میزان گچ خاک بر حسب درصد تصحیح شده محاسبه و گزارش می‌شود. درصد گچ تصحیح نشده نیز برای محاسبه مجدد AD/OD (روش P1M) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۳-۵-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 1 میلی گرم
- بطری، ۲۵۰ میلی لیتری، با درپوش

- شیکر رفت و برگشتی مکانیکی، ۲۰۰ دور در دقیقه
- دیسپنسر ۱۰ و ۱۰۰ میلی‌لیتری
- پیپت ۲۰ میلی‌لیتری
- پیپت ۱۰ میلی‌لیتری، دیجیتال
- سانتیفریوژ
- لوله‌های سانتیفریوژ ۱۵ میلی‌لیتر، صاف، مخروطی
- دماسنج صفر تا ۱۰۰ درجه سانتیگراد
- دستگاه EC-متر
- کاغذ صافی چند لا (تا شده)، ۱۸۵ میلی‌متر قطر، واتمن شماره 2V
- قیف ۹۰ سانتی‌متری
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی‌لیتر
- ورتکسر

۳-۵-۲- مواد

- آب مقطر
- محلول پتاسیم کلراید (KCl)، ۰/۰۱ نرمال. مقداری KCl را به مدت یک شب یا حداقل ۴ ساعت در آون (دمای ۱۰۵ درجه سانتیگراد) خشک کنید. مقدار ۰/۷۴۵۹ گرم KCl خالص خشک را در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید. هدایت الکتریکی این محلول در ۲۵ درجه سانتیگراد ۱/۴۱ دسی زیمنس بر متر می‌باشد.
- استن، با خلوص ۹۹٪

۳-۵-۳- روش کار

۱. پنج گرم خاک هوا-خشک پودر شده را با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین و در داخل یک بطری ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزد. اگر مقدار گچ ناچیز است، ۲۰ گرم نمونه می‌تواند استفاده شود. اگر EC قرائت شده $>0.85 \text{ dSm}^{-1}$ باشد، تجزیه را با نمونه کوچکتر (۲/۵، ۱، ۰/۵، ۰/۲۵، یا ۰/۱ گرم) تکرار کنید.
۲. با استفاده از دیسپنسر ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به نمونه خاک و شاهد اضافه کنید.
۳. در بطری را بسته و با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه در دمای اتاق ($20 \pm 2^\circ \text{C}$) شیکر کنید.
۴. سوسپانسیون را صاف کنید. چند میلی‌لیتر صاف‌شده اولیه معمولاً تیره بوده و بایستی دور ریخته شود. محلول صاف شده را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری جمع‌آوری کنید.
۵. ۵ میلی‌لیتر محلول صاف شده را در لوله سانتیفریوژ مخروطی شکل ۱۵ میلی‌لیتری بریزید.
۶. بوسیله دیسپنسر ۵ میلی‌لیتر استن به آن اضافه کنید.
۷. در لوله را با یک درپوش پلی‌اتیلنی بسته و مخلوط کنید.

۸. به دقت فشار داخل لوله را با شل کردن درپوش رها سازید.
۹. حداقل به مدت ۱۰ دقیقه صبر کنید تا رسوب فлак و لوله شود.
۱۰. برای جلوگیری از هدر رفتن گچ، درپوش و داخل دیواره لوله را بوسیله استن (۱ یا ۲ میلی‌لیتر) بشوئید.
۱۱. درپوش را برداشته و با سرعت ۲۲۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ کنید.
۱۲. محلول روئی را دور بریزید. لوله را بمدت ۵ دقیقه روی کاغذ صافی یا دستمال کاغذی وارونه کرده تا آب اضافی خارج شود.
۱۳. ۵ میلی‌لیتر استن به لوله اضافه کنید. درپوش را گذاشته و از ورتکسر برای شیکر کردن نمونه استفاده کنید.
۱۴. درپوش را به دقت برداشته و با استن درپوش و داخل دیواره تیوب را (۱ یا ۲ میلی‌لیتر) بشوئید.
۱۵. نمونه را با سرعت ۲۲۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ کنید.
۱۶. محلول روئی را دور بریزید. لوله را ۵ دقیقه وارونه کنید تا استون اضافی خارج شود.
۱۷. ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر با استفاده از دیسپنسر به لوله اضافه کنید.
۱۸. درپوش را گذاشته و با ورتکسر تکان دهید تا رسوب حل گردد.
۱۹. EC-متر را با محلول کلرید پتاسیم ۰/۰۱ نرمال (KCl, 0.01 N) کالیبره کنید.
۲۰. سلول EC متر را شسته و در ظرف آب مقطر قرار دهید. قرائت دستگاه بایستی ۰/۰۰ باشد.
۲۱. EC رسوب حل شده را قرائت کنید.
۲۲. چنانچه EC قرائت شده $>0.85 \text{ dSm}^{-1}$ باشد، آزمایش را با استفاده از نمونه‌های با وزن کمتر تکرار کنید.

۳-۵-۴- محاسبات

برای محاسبه میزان گچ نمونه خاک مورد آزمایش، ابتدا مقدار تصحیح‌نشده گچ را با استفاده از جدول ۳-۶ با تبدیل قرائت EC (dSm^{-1}) به مقدار گچ ($\text{meq}/100 \text{ g}$) به دست آورید. سپس با استفاده از رابطه زیر میزان گچ را محاسبه کنید:

$$\%Gyps_{unc} = \frac{AD \times V_w \times 0.08609 \times \frac{AD}{OD}}{WS \times 5} \quad [20-3]$$

که در آن:

$\%Gyps_{unc}$: درصد گچ تصحیح‌نشده در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر یا ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر

$Gyps_{unc}$: میزان تصحیح‌نشده گچ بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر (عدد جدول)

V_w : حجم آب مقطر مورد استفاده برای حل کردن گچ (در اینجا ۱۰۰ میلی‌لیتر)

0.08609: ضریب تبدیل میلی‌اکی‌والان در ۱۰۰ گرم به درصد گچ ($\text{meq } 100 \text{ g}^{-1} \times 0.08609$) (Gypsum % =

$\frac{AD}{OD}$: نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک (روش P1M)

WS: جرم هوا-خشک نمونه خاک مورد استفاده (گرم)

5: حجم نمونه صاف (فیلتر شده) مورد استفاده (مرحله ۵) بر حسب میلی‌لیتر

برای تبدیل مقادیر $EC(dSm^{-1})$ قرائت شده به مقدار تصحیح‌نشده گچ بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر به جای جدول ۳-۶ می‌توان از فرمول زیر نیز استفاده نمود:

[۲۱-۳]

$$Gyps_{unc.} = \frac{(\exp(2.420384 + 1.1579713 \times \log(EC_{sample} - EC_{blank})) * V_w * 0.08609 * AD/OD)}{WS * 5}$$

که در آن:

$Gyps_{unc}$: میزان تصحیح‌نشده گچ بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر

EC_{sample} : هدایت الکتریکی نمونه (dSm^{-1})

EC_{blank} : هدایت الکتریکی شاهد (dSm^{-1})

V_w : حجم آب مقطر مورد استفاده برای حل کردن گچ (در اینجا ۱۰۰ میلی‌لیتر)

$\frac{AD}{OD}$: نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک (روش P1M)

WS : جرم هوا-خشک نمونه خاک مورد استفاده (گرم)

5: حجم نمونه صاف (فیلتر شده) مورد استفاده (مرحله ۵) بر حسب میلی‌لیتر

برای محاسبه درصد تصحیح‌شده گچ (%Gyps) از رابطه زیر استفاده می‌شود:

$$\%Gyps = \frac{\%Gyps_{unc}}{1 + 0.001942 \times \%Gyps_{unc}} \quad [22-3]$$

در این معادله فرض شده است که، مقدار آب کریستالی گچ ۱۹/۴۲٪ است (نلسون و همکاران، ۱۹۷۸)، در صورتی که به طور تئوریک مقدار آب ۲۰/۲۱٪ است. درصد گچ تصحیح‌نشده برای محاسبه مجدد AD/OD (روش P1M) مورد استفاده قرار می‌گیرد.

برای محاسبه درصد گچ در ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر از رابطه زیر استفاده کنید:

$$\%Gyps = (A \times B) + [C \times (1-B)] \quad [23-3]$$

که در آن:

%Gyps: درصد گچ در ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر

A: میزان گچ در ذرات کوچکتر از ۲ میلی‌متر (%)

C: میزان گچ در ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر (%)

B: نسبت جرمی که با رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$B = \frac{W_{<20mm} - W_{2-20mm}}{W_{<20mm}} \quad [24-3]$$

که در آن:

$W_{<20mm}$: وزن ذرات کوچکتر از ۲۰ میلی‌متر

W_{2-20mm} : وزن ذرات ۲ تا ۲۰ میلی‌متر

جدول شماره ۳-۶- تبدیل قرائت $EC(dSm^{-1})$ نمونه به مقدار گچ بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر

EC	۰/۰	۰/۱	۰/۲	۰/۳	۰/۴	۰/۵	۰/۶	۰/۷	۰/۸	۰/۹
۰/۰	۰/۸۰	۰/۸۹	۰/۹۸	۱/۱۰	۱/۲۲	۱/۳۱	۱/۴۰	۱/۵۰	۱/۶۰	۱/۷۰
۰/۱	۱/۸۰	۱/۹۰	۲/۰۰	۲/۱۰	۲/۲۰	۲/۳۰	۲/۴۰	۲/۵۰	۲/۶۰	۲/۷۰
۰/۲	۲/۸۰	۲/۹۰	۳/۰۰	۳/۱۰	۳/۲۰	۳/۳۰	۳/۴۰	۳/۵۰	۳/۶۰	۳/۷۲
۰/۳	۳/۸۵	۳/۹۸	۴/۱۰	۴/۲۲	۴/۳۵	۴/۴۸	۴/۶۰	۴/۷۰	۴/۸۰	۴/۹۰
۰/۴	۵/۰۰	۵/۱۲	۵/۲۵	۵/۳۸	۵/۵۰	۵/۶۲	۵/۷۵	۵/۸۸	۶/۰۰	۶/۱۲
۰/۵	۶/۲۵	۶/۳۵	۶/۴۵	۶/۵۸	۶/۷۰	۶/۸۲	۶/۹۵	۷/۰۵	۷/۱۵	۷/۲۸
۰/۶	۷/۴۰	۷/۵۲	۷/۶۵	۷/۷۸	۷/۹۰	۸/۰۴	۸/۱۸	۸/۳۲	۸/۴۵	۸/۵۸
۰/۷	۸/۷۰	۸/۸۲	۸/۹۵	۹/۰۵	۹/۱۵	۹/۲۸	۹/۴۰	۹/۵۵	۹/۷۰	۹/۸۵
۰/۸	۱۰/۰۰	۱۰/۱۲	۱۰/۲۵	۱۰/۳۸	۱۰/۵۰	۱۰/۶۲	۱۰/۷۵	۱۰/۸۸	۱۱/۰۰	۱۱/۱۵
۱/۰	۱۱/۳۰									

به منظور تعیین محتوای گچ بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر از روی جدول فوق از هر دو محور X و Y استفاده می‌شود.

۳-۵-۵- گزارش نتایج

میزان گچ خاک را بر حسب درصد گزارش کنید.

۳-۵-۶- نکات

- (الف): از دست دادن گچ رسوب کرده یک خطای بالقوه مهم می‌باشد. دقت در کار با گچ رسوب داده شده مورد نیاز است. همچنین امکان حل کردن ناقص گچ وجود دارد.
- (ب): در خاکهای با کریستالهای بزرگ گچ، از نمونه‌های خاک آسیاب شده برای کاهش خطای نمونه برداری استفاده کنید.
- (ج): هنگامی که غلظتهای بالا وجود داشته باشد، سولفات سدیم و پتاسیم نیز با استن رسوب می‌دهند. محدوده غلظت برای سولفات سدیم و پتاسیم به ترتیب ۵۰ و ۱۰ میلی‌اکی‌والان در لیتر می‌باشد.

۳-۵-۷- ایمنی

استن به شدت آتش زا است، از جرقه و آتش حفاظت نشده اجتناب کنید. از سانتریفیوژ ضد جرقه استفاده کنید. وسایل آزمایشگاهی استاندارد شامل پتوهای مقابله با آتش و کپسول آتش‌نشانی برای مواقع ضروری مورد نیاز است. استفاده مناسب و بالانس مناسب سانتریفیوژ ضروری است. از دستور العمل ایمنی آزمایشگاهی استاندارد پیروی کنید.

۳-۵-۸- منابع

1. Nelson, R.E. 1982. Carbonate and gypsum. p. 181-197. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
2. Nelson, R.E., L.C. Klamath, and W.D. Nettleton. 1978. Determining soil gypsum content and expressing properties of gypsiferous soils. Soil Sci. Soc. Am. J. 42:659-661.
3. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۶- تبادل یون و کاتیونهای تبادلی

تبادل یون یک فرآیند برگشت پذیر است که طی آن یک کاتیون یا آنیون نگه داشته شده بر روی فاز جامد با کاتیون یا آنیون فاز محلول تبادل می شود. چنانچه دو فاز جامد با یکدیگر در تماس باشند ممکن است تبادل یون بین دو سطح اتفاق بیافتد. در اغلب خاکهای کشاورزی، ظرفیت تبادل کاتیونی (CEC) اهمیت بیشتری نسبت به تبادل آنیونی (AEC) دارد. ظرفیت نگهداری آنیونها در این خاکها معمولاً بسیار کمتر از ظرفیت نگهداری کاتیون است (تیسدل و همکاران، ۱۹۸۵). در بعضی از خاکها که مقدار گوتابیت و گیسایت زیاد است، همانند آنچه در افق اکسیک یا خاکهای زیرین اکسی سلها اتفاق می افتد (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹)، ممکن است مقدار CEC و AEC برابر باشد (یعنی بار خالص صفر) یا CEC اندکی بیش از AEC باشد (فوت و ایس، ۱۹۸۸).

ذرات کلوئیدی معدنی و آلی خاک دارای بار خالص منفی بوده کاتیونها را بصورت تبادلی نگه می دارند و بنابراین «الکترولیتهای کلوئیدی» هستند (جکسون، ۱۹۵۸). ظرفیت تبادل کاتیونی (CEC) یک مقیاس برای مقدار کاتیونهایی است که بارهای منفی ذرات خاک را خنثی می کنند و به آسانی قابل تبادل هستند (رودز، ۱۹۸۲). ظرفیت تبادل کاتیونی یک واکنش برگشت پذیر در محلول خاک بوده و وابسته به بارهای منفی ترکیبات خاک است. این بارها از مکانهای بار دائمی یا وابسته به pH روی سطح مواد آلی یا کلوئیدهای معدنی ناشی می شود. مکانیسم بوجود آمدن این بارها، جانشینی همشکل در درون کانیهای سیلیکاته لایه ای، شکسته شدن پیوندها در لایه های شکسته و سطوح خارجی، تفکیک گروه های عاملی اسیدی در ترکیبات آلی، و جذب ترجیحی یونهای خاص روی سطح ذرات می باشد (رودز، ۱۹۸۲). جانشینی همشکل موجب تشکیل بارهای دائمی می شود. دیگر مکانیسم ها، بارهای متغیر ایجاد می کنند که وابسته به فاز محلول خاک است و بوسیله pH خاک، سطح الکترولیت، ظرفیت یونهای مقابل، ثابت دی الکتریک و طبیعت آنیونها تحت تاثیر قرار می گیرد (رودز، ۱۹۸۲). به دلیل بار متغیر در خاکها، CEC یک خصوصیت وابسته به روش و شرایط اندازه گیری آن می باشد. به طور معمول هنگام ارائه داده های CEC روش اندازه گیری آن نیز گزارش می شود.

ظرفیت تبادل کاتیونی یک شاخص برای مقدار کل بارهای منفی در واحد وزن کانی می باشد و معمولاً با واحد میلی اکی والان در ۱۰۰ گرم خاک ($\text{meq } 100\text{g}^{-1}$) یا سانتی مول بار بر کیلوگرم خاک ($\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1}$) بیان می شود. آزمایشگاه شناسائی خاک، ظرفیت تبادل کاتیونی را بر حسب $\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1}$ و بر مبنای ذرات کوچکتر از ۲ میلی متر خاک گزارش می نماید. ظرفیت تبادل کاتیونی می تواند دامنه ای بین کمتر از ۱/۰ تا بیشتر از $100 \text{ cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1}$ داشته باشد.

به عنوان یک راهنمای کلی، مقادیر معمول CEC برای مواد آلی و برخی از کانی‌های خاک (اداره آزمایشگاه ملی شناسایی خاک، ۱۹۷۵) در جدول ۳-۷ ارائه شده است.

جدول شماره ۳-۷- مقدار معمول ظرفیت تبادل کاتیونی برای برخی از ترکیبات خاک

ترکیب خاک	CEC ($\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1}$)
مواد آلی	۲۰۰ تا ۴۰۰
رس‌های بی شکل	۱۶۰ (در $\text{pH}=8.2$)
ورمیکولایت	۱۰۰ تا ۱۵۰
موننت موریلونایت	۶۰ تا ۱۰۰
هالوسایت ($4\text{H}_2\text{O}$)	۴۰ تا ۵۰
ایلات	۲۰ تا ۴۰
کلرایت	۱۰ تا ۴۰
کائولینایت	۶ تا ۱۶
هالوسایت ($2\text{H}_2\text{O}$)	۵ تا ۱۰
سز کوئی اکسیدها	۰

روشهای زیادی برای تعیین CEC وجود دارد. این روشها بر حسب نوع کاتیون مورد استفاده، غلظت نمک، و pH تعادلی متفاوت می‌باشند. نباید تصور شود که اندازه‌گیری CEC خیلی دقیق است، اما اغلب به عنوان یک اندازه‌گیری تعادلی تحت شرایط انتخابی شناخته می‌شود (جکسون، ۱۹۵۸). دانستن اطلاعاتی از قبیل روش، pH ، کاتیون و غلظت تعادلی اندازه‌گیری قبل از ارزیابی مقدار CEC ضروری است (سامنر و میلر، ۱۹۹۶). روشهایی که به طور گسترده برای تعیین CEC مورد پذیرش قرار گرفته‌اند را می‌توان به صورت زیر دسته‌بندی نمود:

۱. مجموع کاتیونها
۲. جایگزینی مستقیم
۳. جایگزینی بعد از شستشو
۴. ردیاب رادیواکتیو

آزمایشگاه شناسایی خاک، تعدادی از روشهای تعیین CEC با استفاده از محلول‌های مختلف و سطوح مختلف pH را مورد استفاده قرار می‌دهد. در این مورد CEC‌هایی که گزارش آنها بسیار معمول است عبارت از CEC-7 (ظرفیت تبادل کاتیونی در $\text{pH}=7$ ، CEC-8.2 (ظرفیت تبادل کاتیونی در $\text{pH}=8.2$)، و ECEC (ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر) می‌باشد. به عنوان یک قانون کلی همواره $\text{CEC} > \text{ECEC}$ است.

در دستورالعمل حاضر روشهای تعیین ظرفیت تبادل کاتیونی با استات آمونیم در $\text{pH}=7$ (کد روش C6CEC-7)، تعیین ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر با کلرید آمونیم (کد روش C6CEC-E)، تعیین کاتیونهای تبدلی قابل استخراج با استات آمونیم (کد روشهای C6Ea1، C6EK1، C6EMg1 و C6ECa1)، تعیین کاتیونهای تبدلی قابل استخراج با کلرید آمونیم (کد روشهای C6ENa2، C6EMg2، C6EK2 و C6ECa2 و تعیین اسیدیته قابل عصاره‌گیری با محلول کلرید باریم-تری اتانل آمین (کد روش

(C6CEC-H) شرح داده می‌شود. در انتها نیز محاسبات و تخمین‌هایی در ارتباط با تبادل یونی و کاتیونهای قابل تبادل ارائه شده است.

منابع

1. Forth, H.D., and B.G. Ellis. 1988. Soil fertility. John Wiley & Sons, Inc., NY.
2. Jackson, M.L. 1958. Soil chemical analysis. Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J. National Research Council. 1993. Soil and water quality. An agenda for agriculture. Committee on long-range soil and water conservation. Natl. Acad. Press, Washington, DC.
3. National Soil Survey Laboratory Staff. 1975. Proposed tables for soil survey reports. RSSIU, USDA-SCS, Lincoln, NE
4. Rhoades, J.D. Cation exchange capacity. 1982. p. 149-157. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
5. Sumner, M.E., and W.P. Miller. 1996. Cation exchange capacity and exchange coefficients. p. 1201-1229. In: D.L. Sparks (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.
6. Tisdale, S.L., W.L. Nelson, and J.D. Beaton. 1985. Soil fertility and fertilizers. 4th ed. Macmillan Publ. Co., NY.

۳-۶-۱- ظرفیت تبادل کاتیونی: NH_4OAc (CEC-7) (کد روش 7-C6CEC)

ظرفیت تبادل کاتیونی در $\text{pH}=7$ (CEC-7) روشی است که عموماً مورد استفاده قرار می‌گیرد و به عنوان یک روش استاندارد برای مقایسه دیگر روشها در آمده است (پیچ و همکاران، ۱۹۴۷). اساس این روش جایگزینی بعد از شستشوی نمونه خاک می‌باشد. این CEC بوسیله اشباع کردن مکانهای تبدالی با یک کاتیون شاخص (NH_4^+)، شستن نمک اشباع اضافی از خاک، و سپس جایگزینی، استخراج و اندازه‌گیری کاتیون شاخص (NH_4^+) جذب شده توسط خاک تعیین می‌گردد. مزیت استفاده از این روش این است که عصاره‌گیر به شدت بافر شده، بنابراین عصاره‌گیری در pH ثابت و مشخص ($\text{pH}=7$) انجام می‌گیرد. بعلاوه، NH_4^+ کمپلکس تبدالی به راحتی قابل اندازه‌گیری است.

۳-۶-۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.001 گرم
- سانتریفیوژ
- لوله‌های سانتریفیوژ ۵۰ میلی‌لیتری با درپوش
- همزن ورتکسر
- شیکر رفت و برگشتی
- دستگاه کج‌لتک اتوماتیک
- لوله‌های هضم

۳-۶-۱-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول استات آمونیم یک نرمال با $\text{pH}=7.0$ (NH_4OAc , 1N, pH 7.0). برای تهیه ۱۸ لیتر محلول نهائی، مقدار ۱۰۲۶ میلی‌لیتر اسید استیک گلاشیال (۹۹/۵٪) را به ۱۵ لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. مقدار ۱۲۲۴ میلی‌لیتر هیدرواکسید آمونیم غلیظ (NH_4OH) به آن اضافه کنید. محلول را خنک کرده و اجازه دهید یک شب بماند تا با دمای اطاق به تعادل برسد. محلول را بهم زده و با مقدار تقریبی ۴۰ میلی‌لیتر اسید استیک (CH_3COOH) یا هیدروکسید آمونیم (NH_4OH)، pH آن را روی ۷ تنظیم نمایید. سپس با آب مقطر عاری از یون تا حجم ۱۸ لیتر رقیق کنید.
- اتانل ۹۵٪ ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- معرف نسلر. مقدار ۴/۵۶ گرم یدید پتاسیم (KI) به ۳۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. ۵/۶۸ گرم یدید جیوه (HgI_2) به آن اضافه کرده، بهم بزنید تا حل شود. سپس ۱۰ گرم هیدروکسید سدیم (NaOH) در ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. محلول NaOH را به یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و به آرامی محلول K-Hg-I را به آن اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون به حجم رسانده خوب مخلوط کنید. محلول نایستی حاوی ذرات حل نشده باشد. محلول می‌تواند بلافاصله مورد استفاده قرار گیرد. اما برای محافظت از نور آن را در بطری قهوه‌ای نگهداری کنید.
- محلول کلرید پتاسیم ۲ مولار. مقدار ۱۳۴۱/۹ گرم کلرید پتاسیم را به ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید، اجازه دهید محلول با دمای اطاق به تعادل برسد. سپس با آب مقطر عاری از یون به حجم ۹ لیتر برسانید.
- اسید بوریک ۴٪ (v/w)، با معرف بروم کرزول گرین-متیل رد^۱ (۰/۷۵٪ برومو کرزول گرین^۲ و ۰/۰۵٪ متیل رد^۳)
- اسید هیدروکلریدریک (HCl) ۰/۱ نرمال، استاندارد شده. مقدار ۱۶۷ میلی‌لیتر HCl غلیظ در ۲۰ لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید. به روش استاندارد کردن اسیدها مراجعه کنید.
- هیدروکسید سدیم یک مولار (NaOH , 1M). مقدار ۵۰۰ میلی‌لیتر محلول NaOH ۵۰٪ را به ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون به حجم ۹ لیتر برسانید.

۳-۶-۱-۳- روش کار

استخراج کاتیونهای بازی:

۱. مقدار ۲/۵ گرم خاک هوا-خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متری وزن کنید.
۲. نمونه خاک را به یک لوله سانتریفیوژ ۵۰ میلی‌لیتری انتقال دهید.
۳. ۳۳ میلی‌لیتر استات آمونیم یک نرمال به آن اضافه کنید و درب آن را محکم ببندید.
۴. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۵. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات خاک در انتهای لوله جمع گردد.

^۱ - Bromcresol green-methyl red indicator^۲ - Bromcresol green^۳ - Methyl red indicator

۶. مایع روئی را به منظور تعیین کاتیونهای تبادلی (روشهای $C6EMg1$, $C6EK1$, $C6ENa1$ و $C6ECa1$) در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری صاف نموده و نگهداری نمائید.
۷. این عمل (مراحل ۳ تا ۶) را دو بار دیگر تکرار کنید. بعد از هر بار اضافه کردن محلول استات آمونیم، خاک را بوسیله همزن ورتکس بصورت سوسپانسیون در آورید.

خارج کردن استات آمونیم اضافی:

۸. به نمونه خاک داخل لوله مقدار ۳۳ میلی‌لیتر اتانل اضافه نمائید.
۹. ذرات خاک را به کمک همزن ورتکس از ته لوله جدا نموده و خاک را به حالت سوسپانسیون در آورید.
۱۰. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۱۱. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات در ته لوله جمع شود.
۱۲. مایع صاف روئی را بیرون بریزید.
۱۳. عمل شستشو با الکل (مراحل ۸ تا ۱۲) را سه بار تکرار کنید.
۱۴. در انتهای دور سوم چند قطره از عصاره اتانل (مایع صاف روئی) را برداشته و با استفاده از معرف نسلر وجود NH_4^+ را در آن تست کنید. ایجاد رسوب زرد، قرمز تا قرمز قهوه‌ای (تست مثبت) به معنی وجود NH_4^+ می‌باشد. در این صورت، شستشو با اتانل را تکرار کنید و دوباره با معرف نسلر تست کنید. شستشو با اتانل را تا زمانی که تست منفی شود، تکرار کنید.

شستشو با محلول دو مولار کلرید پتاسیم (KCl , 2M):

۱۵. مقدار ۳۳ میلی‌لیتر کلرور پتاسیم به نمونه اضافه نمائید.
۱۶. ذرات خاک را به کمک همزن ورتکس از ته تیوپ جدا نمائید.
۱۷. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۱۸. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات در ته لوله جمع شود.
۱۹. مایع صاف روئی را به یک لوله هضم ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید.
۲۰. عمل شستشو با محلول KCl (مراحل ۱۵ تا ۱۹) را سه بار تکرار کنید.
۲۱. چنانچه عصاره‌ها (مایع صاف روئی مرحله ۱۹) بلافاصله بعد از جمع آوری مورد اندازه‌گیری قرار نمی‌گیرند، آنها را تا زمان اندازه‌گیری در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید.

تقطیر بخار^۱؛ تنظیم، استفاده و اندازه‌گیری:

۲۲. برای کار کردن با دستگاه تقطیر به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید. مطالبی که در زیر می‌آید تنها یک راهنمایی عمومی برای شرایط دستگاه می‌باشد.

^۱ - Steam Distillation

Program: Kjeldahl 1

Receiving solution (boric acid): 30 mL

Water: 0 mL

Alkali (NaOH): 20 mL

Mode: Delay

Time: 1 s

Distillation: Volume

Tube Drain: Yes

۲۳. نرمالیتته اسید استاندارد شده را اندازه‌گیری کنید.

۲۴. لوله را به واحد تقطیر متصل کنید. درب ایمنی دستگاه را ببندید. تقطیر و تیتراسیون بطور خودکار انجام می‌شود. مقدار تیترا کننده در واحد تیترا شونده را ثبت کنید.

۳-۶-۱-۴- محاسبات

ظرفیت تبادل کاتیونی خاک در $\text{pH}=7$ با استفاده از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$CEC = \frac{Titer \times N \times R \times 100}{SW} \quad [25-3]$$

که در آن:

CEC : ظرفیت تبادل کاتیونی بر حسب $(\text{meq } 100 \text{ g}^{-1})$

$Titer$: حجم محلول تیترا کننده نمونه (mL)

N : نرمالیتته HCl تیترا کننده

R : نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک یا نسبت جرمی خاک با رطوبت مزرعه به خاک آون-خشک (روش PIM)

100 : فاکتور تبدیل کننده بر پایه ۱۰۰ گرم

SW : جرم نمونه خاک به کار رفته (g)

۳-۶-۱-۵- گزارش نتایج

مقدار ظرفیت تبادل کاتیونی خاک در $\text{pH}=7$ ($\text{CEC}-7$) با دقت $(\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1})$ $0.1 \text{ meq } 100\text{g}^{-1}$ گزارش می‌شود.

۳-۶-۱-۶- نکات

(الف): اشباع نشدن کامل خاک با NH_4^+ و خارج نشدن ناقص NH_4^+ بزرگترین خطاهای این روش می‌باشند.

(ب): اتانل ممکن است مقداری از NH_4^+ جذب شده در مکانهای تبدلی را خارج کند. در خاکهایی که اتانل NH_4^+ جذب شده را خارج می‌کند از شستشو دهنده‌های ایزوپروپانول استفاده کنید.

(ج): خاکهای دارای مقادیر زیاد ورمی‌کولایت می‌توانند NH_4^+ را به صورت غیر قابل برگشت تثبیت کنند.

(د): خاکهایی که دارای مقادیر زیاد کربناتهای محلول هستند می‌توانند pH عصاره‌گیر را تغییر دهند و یا ناخواسته مقادیر کاتیون در عصاره را افزایش دهند.

(هـ): این روش، CEC "مزرعه‌ای" خاکهای با $\text{pH} < 7$ را بیش برآورد می‌کند (سامر و میلر، ۱۹۹۶).

۳-۶-۱-۷-ایمنی

هنگام تهیه معرفها به خصوص اسیدها و بازهای غلیظ پوشش محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ آستین، و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک، یا شیشه محافظ) بپوشید. توزین اسیدها و بازهای غلیظ را در زیر هود انجام دهید. بعد از کار کردن با محلولها دستهای خود را کاملاً بشوئید. از دوش و چشم‌شوی اضطراری برای رقیق کردن اسید و باز پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید پاشیده شده از بی‌کربنات سدیم استفاده کنید. معرف نسلر حاوی جیوه می‌باشد که سمی است. دفع مناسب معرف نسلر و تمیز کردن وسایلی که با معرف نسلر در تماس بوده‌اند ضروری است. اتانل قابل اشتعال می‌باشد. از جرقه‌ها و آتش بدون محافظ اجتناب کنید. وسایل استاندارد اطفاء حریق آزمایشگاهی از قبیل پتوهای مقابله با آتش و کپسول آتش‌نشانی برای مواقع ضروری در دسترس داشته باشید. هنگامی که از دستگاه کجالتک اتو آنالیز استفاده می‌کنید از دستورالعمل ایمنی کارخانه سازنده پیروی کنید.

۳-۶-۱-۸-منابع

1. Peech, M., L.T. Alexander, L.A. Dean, and J.F. Reed. 1947. Methods of soil analysis for soil fertility investigations. USDA Circ. 757, 25 pp.
2. Sumner, M.E., and W.P. Miller. 1996. Cation exchange capacity and exchange coefficients. p. 1201-1229. In: D.L. Sparks (ed.) Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. No. 5. ASA and SSSA, Madison, WI.

۳-۶-۲- ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر: NH_4Cl (CEC) (کد روش C6CEC-E)

در این روش ظرفیت تبادل کاتیونی خاک (CEC) با استفاده از یک نمک غیر بافر طبیعی (NH_4Cl) در آزمایشگاه تعیین می‌گردد. اندازه‌گیری ظرفیت تبادل کاتیونی با NH_4Cl ، تخمینی از ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر (ECEC) خاک را فراهم می‌کند (پیچ و همکاران، ۱۹۴۷). برای یک خاک با $\text{pH} < 7.0$ ، مقدار ECEC بایستی کمتر از CEC اندازه‌گیری شده با محلول بافر در $\text{pH} 7$ باشد. ظرفیت تبادل کاتیونی اندازه‌گیری شده با NH_4Cl تقریباً برابر با بازهای قابل استخراج با استات آمونیم (NH_4OAc) به اضافه آلومینیوم قابل استخراج با KCl برای خاکهای غیر آهکی می‌باشد. در آزمایشگاه شناسائی خاک روش تعیین ECEC کمتر استفاده می‌شود.

جایگزینی بعد از شستشو اساس این روش می‌باشد. در این روش، CEC با اشباع کردن مکانهای تبدالی با یک کاتیون شاخص (NH_4^+) ، شستن نمک اشباع اضافی از خاک، و سپس جایگزینی، استخراج و اندازه‌گیری کاتیون شاخص (NH_4^+) جذب شده توسط خاک تعیین می‌گردد. نمونه خاک با استفاده از کلرید آمونیم یک نرمال اشباع می‌شود. سپس نمونه خاک برای خارج کردن NH_4^+ که جذب نشده با اتانل شسته می‌شود. در نهایت برای استخراج NH_4^+ جذب شده توسط خاک با کلرید پتاسیم دو مولار شسته می‌شود. میزان NH_4^+ در عصاره به دست آمده از شستشوی خاک با کلرید پتاسیم، بوسیله تقطیر و تیتراسیون اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۶-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.001 گرم
- سانتریفیوژ
- لوله‌های سانتریفیوژ ۵۰ میلی‌لیتری با درپوش
- همزن ورتکسر
- شیکر رفت و برگشتی
- دستگاه کج‌لتک اتوماتیک
- لوله‌های هضم

۳-۶-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول کلرید آمونیم یک نرمال (NH_4Cl , 1N). مقدار ۵۳۵ گرم NH_4Cl را در آب مقطر عاری از یون حل کرده و تا حجم ۱۰ لیتر رقیق کنید.
- اتانل ۹۵٪ ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- معرف نسلر. مقدار ۴/۵۶ گرم یدید پتاسیم (KI) به ۳۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. ۵/۶۸ گرم یدید جیوه (HgI_2) به آن اضافه کرده، بهم بزنید تا حل شود. سپس ۱۰ گرم هیدروکسید سدیم (NaOH) در ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. محلول NaOH را به یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و به آرامی محلول K-Hg-I را به آن اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون به حجم رسانده خوب مخلوط کنید. محلول نبایستی حاوی ذرات حل نشده باشد. محلول می‌تواند بلافاصله مورد استفاده قرار گیرد. اما برای محافظت از نور آن را در بطری قهوه‌ای نگهداری کنید.
- محلول کلرید پتاسیم ۲ مولار. مقدار ۱۳۴۱/۹ گرم کلرید پتاسیم را در ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. اجازه دهید محلول با دمای اطاق به تعادل برسد، سپس با آب مقطر عاری از یون به حجم ۹ لیتر برسانید.
- اسید بوریک ۴٪ (v/w)، با معرف بروم کرزول گرین - متیل رد^۱ (۰/۰۷۵٪ بروم کرزول گرین^۲ و ۰/۰۵٪ متیل رد^۳)
- اسید هیدروکلریدریک (HCl)، ۰/۱ نرمال، استاندارد شده. مقدار ۱۶۷ میلی‌لیتر HCl غلیظ در ۲۰ لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید.
- هیدروکسید سدیم یک مولار (NaOH, 1M). مقدار ۵۰۰ میلی‌لیتر محلول NaOH ۵۰٪ را به ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون به حجم ۹ لیتر برسانید.

۳-۶-۳- روش کار

استخراج کاتیونهای بازی:

^۱ - Bromcresol green-methyl red indicator^۲ - Bromcresol green^۳ - Methyl red indicator

۱. مقدار ۵ گرم خاک هوا-خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متری وزن کنید.
۲. نمونه خاک را به یک لوله سانتریفیوژ ۵۰ میلی‌لیتری انتقال دهید.
۳. ۳۳ میلی‌لیتر کلرید آمونیم یک نرمال به آن اضافه کنید و درب آن را محکم ببندید.
۴. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۵. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات خاک در انتهای لوله جمع گردد.
۶. مایع روئی را به منظور تعیین کاتیونهای تبادل (روشهای $C6ENa2$, $C6EK2$, $C6EMg2$ و $C6ECa2$) در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی‌لیتری صاف نموده و نگهداری نمائید.
۷. این عمل (مراحل ۳ تا ۶) را دو بار دیگر تکرار کنید. بعد از هر بار اضافه کردن محلول استات آمونیم، خاک را بوسیله همزن ورتکس بصورت سوسپانسیون در آورید.

خارج کردن کلرید آمونیم اضافی:

۸. به نمونه خاک داخل لوله مقدار ۳۳ میلی‌لیتر اتانل اضافه نمائید.
۹. ذرات خاک را به کمک همزن ورتکس از ته لوله جدا نموده و خاک را به حالت سوسپانسیون در آورید.
۱۰. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۱۱. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات در ته لوله جمع شود.
۱۲. مایع صاف روئی را به بیرون بریزید.
۱۳. عمل شستشو با الک (مراحل ۸ تا ۱۲) را سه بار تکرار کنید.
۱۴. در انتهای دور سوم چند قطره از عصاره اتانل (مایع صاف روئی) را برداشته و با استفاده از معرف نسلر وجود NH_4^+ را در آن تست کنید. ایجاد رسوب زرد، قرمز تا قرمز قهوه‌ای (تست مثبت) به معنی وجود NH_4^+ می‌باشد. در این صورت، شستشو با اتانل را تکرار کنید و دوباره با معرف نسلر تست کنید. شستشو با اتانل را تا زمانی که تست منفی شود تکرار کنید.

شستشو با محلول دو مولار کلرید پتاسیم (KCl , 2M):

۱۵. مقدار ۳۳ میلی‌لیتر کلرور پتاسیم به نمونه اضافه نمائید.
۱۶. ذرات خاک را به کمک همزن ورتکس از ته تیوپ جدا نمائید.
۱۷. محتویات لوله را به مدت پنج دقیقه در شیکر رفت و برگشتی قرار دهید.
۱۸. پس از شیکر کردن، نمونه را به مدت پنج دقیقه در سانتریفیوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا تمام ذرات در ته لوله جمع شود.
۱۹. مایع صاف روئی را به یک لوله هضم ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید.
۲۰. عمل شستشو با محلول KCl (مراحل ۱۵ تا ۱۹) را سه بار تکرار کنید.

۲۱. چنانچه عصاره‌ها (مایع صاف روئی مرحله ۱۹) بلافاصله بعد از جمع آوری مورد اندازه‌گیری قرار نمی‌گیرند، آنها را تا زمان اندازه‌گیری در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید.

تقطیر بخار؛ تنظیم، استفاده و اندازه‌گیری:

۲۲. برای کار کردن با دستگاه تقطیر به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید. مطالبی که در زیر می‌آید تنها یک راهنمایی عمومی برای شرایط دستگاه می‌باشد.

Program: Kjeldahl 1

Receiving solution (boric acid): 30 mL

Water: 0 mL

Alkali (NaOH): 20 mL

Mode: Delay

Time: 1 s

Distillation: Volume

Tube Drain: Yes

۲۳. نرمالیتته اسید استاندارد شده را اندازه‌گیری کنید.

۲۴. لوله را به واحد تقطیر متصل کنید. درب ایمنی دستگاه را ببندید. تقطیر و تیتراسیون بطور خودکار انجام می‌شود. مقدار تیترا کننده در واحد تیترا شونده را ثبت کنید.

۳-۶-۲-۴- محاسبات

ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر خاک با استفاده از رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$CEC = \frac{Titer \times N \times R \times 100}{SW} \quad [۲۶-۳]$$

که در آن:

CEC : ظرفیت تبادل کاتیونی بر حسب ($\text{meq } 100 \text{ g}^{-1}$)

$Titer$: حجم محلول تیترا کننده نمونه (mL)

N : نرمالیتته HCl تیترا کننده

R : نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک یا نسبت جرمی خاک با رطوبت مزرعه به خاک آون-خشک (روش P1M)

100 : فاکتور تبدیل کننده بر پایه ۱۰۰ گرم

SW : جرم نمونه خاک به کار رفته (g)

۳-۶-۲-۵- گزارش

ظرفیت تبادل کاتیونی مؤثر خاک (CEC نمکهای خنثی) را با دقت ($\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$) $0.1 \text{ meq } 100\text{g}^{-1}$ گزارش کنید.

۳-۶-۲-۶- نکات

(الف): اشباع نشدن کامل خاک با NH_4^+ و خارج نشدن ناقص NH_4^+ بزرگترین خطاهای این روش می‌باشند.

(ب) : اتانل ممکن است مقداری از NH_4^+ جذب شده در مکانهای تبدلی را خارج کند. در خاکهایی که اتانل NH_4^+ جذب شده را خارج می‌کند از شستشو دهنده‌های ایزوپروپانول استفاده کنید.

(ج) : خاکهای دارای مقادیر زیاد ورمی‌کولایت می‌توانند NH_4^+ را به صورت غیر قابل برگشت تثبیت کنند.

۳-۶-۲-۷-ایمنی

هنگام تهیه معرفها به خصوص اسیدها و بازهای غلیظ پوشش محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ آستین، و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک، یا شیشه محافظ) بپوشید. توزین اسیدها و بازهای غلیظ را در زیر هود انجام دهید. بعد از کار کردن با محلولها دستهای خود را کاملاً بشوئید. از دوش و چشم‌شوی اضطراری برای رقیق کردن اسید و باز پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید پاشیده شده از بی‌کربنات سدیم استفاده کنید. معرف نسلر حاوی جیوه می‌باشد که سمی است. دفع مناسب معرف نسلر و تمیز کردن وسایلی که با معرف نسلر در تماس بوده‌اند ضروری است. اتانل قابل اشتعال می‌باشد. از جرقه‌ها و آتش بدون محافظ اجتناب کنید. وسایل استاندارد اطفاء حریق آزمایشگاهی از قبیل پتوهای مقابله با آتش و کپسول آتش‌نشانی برای مواقع ضروری در دسترس داشته باشید. هنگامی که از دستگاه کج‌لتک اتو آنالیز استفاده می‌کنید از دستورالعمل ایمنی کارخانه پیروی کنید.

۳-۶-۲-۸-منابع

1. Peech, M., L.T. Alexander, L.A. Dean, and J.F. Reed. 1947. Methods of soil analysis for soil fertility investigations. USDA Circ. 757, 25 pp.

۳-۶-۳- کاتیونهای تبدلی قابل استخراج با استات آمونیم، NH_4OAc (کد روش C6EKA1، C6ENA1، C6EKA1، C6EMg1)

معمولاً فرض می‌شوند که کاتیونهای بازی (Na^+ ، K^+ ، Mg^{2+} ، Ca^{2+}) قابل استخراج با عصاره گیر NH_4OAc (روش C6CEC-7) کاتیونهایی هستند که روی مکانهای تبادل کاتیونی خاک می‌باشند. استفاده از واژه کاتیونهای بازی قابل استخراج نسبت به واژه کاتیونهای تبدلی ترجیح داده می‌شود زیرا ممکن است کاتیونهای بازی محلول منبع دیگری نیز داشته باشند. فراوانی کاتیونهای بازی معمولاً از این توالی $\text{Na}^+ > \text{K}^+ > \text{Mg}^{2+} > \text{Ca}^{2+}$ پیروی می‌کند. انحراف از این ترتیب نشانه این است که برخی عوامل مانند کربنات کلسیم آزاد یا گچ، سرپانتیت (با Mg^{2+} بالا)، یا مواد ناتریک (با Na^+ بالا) شیمی خاک را تغییر داده‌اند. عصاره‌هایی که با این روش برای تعیین Ca^{2+} در حضور کربنات کلسیم آزاد یا گچ و یا برای تعیین K^+ در خاکهایی که در آنها میکا و ورمی‌کولایت غالب می‌باشد تهیه می‌شود بسیار مشکوک می‌باشند (توماس، ۱۹۸۲).

عصاره‌ای که در روش C6CEC-7 با استات آمونیم به دست می‌آید با یک بازدارنده یونیزاسیون (La_2O_3) رقیق می‌شود. کاتیونهای درون عصاره با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی^۱ (AAS) اندازه‌گیری می‌شود. اندازه‌گیری کاتیونهای درون عصاره با جذب نور حاصل از یک لامپ هالوکاتد انجام می‌گیرد. یک جابجا کننده اتوماتیک نمونه، برای جدا کردن نمونه‌های مختلف استفاده

¹ - Atomic absorption spectrophotometer

می‌شود. دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، میزان جذب نور را به غلظت کاتیونهای درون عصاره تبدیل می‌کند. داده‌ها بوسیله یک میکروکامپیوتر و چاپگر ثبت و چاپ می‌شوند. در مواقعی که جابجا کننده اتوماتیک، کامپیوتر و چاپگر به دستگاه متصل نباشد تعویض نمونه‌ها و ثبت داده‌ها به صورت دستی انجام می‌گیرد. کاتیون‌های عصاره‌گیری شده با استات آمونیم (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+) بر حسب $\text{meq } 100 \text{ g}^{-1} \text{ soil}$ یا $(\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1})$ گزارش می‌شود.

۳-۶-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.001 گرم
- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)
- جابجا کننده خودکار نمونه‌ها (Autosampler)
- کامپیوتر همراه با نرم افزار AA WinLab و چاپگر
- رگولاتور ساده (Single-stage)، استیلن

۳-۶-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید هیدروکلریک غلیظ، ۱۲ نرمال (HCl , 12N)
- محلول ۱:۱، اسید هیدروکلریک (HCl) به آب مقطر عاری از یون ۶ نرمال. یک قسمت اسید غلیظ HCl با یک قسمت آب مقطر عاری از یون به دقت مخلوط کنید.
- هیدروکسید آمونیم (NH_4OH)، با وزن مخصوص 0.90
- اسید استیک گلاشیال ۹۹/۵٪ (CH_3COOH)
- سیلندر هوای فشرده یا کمپرسور برای تأمین هوای فشرده همراه با رگولاتور و فیلتر تصفیه هوا از رطوبت و گرد و غبار
- گاز استیلن، با خلوص ۹۹/۶٪
- محلول استات آمونیم یک نرمال با $\text{pH}=7.0$ (NH_4OAc , 1N, pH 7.0). مقدار ۱۰۲۶ میلی‌لیتر اسید استیک گلاشیال (۹۹/۵٪) را به ۱۵ لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه نمائید. مقدار ۱۲۲۴ میلی‌لیتر هیدرواکسید آمونیم غلیظ (NH_4OH) به آن اضافه کنید. محلول را خنک کرده و اجازه دهید یک شب بماند تا با دمای اطاق به تعادل برسد. محلول را به هم زده و در صورت نیاز با اسید استیک (CH_3COOH) یا هیدروکسید آمونیم (NH_4OH)، pH آن را روی ۷ تنظیم نمائید. سپس با آب مقطر عاری از یون تا حجم ۱۸ لیتر رقیق کنید. محلول استات آمونیم (NH_4OAc) برای استخراج کاتیون‌ها (روش C6CEC-7) نیز استفاده می‌شود.
- محلول استات آمونیم دو نرمال با $\text{pH}=7.0$ (NH_4OAc , 2N, pH 7.0). مقدار ۲۲۸ میلی‌لیتر اسید استیک گلاشیال (۹۹/۵٪) را با ۱۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون مخلوط کنید. در هنگام بهم زدن به دقت ۲۷۲ میلی‌لیتر هیدرواکسید آمونیم غلیظ (NH_4OH) به آن اضافه کنید. محلول را خنک کرده و اجازه دهید یک شب بماند تا با دمای اطاق به تعادل

^۱ - Specific gravity

برسد. محلول را بهم زده و با اسید استیک (CH_3COOH) یا هیدروکسید آمونیوم (NH_4OH)، pH آن را روی ۷ تنظیم نمائید. سپس با آب مقطر عاری از یون تا حجم دو لیتر رقیق کنید.

- محلول مادری لانتانیوم بازدارنده یونیزاسیون^۱ (SLISS)، با غلظت ۶۵۰۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1})، مقدار ۱۵۲/۴ گرم اکسید لانتانیوم (La_2O_3) را توزین کرده و ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون به آن اضافه نمائید. ۵۰۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک ۶ نرمال را برای حل کردن اکسید لانتانیوم بطور آرام و پیوسته اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون محلول را به حجم دو لیتر برسانید. سپس آن را صاف نموده و در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

- محلول لانتانیوم مانع یونیزاسیون کاربردی^۲ (WLISS)، با غلظت ۲۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1})، مقدار ۶۱/۵ میلی‌لیتر SLISS را با ۱۸۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید. حجم نهایی را با آب مقطر عاری از یون به دو لیتر برسانید. سپس محلول را کاملاً مخلوط نموده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

- محلولهای استاندارد مادری اولیه^۳ (PSSS)، برای Ca ، Mg ، K و Na با خلوص بالای ۱۰۰۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}).

- محلول مخلوط استاندارد مادری کاربردی^۴ (WSMSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد. برای تهیه هر یک از این محلولهای مخلوط، مقدار ۲۵۰ میلی‌لیتر اسید استیک دو نرمال را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی‌لیتری ریخته و مقادیر تعیین شده زیر را از محلولهای استاندارد مادری اولیه (PSSS)، به آن اضافه کنید. سپس با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. برای مخلوط شدن کامل آنرا وارونه کنید و در یک ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شوند. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. برای تهیه WSMSS با غلظت‌های مختلف به شرح زیر عمل کنید:

۱. محلول استاندارد WSMSS با غلظت زیاد: ۹۰ میلی‌لیتر Ca-PSSS ، ۷/۵ میلی‌لیتر Mg-PSSS ، ۲۰ میلی‌لیتر K-PSSS ، و ۱۰۰ میلی‌لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱۸۰، ۱۵، ۴۰ و ۲۰۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۲. محلول استاندارد WSMSS با غلظت متوسط: ۶۰ میلی‌لیتر Ca-PSSS ، ۵ میلی‌لیتر Mg-PSSS ، ۱۰ میلی‌لیتر K-PSSS ، و ۵۰ میلی‌لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱۲۰، ۱۰، ۲۰ و ۱۰۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۳. محلول استاندارد WSMSS با غلظت کم: ۳۰ میلی‌لیتر Ca-PSSS ، ۲/۵ میلی‌لیتر Mg-PSSS ، ۵ میلی‌لیتر K-PSSS ، و ۱۰ میلی‌لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۶۰، ۵، ۱۰ و ۲۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۴. محلول استاندارد WSMSS با غلظت خیلی کم: ۱۲/۵ میلی‌لیتر Ca-PSSS ، ۰/۲۵ میلی‌لیتر Mg-PSSS ، ۰/۱۲۵ میلی‌لیتر K-PSSS ، و ۵ میلی‌لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۲۵، ۰/۵، ۰/۲۵ و ۱۰ میلی‌گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

^۱ - Stock lanthanum ionization suppressant solution

^۲ - Working lanthanum ionization suppressant solution

^۳ - Primary stock standards solutions

^۴ - Working stock mixed standards solution

۵. محلول شاهد WSMSS: مقدار صفر میلی‌لیتر Na-PSSS، K-PSSS، Mg-PSSS، Ca-PSSS.
- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی^۱ (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد. برای تهیه هر یک از این محلولها، یک قسمت از هر یک از WSMSS را با ۱۹ قسمت WLISS (نسبت ۱:۲۰) رقیق کنید، به طوریکه غلظت نهایی برای MCSS بصورت زیر گردد:
۱. استاندارد MCSS با غلظت بالا: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۹، ۰/۷۵، ۲ و ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
 ۲. استاندارد MCSS با غلظت متوسط: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۶، ۰/۵، ۱ و ۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
 ۳. استاندارد MCSS با غلظت کم: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۳، ۰/۲۵، ۰/۵ و ۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
 ۴. استاندارد MCSS با غلظت خیلی کم: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱/۲۵، ۰/۲۵، ۰/۱۲۵ و ۰/۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
 ۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم.

۳-۳-۶-۳- روش کار

رقیق کردن استانداردهای کالبراسیون و عصاره نمونه‌ها:

یک قسمت از عصاره هر نمونه که توسط استات آمونیم (NH_4OAc) عصاره گیری شده است را با ۱۹ قسمت از WLISS رقیق کنید (رقت ۱:۲۰).

محلول‌های رقیق شده نمونه را در داخل لوله‌های آزمایش که در نگهدارنده نمونه قرار دارند توزیع کنید.

تنظیم و کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS):

برای کار کردن با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید. مطالبی که در جدول ۳-۸ ارائه شده تنها یک راهنمای خیلی کلی برای شرایط دستگاه برای کاتیونهای مختلف درون عصاره می‌باشد.

جدول شماره ۳-۸- برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)

کاتیون	غلظت (mg L^{-1})	برنر و زاویه	طول موج (nm)	اسلیت (mm)	اکسیدانت/سوخت ($\text{C}_2\text{H}_2/\text{Air}$)
Ca	۹/۰	10 cm @ 0°	۴۲۲/۷	۰/۷	1.5/10.0
Mg	۰/۷۵	10 cm @ 0°	۲۸۵/۲	۰/۷	1.5/10.0
K	۲/۰	10 cm @ 0°	۷۶۶/۵	۰/۷	1.5/10.0
Na	۱۰/۰	10 cm @ 30°	۵۸۹/۰	۰/۲	1.5/10.0

^۱ - Mixed calibration standard solutions

دستگاه را با استفاده محلولهای مخلوط استاندارد (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد واسنجی کنید. در این صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخهای دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.

اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه ابتدا با استات آمونیم یک نرمال به نسبت‌های لازم مانند ۱:۵، ۱:۲۰، ۱:۱۰۰ و غیره رقیق شده و سپس با WLSS به نسبت ۱:۲۰ رقیق می‌شود.

به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS) انجام دهید. اگر اختلاف قرائتها کمتر از ۱٪ نبود، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.

قرائت غلظت کاتیون در عصاره را با دقت ۰/۰۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) ثبت کنید.

۳-۶-۳-۴- محاسبات

قرائت دستگاه برای غلظت آنالیت بر حسب میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است. برای محاسبه غلظت هر کاتیون در عصاره بر حسب meq 100 g^{-1} از رابطه زیر استفاده می‌شود:

$$[\text{meq 100 g}^{-1}] = [A \times C \times R \times 100] / [10 \times E \times F] \quad [27-3]$$

که در آن:

A؛ غلظت کاتیون (Na, K, Mg, Ca) در عصاره (mg L^{-1})

C؛ رقت، اگر انجام شده باشد

R؛ نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک یا نسبت جرمی خاک با رطوبت مزرعه به خاک آون-خشک (روش PIM)

۱۰۰؛ فاکتور تبدیل (بر اساس 100-g)

۱۰؛ نسبت تبدیل میلی گرم در لیتر به میلی گرم در ۱۰۰ میلی لیتر (حجم عصاره اولیه)

E؛ وزن نمونه خاک (g)

F؛ وزن اکی والان عنصر (mg meq^{-1})، که برای کلسیم (Ca^{+2})، منیزیم (Mg^{+2})، سدیم (Na^{+}) و پتاسیم (K^{+}) به ترتیب برابر با ۲۰/۰۴، ۱۲/۱۵، ۲۲/۹۹ و ۳۹/۱۰ میلی گرم بر میلی اکی والان (mg meq^{-1}) می‌باشد.

۳-۶-۳-۵- گزارش نتایج

مقادیر غلظت Ca^{2+} ، Mg^{2+} ، Na^{+} و K^{+} قابل استخراج با استات آمونیم را با دقت ۰/۱ میلی اکی والان در ۱۰۰ گرم خاک یا ($\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$) گزارش کنید.

۳-۶-۳-۶- نکات

(الف): چهار نوع خطا (ماتریکس، طیفی، شیمیایی و یونیزاسیون) در اندازه‌گیری این کاتیونها وجود دارد. اهمیت این خطاها بسته به کاتیون انتخاب شده، فرق می‌کند.

(ب): از لوله‌های بروسیلیکات استفاده نکنید، زیرا پتانسیل خارج کردن کاتیونها از محلول را دارد.

(ج): هنگام عصاره گیری کاتیون‌های تبادلی، حضور کاتیونهای محلول باعث افزایش غلظت کاتیون در محلول عصاره گیری (بطور مثال استات آمونیم در $\text{pH}=7.0$ (روش C6CEC-7) می‌گردد. حل شدن نمکها بوسیله عصاره گیر ایجاب می‌کند که کاتیونهای محلول بصورت مستقل تعیین شده و یک تصحیح در کاتیونهای تبادلی صورت گیرد. بنابراین، در خاکهای با نمکهای محلول یا کربناتها، برای تعیین کاتیونهای تبادلی، مقدار کاتیونهای محلول (meqL^{-1} محلول) بایستی بصورت جداگانه اندازه‌گیری شده و پس از تبدیل به میلی‌اکی والان در ۱۰۰ گرم خاک یا ($\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$)، از مقدار قابل استخراج بصورت زیر کم گردد:

$$\text{Exchangeable} = \text{Extractable} - \text{Soluble}$$

(د): حضور کربناتهای قلیایی خاکی از تعیین دقیق کلسیم و منیزیم تبادلی ممانعت می‌کند.

۳-۶-۷- ایمنی

لباس محافظ پوشیده و محافظ چشم بزنید. هنگامی که محلولها را تهیه می‌کنید، مراقبتهای ویژه را اعمال کنید. اسید کلریدریک غلیظ را منحصراً در زیر هود استفاده کنید. بسیاری از نمکهای فلزات بی نهایت سمی هستند و ممکن است کشنده باشند. بعد از استفاده از این نمکهای فلزی (تماس دست با آنها) دستها را بطور کامل بشوئید. هنگام استفاده از گازهای فشرده روشهای استاندارد آزمایشگاهی را رعایت کنید. استیلن به شدت آتش زا است. از شعله و جرقه اکیداً خوداری کنید. وسایل اطفاء حریق آزمایشگاهی استاندارد شامل پتوها و کپسول آتش نشانی برای مواقع ضروری در دسترس باشد. احتیاطهای ایمنی کارخانه را در هنگام استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS) رعایت کنید.

۳-۶-۸- منابع

1. Thomas, G.W. 1982. Exchangeable Cations. p. 159-165. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.

۳-۶-۴- کاتیونهای تبادلی، قابل استخراج با NH_4Cl (روش C6ECa2, C6EMg2, C6EK2, C6ENa2)

معمولاً فرض می‌شود که کاتیونهای بازی (Ca^{2+} و Mg^{2+} , K^+ , Na^+) قابل استخراج با عصاره گیر NH_4Cl (روش C6CEC-E) کاتیونهایی هستند که روی مکانهای تبادل کاتیونی خاک می‌باشند. فراوانی کاتیونهای بازی معمولاً از این توالی $\text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+} > \text{K}^+ > \text{Na}^+$ پیروی می‌کند. انحراف از این ترتیب نشانه این است که برخی عوامل مانند کربنات کلسیم آزاد یا گچ، سرپانتیت (با Mg^{2+} بالا)، یا مواد ناتریک (با Na^+ بالا) شیمی خاک را تغییر داده‌اند. عصاره‌هایی که با این روش برای تعیین Ca^{2+} در حضور کربنات کلسیم آزاد یا گچ و یا برای تعیین K^+ در خاکهایی که در آنها میکا و ورمی کولایت غالب می‌باشد تهیه می‌شود بسیار مشکوک می‌باشند (توماس، ۱۹۸۲).

عصاره‌ای که در روش C6CEC-E با کلرید آمونیم به دست می‌آید با یک بازدارنده یونیزاسیون (La_2O_3) رقیق می‌شود. کاتیونهای درون عصاره با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS) اندازه‌گیری می‌شود. اندازه‌گیری کاتیونهای درون عصاره با

جذب نور حاصل از یک لامپ هالوکاتود انجام می‌گیرد. یک جابجا کننده اتوماتیک نمونه، برای جدا کردن نمونه‌های مختلف استفاده می‌شود. دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، میزان جذب نور را به غلظت کاتیون درون عصاره تبدیل می‌کند. داده‌ها بوسیله یک میکروکامپیوتر و چاپگر ثبت و چاپ می‌شوند. در مواقعی که جابجا کننده اتوماتیک، کامپیوتر و چاپگر به دستگاه متصل نباشد تعویض نمونه‌ها و ثبت داده‌ها به صورت دستی انجام می‌گیرد. کاتیون‌های عصاره‌گیری شده با کلرید آمونیم (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+) بر حسب $\text{meq } 100 \text{ g}^{-1} \text{ soil}$ یا $\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1}$ گزارش می‌شود.

۳-۶-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.001 گرم
- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)
- جابجا کننده خودکار نمونه‌ها (Autosampler)
- کامپیوتر همراه با نرم افزار AA WinLab و چاپگر
- رگولاتور ساده (Single-stage)، استیلن

۳-۶-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید هیدروکلریک غلیظ، ۱۲ نرمال (HCl , 12N)
- محلول ۱:۱، اسید هیدروکلریک (HCl) به آب مقطر عاری از یون ۶ نرمال. یک قسمت اسید غلیظ HCl را به دقت با یک قسمت آب مقطر عاری از یون مخلوط کنید.
- سیلندر هوای فشرده یا کمپرسور برای تأمین هوای فشرده همراه با رگولاتور و فیلتر تصفیه هوا از رطوبت و گرد و غبار
- گاز استیلن، با خلوص ۹۹/۶٪
- محلول آمونیوم کلراید یک نرمال (NH_4Cl , 1N). مقدار ۵۳/۵ گرم NH_4Cl را در آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید.
- محلول مادری لانتانیم بازدارنده یونیزاسیون^۱ (SLISS)، با غلظت ۶۵۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). مقدار ۱۵۲/۴ گرم اکسید لانتانیم (La_2O_3) را توزین کرده و ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون به آن اضافه نمائید. ۵۰۰ میلی لیتر اسید کلریک ۶ نرمال را برای حل کردن اکسید لانتانیم بطور آرام و پیوسته اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون محلول را به حجم دو لیتر برسانید. سپس آن را صاف نموده و در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- محلول لانتانیم مانع یونیزاسیون کاربردی (WLISS)، با غلظت ۲۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). مقدار ۶۱/۵ میلی لیتر SLISS را با ۱۸۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید. حجم نهایی محلول را با آب مقطر عاری از یون به دو لیتر برسانید. محلول را کاملاً مخلوط نموده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری نمائید.

^۱ - Stock lanthanum ionization suppressant solution

- محلولهای استاندارد مادری اولیه^۱ (PSSS)، برای Ca، Mg، K، و Na با خلوص بالای ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}).
- محلول مخلوط استاندارد مادری کاربردی^۲ (WSMSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد. برای تهیه هر یک از این محلولهای مخلوط، مقدار ۲۵۰ میلی لیتر اسید استیک دو نرمال را در یک بالن حجم سنجی ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و مقادیر تعیین شده زیر را از محلولهای استاندارد مادری اولیه (PSSS)، به آن اضافه کنید. سپس با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. برای مخلوط شدن کامل آنرا وارونه کنید و در یک ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شوند. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. برای تهیه WSMSS با غلظت‌های مختلف به شرح زیر عمل کنید:
- ۱. محلول استاندارد WSMSS با غلظت زیاد: ۹۰ میلی لیتر Ca-PSSS، ۷/۵ میلی لیتر Mg-PSSS، ۲۰ میلی لیتر K-PSSS و ۱۰۰ میلی لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱۸۰، ۱۵، ۴۰ و ۲۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
- ۲. محلول استاندارد WSMSS با غلظت متوسط: ۶۰ میلی لیتر Ca-PSSS، ۵ میلی لیتر Mg-PSSS، ۱۰ میلی لیتر K-PSSS و ۵۰ میلی لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱۲۰، ۱۰، ۲۰ و ۱۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
- ۳. محلول استاندارد WSMSS با غلظت کم: ۳۰ میلی لیتر Ca-PSSS، ۲/۵ میلی لیتر Mg-PSSS، ۵ میلی لیتر K-PSSS و ۱۰ میلی لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۶۰، ۵، ۱۰ و ۲۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
- ۴. محلول استاندارد WSMSS با غلظت خیلی کم: ۱۲/۵ میلی لیتر Ca-PSSS، ۰/۲۵ میلی لیتر Mg-PSSS، ۰/۱۲۵ میلی لیتر K-PSSS و ۵ میلی لیتر Na-PSSS با هم مخلوط کنید. محلول نهایی از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۲۵، ۰/۵، ۰/۲۵ و ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
- ۵. محلول شاهد WSMSS: مقدار صفر میلی لیتر Ca-PSSS، Mg-PSSS، K-PSSS و Na-PSSS.
- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی^۳ (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد. برای تهیه هر یک از این محلولها، یک قسمت از هر یک از WSMSS را با ۱۹ قسمت WLISS (نسبت ۱:۲۰) رقیق کنید، به طوریکه غلظت نهایی برای MCSS بصورت زیر گردد:
- ۱. استاندارد MCSS با غلظت بالا: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۹، ۰/۷۵، ۲ و ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
- ۲. استاندارد MCSS با غلظت متوسط: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۶، ۰/۵، ۱ و ۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.

^۱ - Primary stock standards solutions

^۲ - Working stock mixed standards solution

^۳ - Mixed calibration standard solutions

۳. استاندارد MCSS با غلظت کم: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۳، ۰/۲۵، ۰/۵ و ۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
۴. استاندارد MCSS با غلظت خیلی کم: از نظر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم به ترتیب دارای غلظت ۱/۲۵، ۰/۲۵، ۰/۱۲۵ و ۰/۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است.
۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم.

۳-۶-۳-۴-۳ روش کار

رقیق کردن استانداردهای واسنجی و عصاره نمونه‌ها:

۱. یک قسمت از عصاره هر نمونه که بوسیله محلول NH_4Cl استخراج شده اند را با ۱۹ قسمت از WLSS رقیق کنید (رقت ۱:۲۰).
۲. محلول‌های رقیق شده نمونه را در داخل لوله‌های آزمایش که در نگهدارنده نمونه قرار دارند توزیع کنید.
- تنظیم و کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS):
۳. برای کار کردن با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه کنید. تنظیم‌های به عنوان یک راهنمای خیلی کلی در جدول ۳-۸ ارائه شده است.
۴. دستگاه را با استفاده محلولهای مخلوط استاندارد (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد واسنجی کنید. در این صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخ‌های دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.
۵. اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه ابتدا با استات آمونیم یک نرمال به نسبت‌های لازم مانند ۱:۵، ۱:۲۰، ۱:۱۰۰ و غیره رقیق شده و سپس با WLSS به نسبت ۱:۲۰ رقیق می‌شود.
۶. به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS) انجام دهید. اگر اختلاف قرائتها کمتر از ۱۰٪ نبود، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.
۷. قرائت غلظت کاتیون در عصاره را با دقت ۰/۰۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) ثبت کنید.

۳-۵-۴-۴ محاسبات

قراءت دستگاه برای غلظت آنالیت بر حسب میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است. برای محاسبه غلظت هر کاتیون بر حسب meq g^{-1} از رابطه زیر استفاده می‌شوند:

$$(\text{meq } 100 \text{ g}^{-1}) = [A \times C \times R \times 100] / [10 \times E \times F] \quad [28-3]$$

که در آن:

A: غلظت کاتیون (Na, K, Mg, Ca) در عصاره (mg L^{-1})

C: رقت، اگر انجام شده باشد

R: نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک یا نسبت جرمی خاک با رطوبت مزرعه به خاک آون-خشک (روش P1M)

۱۰۰؛ فاکتور تبدیل (بر اساس 100-g)

۱۰؛ نسبت تبدیل میلی گرم در لیتر به میلی گرم در ۱۰۰ میلی لیتر (حجم عصاره اولیه)

E؛ وزن نمونه خاک (g)

F: وزن اکی والانت عنصر (mg meq^{-1})، که برای کلسیم (Ca^{+2})، منیزیم (Mg^{+2})، سدیم (Na^{+}) و پتاسیم (K^{+}) به ترتیب برابر با ۲۰/۰۴، ۱۲/۱۵، ۲۲/۹۹ و ۳۹/۱۰ میلی گرم بر میلی اکی‌والان (mg meq^{-1}) می‌باشد.

۳-۶-۴-۵- گزارش نتایج

مقادیر غلظت Ca^{2+} ، Mg^{2+} ، Na^{+} و K^{+} قابل استخراج با کلرید آمونیم با دقت ۰/۱ میلی اکی‌والان در ۱۰۰ گرم خاک یا ($\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$) گزارش کنید.

۳-۶-۴-۶- نکات

(الف): چهار نوع خطا (ماتریکس، طیفی، شیمیایی و یونیزاسیون) در اندازه‌گیری این کاتیونها وجود دارد. اهمیت این خطاها بسته به هر کاتیون خاص انتخاب شده، فرق می‌کند.

(ب): از لوله‌های بروسلیکات استفاده نکنید، زیرا پتانسیل خارج کردن کاتیونها از محلول را دارد.

(ج): هنگام عصاره گیری کاتیون‌های تبدلی حضور کاتیونهای محلول باعث افزایش غلظت کاتیون در محلول عصاره گیری می‌گردد. حل شدن نمکها بوسیله عصاره گیر ایجاب می کند که کاتیونهای محلول بصورت مستقل تعیین شده و یک تصحیح در کاتیونهای تبدلی صورت گیرد. بنابراین، در خاکهای با نمکهای محلول یا کربناتها، برای تعیین کاتیونهای تبدلی، مقدار کاتیونهای محلول (meqL^{-1}) بایستی بصورت جداگانه اندازه گیری شده و پس از تبدیل به میلی اکی‌والان در ۱۰۰ گرم خاک یا ($\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$) از مقدار قابل استخراج بصورت زیر کم گردد:

$$\text{Exchangeable} = \text{Extractable} - \text{Soluble}$$

(د): حضور کربناتهای قلیایی خاکی از تعین دقیق کلسیم و منیزیم تبدلی ممانعت می‌کند.

۳-۶-۴-۷- ایمنی

لباس محافظ پوشیده و محافظ چشم بزنید. هنگامی که محلولها را تهیه می‌کنید، مراقبتهای ویژه را اعمال کنید. اسید کلریدریک غلیظ را منحصراً در زیر هود استفاده کنید. بسیاری از نمکهای فلزات بی نهایت سمی هستند و ممکن است کشنده باشند. بعد از استفاده از این نمکهای فلزی (تماس دست با آنها) دستها را بطور کامل بشوئید. هنگام استفاده از گازهای فشرده روشهای استاندارد آزمایشگاهی را رعایت کنید. استیلن به شدت آتش زا است. از شعله و جرقه اکیداً خوداری کنید. وسایل اطفاء حریق آزمایشگاهی استاندارد شامل پتوها و کپسول آتش نشان برای مواقع ضروری در دسترس باشد. احتیاطهای ایمنی کارخانه را در هنگام استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS) رعایت کنید.

۳-۶-۸- منابع

1. Thomas, G.W. 1982. Exchangeable Cations. P. 159-165. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.

۳-۶-۵- اسیدیت قابل عصاره‌گیری با $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$ ، $\text{pH}=8.2$ (کدروش C6CEC-H)

اسیدیت (H^+ و Al^{3+}) قابل استخراج، اسیدیت آزاد شده از خاک توسط محلول باریوم کلرید تری اتانل آمین ($\text{BaCl}_2\text{-TEA}$) بافر شده در $\text{pH } 8/2$ می‌باشد. این اسیدیت شامل همه اسیدیت تولید شده توسط جایگزینی H و Al از مکان‌های تبادلی دائمی و وابسته به pH می‌باشد. اسیدیت قابل استخراج ممکن است در هر pH اندازه‌گیری شود. روشهای مختلفی برای اندازه‌گیری آن استفاده شده است. دایره حفاظت خاک ایالات متحده، pH برابر $8/2$ را به عنوان مرجع پذیرفته است. زیرا این pH به pH محاسبه شده برای یک خاک حاوی کربنات کلسیم آزاد که در تعادل با مقدار طبیعی CO_2 (۰/۰۳٪) هوا است نزدیک می‌باشد. در این $\text{pH } 8/2$ ترکیبات هیدرواکسید Al تقریباً به طور کامل خنثی شده‌اند. اگر چه برای بعضی از خاکها، سایر مقادیر pH معتبرتر است و روش $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$ ، $\text{pH}=8.2$ (روش C6CEC-H) ممکن است همیشه به درستی منعکس کننده طبیعت خاکها به صورتیکه در محیط اتفاق می‌افتد نباشد. این روش بعنوان یک مرجع استاندارد برای مقایسه دیگر روشها در آمده است.

در این روش نمونه خاک بوسیله یک محلول $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$ بافر شده در $\text{pH } 8/2$ شسته می‌شود. سپس اجازه داده می‌شود نمونه‌ها به مدت یک شب بمانند. نمونه پس از تکان دادن، به وسیله سانتریفوژ عصاره‌گیری می‌شود. در نهایت عصاره با اسید کلریدریک (HCl) تیترو معکوس می‌شود. تفاوت بین شاهد و عصاره، اسیدیت قابل استخراج می‌باشد. اسیدیت قابل استخراج بر حسب $\text{g}^{-1} 100 \text{ meq}$ خاک یا $\text{cmol } (+) \text{ kg}^{-1}$ بیان می‌شود.

۳-۶-۵-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 0/001$ گرم
- پیپت یا دیسپنسر ۴۰ میلی‌لیتری
- سانتریفوژ
- لوله‌های پلی اتیلن سانتریفوژ ۵۰ میلی‌لیتری با درپوش
- همزن ورتکسر
- بشرهای تیتراسیون پلاستیکی، ۲۵۰ میلی‌لیتری
- دستگاه تیترا تور خودکار یا بورت تیتراسیون
- الکتروود pH

۳-۶-۵-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید کلریک غلیظ ۱۲ نرمال (HCl , 12 N)

- اسید کلریک ۰/۱۳ نرمال (HCl , 0.13 N) استاندارد شده. مقدار ۱۹۳ میلی‌لیتر از HCl غلیظ را با آب مقطر عاری از یون به حجم ۱۶ لیتر برسانید.
- محلول کلرید باریم تری‌اتانل‌آمین بافر شده در pH ۸/۲ (BaCl_2 , 0.2 N, pH=8.2). مقدار ۹۷۷ گرم $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. به طور جداگانه مقدار ۴۷۷ گرم تری‌اتانول آمین را نیز در ۴ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. دو محلول را با هم مخلوط کرده و بوسیله آب مقطر عاری از یون به حجم تقریبی ۱۶ لیتر برسانید. با مقدار تقریبی ۳۳ میلی‌لیتر اسید کلریدریک (HCl) غلیظ یا هیدروکسید باریم ($\text{Ba}(\text{OH})_2$)، pH محلول را روی ۸/۲ تنظیم نمایید. سپس حجم محلول را با آب مقطر عاری از یون به ۱۶ لیتر برسانید.
- محلول جایگزین شونده. مقدار ۹۷۷ گرم $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در ۸ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. ۸۰ میلی لیتر محلول بافر به آن اضافه کرده و با آب مقطر عاری از یون تا حجم ۱۶ لیتر رقیق کنید.

۳-۵-۶-۳- روش کار

استخراج اسیدیته:

۱. ۵ گرم خاک هوا - خشک عبور داده شده از الک ۲ میلی‌متر یا پودر شده را با دقت میلی‌گرم توزین و در لوله سانتریفیوژ بریزید. اگر نمونه مرطوب بود، خاک را به میزانی بردارید که تقریباً معادل ۵ گرم خاک هوا - خشک باشد. حداقل دو نمونه شاهد (بدون افزودن خاک) آماده کنید. به ازاء هر ۲۱ نمونه یک نمونه کنترل کیفی قرار دهید.
۲. ۴۰/۰۰ میلی لیتر محلول $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$ به نمونه اضافه کنید. درپوش نمونه را بسته و لوله را تکان دهید تا مطمئن شوید همه نمونه خیس شده است.
۳. لوله را به پهلوی قرار دهید و به آرامی شیکر کنید تا به طور کامل مخلوط شود. اجازه دهید مخلوط یک شب بماند.
۴. نمونه‌ها را به مدت ۵ دقیقه با سرعت ۲۰۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ کنید.
۵. عصاره روئی را در داخل بشر تیتراسیون شماره گذاری شده خالی کنید.
۶. ۴۰ میلی لیتر محلول جایگزین شونده به نمونه اضافه کنید.
۷. درب لوله را بسته و ذرات خاک را به کمک همزن ورتکس از ته تیوپ جدا نمایید. با دست تکان دهید.
۸. مراحل ۴ تا ۷ را تکرار کنید.
۹. مراحل ۴ تا ۵ را تکرار کنید. مجموع حجم در بشر تیتراسیون بایستی تقریباً ۱۲۰ میلی لیتر گردد.

تیتراسیون عصاره $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$:

۱۰. برای تنظیم تیترا تور اتوماتیک به دستورالعمل دستگاه مراجعه نمایید.
۱۱. تیترا تور را با بافرهای pH ۹/۱۸، ۷/۰۰ و ۴/۰۰ واسنجی کنید. نقطه پایان تیتراسیون را روی تیترا تور تنظیم نمایید. تنظیمهای بخش ((Set)) به شرح جدول زیر می باشد:

جدول شماره ۳-۹- تنظیم دستگاه pH-متر

Parameter ,	Value
Ep1	pH 4.60
Dyn change pH	1.5 units
Drift	0.4 mVs ⁻¹
Time delay	10 s
Drift	0.4 mVs ⁻¹
Temp	25°C
Stop Volume	75 mL

۱۲. اگر pH قبل از تیتراسیون ۰/۳ واحد کمتر از متوسط pH نمونه‌های شاهد باشد، اندازه‌گیری را با ۰/۵ گرم خاک تکرار کنید.

۱۳. حجم مصرفی محلول تیتراژ کننده را با تقریب ۰/۱ میلی‌لیتر ثبت کنید. نرمالیت محلول HCl را یادداشت نمایید. میانگین حجم مصرفی برای نمونه‌های شاهد را محاسبه کرده و ثبت کنید.

۳-۶-۵-۴- محاسبات

اسیدیته قابل استخراج بر حسب میلی‌اکی‌والان بر ۱۰۰ گرم خاک با رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$[29-3] 100 = \frac{[(B - T) \times N \times R]}{C} \times 100 \text{ (meq } 100 \text{ g}^{-1}) \text{ اسیدیته قابل استخراج}$$

که در آن:

B؛ میانگین حجم اسید مصرفی برای محلول‌های شاهد (mL)

T؛ حجم اسید مصرفی برای تیتراسیون نمونه (mL)

N؛ نرمالیت اسید کلریدریک

۱۰۰؛ فاکتور تبدیل (بر اساس 100g)

R؛ نسبت جرمی خاک هوا-خشک به آون-خشک یا نسبت جرمی خاک با رطوبت مزرعه به خاک آون-خشک (روش P1M)

C؛ وزن نمونه خاک (g)

۳-۶-۵-۵- گزارش

اسیدیته قابل استخراج را با دقت $(\text{cm}^{(+)}\text{kg}^{-1})$ 100g⁻¹ meq ۰/۱ گزارش کنید.

۳-۶-۵-۶- نکات

هیچ تداخل مهمی در این روش شناخته نشده است. با این وجود، برای بعضی از خاکهای خیلی اسیدی، ظرفیت بافری محلول BaCl₂-TEA ممکن است افزایش یابد.

۳-۶-۵-۷-ایمنی

هنگام آماده کردن محلولها، بخصوص اسیدها و بازهای غلیظ لباس محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ روپوش، و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک، یا عینکهای ایمنی) بپوشید. کار با اسیدهای غلیظ را در زیر هود انجام دهید. بعد از استفاده از معرفها، دستهای خود را کاملاً بشوئید. از دوش و چشم شوی اضطراری برای رقیق کردن اسیدها و بازهای پاشیده شده استفاده کنید. از بی کربنات سدیم و آب برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید پاشیده شده استفاده کنید.

۳-۶-۵-۸-منابع

1. Soil Survey Staff. 2004. Soil survey laboratory methods manual. Version No. 4.0. USDA-NRCS. Soil Survey Investigations Report No. 42. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۶-۶-۶-برخی نسبتها و تخمینها در ارتباط با تبادل یونی و کاتیونهای تبدلی

۳-۶-۶-۱-مجموع کاتیونهای بازی قابل استخراج توسط NH_4OAc , pH 7.00 (کد روش 6EBase1)

برای محاسبه مجموع کاتیونهای بازی، مقادیر کاتیونهای بازی (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+) قابل استخراج با استات آمونیم با $\text{pH} = 7.00$ (NH_4OAc) را که به روش C6CEC-7 استخراج گردیده و به ترتیب با روشهای C6ENa1، C6EK1، C6ECa1، C6EMg1 اندازه گیری شده، جمع کنید. این مقادیر را بر حسب $(\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1})$ $100 \text{g}^{-1} \text{meq}$ گزارش کنید.

۳-۶-۶-۲-مجموع کاتیونهای بازی قابل استخراج بوسیله NH_4Cl (کد روش C6EBase2)

برای محاسبه مجموع کاتیونهای بازی، مقادیر کاتیونهای بازی (Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+) قابل استخراج با NH_4Cl ، که به روش C6CEC-E استخراج گردیده و به ترتیب با روشهای C6ENa2، C6EK2، C6EMg2، C6ECa2 اندازه گیری شده را جمع کنید. این مقادیر را بر حسب $(\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1})$ $100 \text{g}^{-1} \text{meq}$ گزارش کنید.

۳-۶-۶-۳-محاسبه ظرفیت تبادل کاتیونی در $\text{pH} = 8.2$ (CEC- 8.2) (کد روش C6CEC-8.2)

مقدار ظرفیت تبادل کاتیونی در $\text{pH} = 8.2$ (CEC- 8.2) را با افزودن مجموع کاتیونهای بازی قابل استخراج با NH_4OAc ، (روش C6EBase1) به اسیدیته قابل استخراج با $\text{BaCl}_2\text{-TEA}$ ، (روش C6CEC-H)، محاسبه کنید. این مقدار را بر حسب meq $(\text{cmol}_{(+)} \text{kg}^{-1})$ 100g^{-1} گزارش کنید. مبنای این روش مجموع کاتیونهاست. اختلاف CEC-8.2 و CEC-7 بیانگر بارهای وابسته به pH از $\text{pH} = 7.0$ تا $\text{pH} = 8.2$ می باشد. در صورت حضور مقادیر قابل توجه از املاح محلول و کربناتها در خاک CEC-8.2 محاسبه نمی شود. فرمول محاسبه CEC-8.2 به صورت زیر می باشد:

$$\text{CEC- 8.2} = \text{NH}_4\text{OAc Bases} + \text{BaCl}_2\text{-TEA Acidity} \quad [30-3]$$

۳-۶-۴- محاسبه درصد اشباع بازی با استفاده از CEC-7، (کد روش C6BS-7)

درصد اشباع بازی^۱ خاک را می‌توان از تقسیم مجموع کاتیونهای بازی قابل استخراج با NH_4OAc ، (روش C6EBase1) به CEC-7، (روش C6CEC-7) و ضرب آن در ۱۰۰ محاسبه نمود. در خاکهایی که مقادیر قابل توجه نمکهای محلول یا کربناتها داشته باشند، این مقدار معادل ۱۰۰٪ در نظر گرفته می‌شود. در رده‌بندی خاک، اشباع بازی تعیین شده از طریق CEC-7 به عنوان معیاری در تعیین افق‌های مشخصه مالیک، امبریک و اصطلاحات eutro-dystro استفاده می‌شود (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹). در این روش درصد اشباع بازی (BS) را با فرمول زیر محاسبه نمائید:

$$\text{BS (\%)} = (\text{NH}_4\text{OAc Bases} / \text{CEC-7}) \times 100 \quad [31-3]$$

۳-۶-۵- محاسبه اشباع بازی با استفاده از CEC-NH₄Cl، (کد روش C6BS-E)

مقدار درصد اشباع بازی را می‌توانید از تقسیم مجموع بازهای قابل استخراج با NH_4Cl ، (روش 6EBase2) به $\text{NH}_4\text{Cl-CEC}$ ، (روش C6CEC-E) و ضرب کردن آن در ۱۰۰ محاسبه نمائید. در خاکهایی که مقادیر قابل توجهی نمکهای محلول یا کربناتها داشته باشند، مقدار اشباع بازی ۱۰۰٪ در نظر گرفته می‌شود. در این روش درصد اشباع بازی را با فرمول زیر محاسبه نمائید:

$$\text{BS (\%)} = (\text{NH}_4\text{Cl Bases} / \text{CEC by NH}_4\text{Cl}) \times 100 \quad [32-3]$$

۳-۶-۶- محاسبه درصد اشباع بازی با استفاده از CEC-8.2، (کد روش C6BS-8.2)

مقدار درصد اشباع بازی را می‌توانید از تقسیم مجموع بازهای قابل استخراج با NH_4OAc ، (روش C6EBase1) به CEC-8.2، (روش C6CEC-8.2) و ضرب کردن آن در ۱۰۰ محاسبه نمائید. در رده‌بندی خاک، درصد اشباع بازی تعیین شده از طریق مجموع کاتیون‌ها (CEC-8.2) به عنوان معیاری در تعیین مشخصه آلفیک-اولتیک استفاده می‌شود (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹). در خاکهایی که مقادیر قابل توجهی نمکهای محلول یا کربناتها داشته باشند، این مقدار محاسبه نمی‌شود. درصد اشباع بازی با استفاده از CEC-8.2 (مجموع کاتیونها) به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$\text{BS (\%)} = [\text{NH}_4\text{OAc Bases} / (\text{NH}_4\text{OAc Bases} + \text{BaCl}_2\text{-TEA Acidity})] \times 100 \quad [33-3]$$

۳-۶-۷- محاسبه درصد سدیم قابل تبادل (ESP)، NH_4OAc , pH 7.0، (کد روش C6ESP)

درصد سدیم قابل تبادل در شرایطی که مقدار محتوای نمک بیشتر از 20 dS m^{-1} نباشد با دقت قابل قبولی محاسبه می‌گردد. درصد سدیم قابل تبادل (ESP) را از تقسیم مقدار سدیم تبدلی (ES) به CEC اندازه گیری شده به کمک NH_4OAc در pH 7.0، (روش C6ESP) و ضرب کردن حاصل در ۱۰۰ بدست آورید. مقدار سدیم تبدلی (ES) از کم کردن مقدار سدیم موجود در محلول (عصاره اشباع) از مقدار سدیم قابل عصاره گیری با آمونیم استات (که به روش C6ENa1 تعیین می‌شود)، بدست می‌آید (اداره آزمایشگاه شوری ایالات متحده، ۱۹۵۴). برای محاسبه مقدار سدیم موجود در محلول خاک باید غلظت سدیم در محلول خاک را در درصد آب اشباع ضرب نموده و حاصل را به ۱۰۰۰ تقسیم نمائید. در صورتیکه مقدار پتاسیم تبدلی (K^+) نسبت به مقادیر

^۱ - Base saturation percentage

کلسیم (Ca^{++}) و منیزیم (Mg^{++}) تبادلی ناچیز باشد، مجموع کلسیم و منیزیم تبادلی برابر خواهد بود با $\text{CEC}(\text{NH}_4\text{OAc}, \text{pH } 7.0)$ منهای سدیم تبادلی. این تخمین برای مقایسه خاکها و طبقه بندی آنها مفید است. در حضور کربناتها یا مقادیر زیاد گچ، نتایج کلسیم (Ca^{++}) تبادلی رضایت بخش نخواهد بود. $\text{CEC}-7$ به روش $\text{C6CEC}-7$ تعیین می شود. در رده بندی خاک، $\text{ESP} > 15\%$ بعنوان مشخصه ای از افق ناتریک شناخته می شود (اداره شناسائی خاک، ۱۹۹۹).

درصد سدیم قابل تبادل در خاکها از فرمول زیر محاسبه می گردد:

$$\text{ESP} = \frac{[Na_{ex} - (Na_{ws} \times (\frac{H_2O_{ws}}{1000}))]}{\text{CEC} - 7} \times 100 \quad [34-3]$$

که در آن:

ESP: درصد سدیم قابل تبادل

Na_{ex} : مقدار سدیم (Na^+) قابل عصاره گیری با NH_4OAc بر حسب $\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$

Na_{ws} : سدیم محلول در آب بر حسب $\text{mmol}_{(+)}\text{L}^{-1}$

H_2O_{ws} : درصد آب اشباع

$\text{CEC}-7$: مقدار CEC اندازه گیری شده با NH_4OAc , $\text{pH } 7.0$ بر حسب $\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$

1000: ضریب تبدیل به $\text{cmol}_{(+)}\text{kg}^{-1}$

100: ضریب تبدیل به درصد

۳-۶-۸- منابع

1. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. USDA-NRCS Agric. Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.
2. U.S. Salinity Laboratory Staff. 1954. L.A. Richards (ed.) Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. USDA Agric. Handb. 60. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۷- فسفر قابل جذب (عصاره گیر سدیم بی کربنات، اولسن) (C8Ava.P) (کد روش)

عصاره گیر اولسن محلول بی کربنات سدیم ۰/۵ مولار در $\text{pH} = 8.5$ می باشد. این عصاره گیر برای خاکهای آهکی و خنثی کاربرد بسیار دارد (برمن و همکاران، ۱۹۹۶). در این روش حلالیت فسفات کلسیم در خاکهای آهکی، قلیائی، یا خنثی بدلیل رسوب Ca^{2+} بصورت CaCO_3 افزایش می یابد (شورای تجزیه خاک و گیاه، ۱۹۹۹).

در این روش ۱۰ گرم نمونه خاک با ۲۰ میلی لیتر محلول عصاره گیر بی کربنات سدیم اولسن برای ۳۰ دقیقه شیکر می شود. سپس نمونه بمنظور جدا سازی فاز محلول از ذرات معدنی سانتریفیوژ شده و برای بدست آوردن عصاره شفاف فیلتر می شود. ۵ میلی لیتر عصاره نمونه با ۵ میلی لیتر معرف رنگی رقیق می شود. جذب محلول با استفاده از یک اسپکتروفتومتر در ۸۸۲ نانومتر قرائت می شود. داده ها بصورت میلی گرم فسفر در کیلوگرم خاک گزارش می شود (روش C8Ava.P).

۳-۷-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی، با حساسیت $\pm 1/10$ میلی گرم
- شیکر رفت و برگشتی
- لوله سانتریفیوژ، ۵۰ میلی لیتری، پلی اتیلنی
- قیف، بازوی 60° گردن دراز، قطر ۵۰ میلی متر
- کاغذ صافی، واتمن ۴۲، ۱۵۰ میلی متر
- سانتریفیوژ
- پیپت، دیجیتال الکترونیک، ۱۰۰۰ میکرولیتر و ۱۰ میلی لیتری، با نوکهای ۱۰۰۰ میکرولیتر و ۱۰ میلی لیتری
- ظرف پلاستیکی
- دیسپنسر، ۳۰ یا ۱۰ میلی لیتری
- کوت(سل)پلاستیکی، ۴/۵ میلی لیتری، طول مسیر عبور نور یک سانتی متر
- اسپکتروفتومتر
- کامپیوتر با نرم افزار WinUV، و چاپگر

۳-۷-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید سولفوریک (H_2SO_4) غلیظ، ۳۶N، درجه trace pure
- اسید سولفوریک (H_2SO_4) ۴M. در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری ۵۶ میلی لیتر H_2SO_4 غلیظ را به دقت به ۱۵۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون اضافه کنید. اجازه دهید تا خنک شود. با آب مقطر عاری از یون به حجم نهایی برسانید. وارونه کنید تا کاملاً مخلوط شود.
- NaOH، ۱M، ۴ گرم NaOH را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید.
- محلول عصاره گیر بی کربنات سدیم اولسن ($0.5 M NaHCO_3$). در یک ظرف ۶ لیتری، ۲۵۲ گرم $NaHCO_3$ را در آب مقطر عاری از یون حل کنید. pH را بوسیله 1 M NaOH روی ۸/۵ تنظیم کرده و به حجم نهایی برسانید. بخوبی مخلوط کنید. pH آنرا هر روز کنترل کنید.
- آمونیم مولیبدات ۴٪. ۴ گرم آمونیم هپتا مولیبدات $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری با آب مقطر عاری از یون حل کنید. با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. در تاریکی و در یخچال نگهداری کنید.
- پتاسیم آنتیموان-(III) اکسید تارتارات، ۲۷٪. ۲۷۵/۰ گرم پتاسیم آنتیموان تارتارات $[K(SbO)C_4H_4O_6.1/2H_2O]$ را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید.
- اسید اسکوربیک، ۱/۷۵٪. مقدار ۱/۷۵ گرم اسید اسکوربیک را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. این محلول را روزانه تهیه کنید.

- محلول ایجاد کننده رنگ. در یک بطری ۵۰۰ میلی لیتری، ۵۰ میلی لیتر اسید سولفوریک (H_2SO_4) 4 M، ۱۵ میلی لیتر آمونیم مولیبدات ۴٪، ۳۰ میلی لیتر اسید اسکوربیک ۱/۷۵٪، ۵ میلی لیتر پتاسیم آنتیموان-(III) اکسید تارتارات ۲۷۵/۰٪ و ۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون بریزید. بعد از اضافه کردن هر محلول، بخوبی مخلوط کنید. این محلول را روزانه تهیه نمایید.
- محلول استاندارد مادری فسفر (SSPS)، $100.0 \text{ mg P L}^{-1}$. در یک بالن ژوژه یک لیتری، 0.4394 g گرم پتاسیم دی هیدروژن فسفات (KH_2PO_4) که بمدت دو ساعت در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد خشک شده را در ۸۰۰ میلی لیتر محلول عصاره گیر حل کنید. تا حجم یک لیتر با محلول عصاره گیر رقیق کنید و وارونه کنید تا کاملاً مخلوط گردد. در ظرف پلی اتیلنی نگهداری نمایید. محلول را بصورت هفتگی تهیه و در یخچال نگهداری کنید.
- محلول استاندارد مادری کاری فسفر (WSSPS) 4.0 mg P L^{-1} ، ۱۰ میلی لیتر از SSPS 100 mg P L^{-1} را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری پیپت کنید. بوسیله محلول عصاره گیر به حجم ۲۵۰ میلی لیتر برسانید و وارونه کنید تا کاملاً مخلوط گردد. محلول را بصورت هفتگی تهیه و در یخچال نگهداری نمایید.
- محلول های استاندارد واسنجی فسفر (SPCS)، یا استانداردهای کاری، $2/0$ ، $1/6$ ، $1/2$ ، $0/8$ ، $0/4$ و $0/0$ میلی گرم فسفر در لیتر. محلول ها را هفتگی تهیه و در یخچال نگهداری نمایید. قبل از استفاده اجازه دهید با دمای اطاق به تعادل برسد. در بالن ژوژه های ۵۰ میلی لیتری مقادیر را بصورت زیر اضافه کنید:

1. $\text{mg P L}^{-1} = 25 \text{ mL WSSPS}$
2. $\text{mg P L}^{-1} = 20 \text{ mL WSSPS}$
3. $\text{mg P L}^{-1} = 15 \text{ mL WSSPS}$
4. $0.8 \text{ mg P L}^{-1} = 10 \text{ mL WSSPS}$
5. $0.4 \text{ mg P L}^{-1} = 5 \text{ mL WSSPS}$
6. $\text{mg P L}^{-1} = 0 \text{ mL WSSPS}$ (شاهد)

- هر SPCS را با محلول عصاره گیر به حجم رسانده و وارونه کنید تا کاملاً مخلوط گردد.
- نمونه‌های کنترل کیفیت: محلول $0/1$ میلی گرم فسفر در لیتر از SSPS؛ شاهد؛ و SPCS انتخابی ساخته می‌شود.

۳-۷-۳- روش کار

- ۱/۰ گرم خاک هوا-خشک کوچکتر از ۲ میلی متر یا پودری را با تقریب میلی گرم در داخل یک لوله سانتیفریوژ ۵۰ میلی لیتری وزن کنید.
- ۲۰/۰ میلی لیتر محلول عصاره گیر را به داخل لوله منتقل کنید.
- نمونه ها را روی شیکر انتقال دهید. به مدت ۳۰ دقیقه با دور ۲۰۰ دور در دقیقه در دمای اطاق ($20 \pm 3^\circ C$) شیکر کنید.
- نمونه ها را از شیکر خارج کنید. با سرعت ۲۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه سانتیفریوژ کنید، محلول صاف روئی را فیلتر کنید، و عصاره را در ظرف جمع کنید، اگر عصاره ها بلافاصله بعد از جمع آوری قرائت نمی شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه ها را در طول ۷۲ ساعت قرائت کنید.

برای انتقال ۵ میلی لیتر عصاره نمونه به یک ظرف پلاستیکی از پیپت استفاده کنید. همچنین ۵ میلی لیتر محلول از هر کدام از SPCS ها را به یک ظرف پلاستیکی انتقال دهید. برای برداشتن هر نمونه و SPCS از نوک پیپت مجزا و تمیز استفاده کنید. ۵ میلی لیتر محلول ایجاد کننده رنگ به محلول نمونه و هر کدام از SPCS ها اضافه کنید. بچرخانید تا مخلوط شود. ظرفهای نمونه را در نزدیک یکدیگر قرار ندهید زیرا دی اکسید کربن آزاد شده و محلول پاشیده می شود. واکنش ایجاد رنگ قبل از قرائت حداقل به ۲۰ دقیقه زمان نیاز دارد. چنانچه برای ایجاد رنگ یک ساعت صبر کنید نتایج بهتری بدست می آید. رنگ به مدت ۲۴ ساعت پایدار خواهد بود.

عصاره نمونه و SPCS را به کوت انتقال دهید.

اسپکتروفتومتر را روی ۸۸۲ نانومتر تنظیم کنید. با شاهد صفر کنید.

دستگاه را با استفاده از SPCS کالیبره کنید. سپس سیستم داده، غلظت را با پاسخ دستگاه برای هر SPCS مرتبط می کند. حد غیر قابل قبول برای SPCS، $R^2 < 0.99$ می باشد.

نمونه ها را با استفاده از منحنی واسنجی قرائت کنید. غلظت نمونه از معادله رگرسیون محاسبه می شود. حد غیرقابل قبول برای یک دسته نمونه وقتی است که: اگر شاهدها بصورت نمونه به دستگاه داده شوند قرائت بیشتر از ۰/۰۱ داشته باشند؛ اگر هر کدام از SPCS که بصورت نمونه به دستگاه معرفی می شوند، بیش از $\pm 20\%$ اختلاف قرائت داشته باشند.

نتایج را با تقریب ۰/۰۱ واحد برای عصاره نمونه و هر SPCS یادداشت کنید.

اگر نمونه ها خارج از محدوده واسنجی بودند، عصاره نمونه ها را با محلول عصاره گیر رقیق کرده و دوباره تجزیه کنید.

۳-۷-۴- محاسبات

تبدیل فسفر عصاره (mg L^{-1}) به فسفر خاک (mg kg^{-1}) بصورت زیر انجام می گیرد:

$$(\text{mg kg}^{-1}) = [(A \times B \times C \times R \times 1000)/E] \quad [35-3]$$

که در آن:

A؛ قرائت عصاره نمونه (mg L^{-1})

B؛ حجم عصاره (L)

C؛ رقت، اگر صورت گرفته باشد

R؛ نسبت آون-خشک/هوا-خشک(روش PIM) یا نسبت آون-خشک/رطوبت مزرعه(روش PIM)

۱۰۰۰؛ فاکتور تبدیل به پایه kg

E؛ وزن نمونه (g)

۳-۷-۵- گزارش

داده‌ها را با دقت ۰/۱ میلی گرم فسفر در هر کیلوگرم خاک گزارش کنید.

۳-۷-۶- نکات

(الف): روشهای آبی مولیدن^۱، که برای فسفر بسیار حساس هستند، بر این اصل استوارند که مولیدات، در یک محلول اسیدی حاوی یونهای ارتوفسفات، یک کمپلکس فسفو مولیدات تشکیل می دهد که می تواند بوسیله اسید اسکورییک، کلرور قلع (SnCl₂)، و دیگر مواد احیاء کننده به یک رنگ مولیدنی^۲ احیاء شود.

(ب): شدت رنگ آبی با غلظت فسفر تغییر می کند اما این رنگ همچنین بوسیله دیگر فاکتورها از قبیل اسیدیته، آرسناتها، سیلیکاتها، و مواد موثر در شرایط اکسید- احیائی سیستم تحت تاثیر قرار می گیرد(السن و سامرز، ۱۹۸۲).

۳-۷-۷- ایمنی

لباس محافظ (روپوش، پیش بند، محافظ آستین و دستکش) و محافظ چشم (محافظ صورت، عینک یا شیشه محافظ) بپوشید. هنگام تهیه محلولها، مراقبتهای ویژه را بعمل آورید. بسیاری از نمکهای فلزات بی نهایت سمی هستند و چنانچه داخل بدن شوند ممکن است کشنده باشند. بعد از استفاده از این نمکهای فلزی دستها را بطور کامل بشوئید. H₂SO₄ و HCl غلیظ را تنها در زیر هود مکنده استفاده کنید. از دوش و چشم شوی اضطراری برای رقیق کردن اسید و باز پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن و رقیق کردن اسید پاشیده شده از بی کربنات سدیم و آب استفاده کنید.

۳-۷-۸- منابع

1. Buurman, P, B. van Lagen, and E.J. Velthorst. 1996. Manual for soil and water analysis. Backhuys Publ., Leiden, The Netherlands.
2. Burt, R., M. D. Mays, E.C. Benham, and M.A. Wilson. 2002. Phosphorus characterization and correlation with properties of selected benchmark soils of the United States. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 33:117-141.
3. Olsen, S.R., and L.E. Sommers. 1982. Phosphorus. p. 403-430. In: A.L. Page, R.H. Miller, and D.R. Keeney (eds.) Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
4. Soil and Plant Analysis Council. 1999. Handbook on reference methods for soil analysis. Council on Soil Testing and Plant Analysis, CRC Press, Boca Raton, FL.

۳-۸- اندازه گیری م + دیر آهن ، منگنز و آلومینیوم قابل عصاره گیری با سیترات - دیتیونات(کد روش

بترتیب 8Cit. Dit. Mn ، 8Cit. Dit. Fe، 8Cit. Dit. Al)

سیترات- دیتیونات بعنوان یک عصاره گیر حلال انتخابی برای استخراج اشکال کمپلکس آلی آهن و آلومینیوم ، اکسیدهای

آبی غیر کریستالی این یونها و آلومینوسیلیکاتهای بی شکل استفاده می گردد(وادا، ۱۹۸۹)

^۱- Mo blue

^۲- Mo color

در طبقه بندی خاک، آهن و آلومینیوم قابل عصاره گیری با سیترات - دیتیونات شاخصی برای شناسایی افق اسپودیک می‌باشد (اداره نقشه برداری خاک ایالات متحده، ۱۹۹۹)

۳-۸-۱- وسایل

- ترازو با دقت یک میلی گرم
- شیکر رفت و برگشتی (۲۰ دور در دقیقه)
- دستگاه جذب اتمی با متعلقات
- سانتریفوژ
- ظروف پلی پروپیلن
- بالن ژوژه کلاس A در حجم‌های ۲۵۰، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری
- لوله های سانتریفوژ ۵۰ میلی لیتری

۳-۸-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- سدیم دیتیونات ($Na_2S_2O_4$)، پودرخالص
- سیترات سدیم دوآب ($Na_3C_6H_5O_7.2H_2O$)، بلوری؛ ۳۳۶ گرم سیترات سدیم را در تقریباً یک لیتر آب مقطر عاری از یون حل کرده و حجم نهائی را با آب مقطر به ۲ لیتر برسانید. غلظت نهائی ۰/۵۷ مولار سیترات سدیم می باشد.
- اسید سولفوریک غلیظ (H_2SO_4)
- اسیدفسفریک (H_3PO_4) غلیظ (۸۵٪). برای اندازه گیری آهن نمونه ها قبل از اندازه گیری به نسبت ۵۰: ۱ رقیق می‌شوند. محلول رقیق کننده برای اندازه گیری آهن (برای غلظت نهائی ۰/۵٪ اسیدفسفریک در نمونه ها) با افزودن ۶/۱۲ میلی لیتر از اسید فسفریک غلیظ به ۵۰۰ میلی متر آب مقطر و رقیق کردن آن تا حجم یک لیتر و مخلوط کردن آن به آرامی تهیه می شود. (توجه شود برای آلومینیوم و منگنز ضریب رقت ۵:۱ و درآب است)
- محلول استاندارد اولیه (PSSS)، خلوص بالا، ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر Al, Mn, Fe.
- محلولهای کالیبراسیون برای آهن؛ به هر حجم ۱۰۰ میلی لیتری از شاهد، استانداردهای کالیبراسیون و کنترل کیفیت ۲۵ میلی لیتر از مخلوط زیر را اضافه نمائید. این مخلوط با ترکیب ۲۰ میلی لیتر محلول عصاره گیری سیترات سدیم، ۰/۲۱ میلی لیتر اسیدسولفوریک و ۶ میلی لیتر اسیدفسفریک و سپس رقیق کردن آن با آب مقطر عاری از یون تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر بدست می آید. برای مخلوط شدن کامل آن را برگردانید (توجه شود محلول زمینه استانداردها برای رقت ۵۰: ۱ نمونه‌ها تنظیم شده است. همچنین اسیدسولفوریک جایگزین دیتیونات شده است).

- محلولهای استاندارد کالیبراسیون آهن (SFeCS) یا استانداردهای کاری؛ (۰/۰، ۱۰/۱۵، ۲۰/۲۵، ۵۰/۵۰، ۱۰۰/۱۵۰، ۲۰۰/۲۵۰، ۵۰۰/۵۰۰، ۱۰۰۰/۱۰۰۰ میلی گرم آهن در لیتر) و محلول کنترل کیفی ۱۲/۵ میلی گرم آهن در لیتر. این محلولها را به شرح زیر بصورت هفتگی در هفت بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری تهیه نمائید.

$$1: PSSS_{Fe} = 2.5 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۲/۵ میلی لیتر از}$$

$$2: PSSS_{Fe} = 20 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۲/۰ میلی لیتر از}$$

$$3: PSSS_{Fe} = 15 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۱/۵ میلی لیتر از}$$

$$4: PSSS_{Fe} = 10 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۱/۰ میلی لیتر از}$$

$$5: PSSS_{Fe} = 5.0 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۰/۵ میلی لیتر از}$$

$$6: PSSS_{Fe} = 1.0 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۰/۱ میلی لیتر از}$$

$$7: PSSS_{Fe} = 0.0 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۰/۰ میلی لیتر از (شاهد)}$$

$$8: PSSS_{Fe} = 12.5 \text{ mgFeL}^{-1} \text{ از ۱/۲۵ میلی لیتر از (کنترل کیفی)}$$

- بالنهای ۱۰۰ میلی لیتری را با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید و به آرامی برگردانید تا کاملاً مخلوط شوند. پس از مخلوط شدن کامل، محلول را به ظروف پلاستیکی منتقل نمائید.

- محلولهای استاندارد کالیبراسیون برای منگنز؛ به هر حجم ۱۰۰ میلی لیتری از شاهد، محلولهای استاندارد کالیبراسیون و محلول کنترل کیفی، ۲۵ میلی لیتر از مخلوط زیر را اضافه نمائید. این مخلوط با ترکیب ۲۰۰ میلی لیتر محلول عصاره گیری سیترات سدیم و ۲/۱ میلی لیتر اسیدسولفوریک که با آب مقطر عاری از یون تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر رقیق شده است تهیه می گردد. برای اختلاط کامل، مخلوط به آرامی برگردانده می شود. (توجه شود:مخلوط استانداردها برای تطابق با نسبت رقت ۱:۵ نمونه ها تهیه شده، همچنین اسید سولفوریک جایگزین دیتیونات شده است).

- محلولهای کالیبراسیون استاندارد منگنز (SMnCS) یا محلولهای کاری؛ (۰/۰، ۱۰/۱۵، ۲۰/۲۵، ۵۰/۵۰، ۱۰۰/۱۵۰، ۲۰۰/۲۵۰، ۵۰۰/۵۰۰، ۱۰۰۰/۱۰۰۰ میلی گرم منگنز در لیتر) و محلول کنترل کیفی ۶/۵ میلی گرم در لیتر. این محلولها را در ۶ بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری به شرح زیر و بصورت هفتگی تهیه نمائید.

$$1: PSSS_{Mn} = 15.0 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۱/۵ میلی لیتر از محلول}$$

$$2: PSSS_{Mn} = 10.0 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۱/۰ میلی لیتر از محلول}$$

$$3: PSSS_{Mn} = 5.0 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۰/۵ میلی لیتر از محلول}$$

$$4: PSSS_{Mn} = 2.5 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۰/۲۵ میلی لیتر از محلول}$$

$$5: PSSS_{Mn} = 1.5 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۰/۱۵ میلی لیتر از محلول}$$

$$6: PSSS_{Mn} = 0.0 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۰/۰ میلی لیتر از محلول (شاهد)}$$

$$7: PSSS_{Mn} = 6.5 \text{ mgMnL}^{-1} \text{ از ۰/۶۵ میلی لیتر از محلول (کنترل کیفی)}$$

بالنهای ۱۰۰ میلی لیتری را با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید و به آرامی برگردانید. پس از یکنواختی کامل محلولها را به ظروف پلاستیکی منتقل نمایید.

- محلولهای استاندارد کالیبراسیون آلومینیوم؛ به هر حجم ۱۰۰ میلی لیتری از محلولهای شاهد، استانداردهای کالیبراسیون و کنترل کیفی، ۲۵ میلی لیتر از مخلوط زیر اضافه نمایید. این مخلوط با مخلوط کردن ۲۰۰ میلی لیتر محلول عصاره گیری سیترات سدیم، ۲/۱ میلی لیتر اسید سولفوریک و سپس رقیق کردن تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر با آب مقطر عاری از یون تهیه می گردد. مخلوط را برای یکنواختی کامل به آرامی برگردانید. (توجه: مخلوط زمینه استانداردها بنحوی تهیه شده است که با نسبت رقت ۱:۵ نمونه ها (همانند Mn) تطابق نماید. همچنین اسیدسولفوریک جایگزین دیتونات شده است).
- محلولهای استاندارد کالیبراسیون آلومینیوم (SAICS) یا محلولهای کاری (۱۰۰/۰، ۸۰/۰، ۶۰/۰، ۴۰/۰، ۲۰/۰، ۱۰/۰ و ۰/۰ میلی گرم آلومینیوم در لیتر) و محلول کنترل کیفی ۵۰ میلی گرم در لیتر. این محلولها را به شرح زیر در بالن ژوژه های ۱۰۰ میلی لیتری بصورت هفتگی تهیه نمایید.

$$1: 100 \text{ mg AlL}^{-1} = 10/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$2: 80 \text{ mg AlL}^{-1} = 8/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$3: 60 \text{ mg AlL}^{-1} = 6/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$4: 40 \text{ mg AlL}^{-1} = 4/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$5: 20 \text{ mg AlL}^{-1} = 2/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$6: 10 \text{ mg AlL}^{-1} = 1/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al}$$

$$7: 0/0 \text{ mg AlL}^{-1} = 0/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al} \text{ (شاهد)}$$

$$8: 50 \text{ mg AlL}^{-1} = 5/0 \text{ میلی لیتر از محلول } PSSS_{Al} \text{ (کنترل کیفی)}$$

بالنها را با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید و به آرامی برگردانیده تا کاملاً مخلوط شوند و پس از یکنواختی به ظروف پلاستیکی منتقل نمایید.

۳-۸-۳- روش کار

عصاره گیری آلومینیوم، آهن و منگنز

- ۰/۷۵ گرم از خاک زیر ۲ میلی متری یا پودر شده هوا خشک را با دقت یک میلی گرم توزین و در لوله سانتریفوژ ۵۰ میلی لیتری بریزید. اگر نمونه مرطوب است بقدری از آن توزین نمایید که حدود ۰/۷۵ گرم خاک خشک را شامل شود.
- ۰/۴ گرم پودر سدیم دیتونات به آن اضافه نموده و ۲۵ میلی لیتر محلول سیترات سدیم به آن اضافه نمایید.
- درب لوله را ببندید و کمی با دست تکان دهید تا خاک از ته ظرف جدا شود.
- لوله را در محل مخصوص روی شیکر رفت و برگشتی قرار داده و بمدت یک شب (۱۲ تا ۱۶ ساعت)، با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه در دمای اتاق 20 ± 2 درجه سانتی گراد تکان دهید.
- لوله ها را از شیکر جابجا کرده و با دست تکان دهید تا خاک از لوله ها جدا شود. اجازه دهید لوله ها یک شب بماند.

روز بعد با سرعت ۴۰۰۰ دور در دقیقه و به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفوژ کنید. مقادیر Fe، Mn و Al در محلول زلال روئی و به کمک دستگاه جذب اتمی تعیین می شود.

رقیق کردن عصاره های نمونه

هنگامی که سدیم به مقدار کافی در محلول عصاره گیر وجود دارد نیازی به محلول بازدارنده یونیزاسیون دیگری نیست. برای رقت ۱:۵۰ نمونه ها برای اندازه گیری آهن از محلول رقیق کننده اسید فسفریک استفاده کنید. رقیق کردن آهن نهایتاً منجر به غلظت ۰/۵ درصد اسیدفسفریک می شود. هر قسمت از عصاره نمونه سیترات دیتیونات را با ۴۹ قسمت محلول رقیق کننده اسیدفسفریک رقیق کنید (نسبت ۱:۵۰)

برای اندازه گیری آلومینیوم و منگنز از رقت ۱:۵ در آب مقطر عاری از یون استفاده می شود. بدین منظور یک قسمت از عصاره نمونه سیترات-دیتیونات را با ۴ قسمت آب مقطر رقیق کنید.

تنظیم و استفاده از دستگاه جذب اتمی

برای تنظیم دستگاه جذب اتمی به دستورالعمل کارخانه سازنده مراجعه نمائید. جدول شماره (۳-۱۰) تنها راهنمای خیلی کلی برای شرایط دستگاه در رابطه با موارد مورد اندازه گیری متفاوت است.

جدول شماره ۳-۱۰ - برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)

کاتیون	غلظت (mg L ⁻¹)	برنر و زاویه	طول موج (nm)	اسلیت (mm)	اکسیدانت/سوخت
Fe	۲۵/۰	10 cm @ 0°	۲۴۸/۸	۰/۲	3.0 C2H2/15.7 Air
Mn	۱۵/۰	10 cm @ 0°	۲۷۹/۸	۰/۲	3.0 C2H2/15.7 Air
Al	۱۰۰/۰	5 cm @ 0°	۳۰۹/۳	۰/۷	8.5 C2H2/15.7 N2O

تاخیر قرائت بطور معمول ۳ ثانیه و مدت integration time نیز ۳ ثانیه است اما برای خاکهای مختلف می تواند متفاوت باشد. برای هر نمونه میانگین ۳ قرائت بیان می شود.

کالیبراسیون و قرائت به وسیله دستگاه جذب اتمی

هر عنصر در دستگاه جذب اتمی، جداگانه اندازه گیری می شود. برای کالیبراسیون دستگاه از نمونه‌های شاهد و استانداردهای کالیبراسیون استفاده نمائید. کالیبراسیونها به صورت خطی و با عرض از مبدا محاسبه شده خواهند بود.

بعد از هر ۱۲ نمونه، نمونه کنترل کیفی را قرائت کنید. برای ادامه کار این نمونه باید کمتر از ۱۵٪ خطا داشته باشد. اگر چنین نبود، دستگاه را دوباره کالیبره کنید و نمونه کنترل کیفی را دوباره قرائت نمائید. در پایان هر سری نمونه نیز نمونه کنترل کیفی را قرائت نمائید.

اگر نمونه ها خارج از محدوده کالیبراسیون بودند یک رقت پی در پی انجام می شود. یک رقت ۱:۵ نمونه با استفاده از شاهد کالیبراسیون، پس از رقت معمول اتفاق می افتد (رقت معمول همان رقت ۱:۵ با آب مقطر عاری از یون برای Al و Mn و رقت ۱:۵۰ با محلول رقیق کننده اسید فسفریک برای Fe است) با انجام این رقت مضاعف بوسیله محلول شاهد کالیبراسیون، محلول زمینه را بین نمونه های رقیق شده و استانداردها یکسان نگهدارید.

قرائت غلظت هر عنصر بر حسب میلی گرم در لیتر را تا دقت ۰/۰۱ واحد ثبت کنید.

۳-۸-۴- محاسبات

غلظت عنصر را بر حسب میلی گرم در لیتر با کمک فرمول زیر به درصد در خاک تبدیل کنید:

$$Mn, AL, Fe = (A \times B \times C \times R \times 100) / (E \times 1000) \quad [36-3] \quad (\% \text{ در خاک})$$

که در آن :

A = قرائت عصاره نمونه (mgL^{-1})

B = حجم عصاره (L)

C = رقت مورد نیاز

R = نسبت خاک آون خشک / خاک هوا خشک (روش 3D1) یا

آون خشک / رطوبت مزرعه (روش 3D2)

E = وزن نمونه (g)

۱۰۰ = ضریب تبدیل به پایه ۱۰۰ گرم

۱۰۰۰ = نسبت mg g-1

۳-۸-۵- گزارش نتایج

درصد مقادیر قابل عصاره گیری Fe, Al و Mn خاک را با تقریب ۰/۱ درصد گزارش نمایید.

۳-۸-۶- نکات

در تجزیه به کمک جذب اتمی چهار نوع مزاحمت (زمینه، طیفی، شیمیایی و یونیزاسیون) وجود دارند. با توجه به نوع عناصر مورد تجزیه اهمیت هر کدام از این نوع مزاحمتها متفاوت خواهد بود. پتانسیل کاهشی عصاره گیر به PH محلول عصاره گیر و سیستم خاک وابسته است. سیترات سدیم آهن کاهش داده شده (reduced Fe) را کمپلکس می کند و معمولاً سیستم را تا PH ۶/۵ تا ۷/۳ بافر می کند. برخی از خاکها ممکن است PH را کاهش دهند که این منجر به رسوب سولفیدهای آهن می گردد. عصاره‌های صاف شده ممکن است نسبت به عصاره‌های صاف نشده بازیابی Mn, Fe و Al متفاوتی را نتیجه دهند.

۳-۸-۷- ایمنی

هنگام کار با دیتیونات سدیم خشک لباسهای محافظ (دستکش، کاور، پیش بند، محافظ آستین)، محافظ چشم (پوشش جلو صورت یا عینک ایمنی) پوشیده و از فیلترهای تنفسی استفاده کنید. دیتیونات سدیم ممکن است در صورت مرطوب شدن و یا حتی با رطوبت اتمسفر خود بخود آتش بگیرد. دیتیونات را در هود مکنده نگهداری نمایید.

موارد استاندارد ایمنی آزمایشگاهی را هنگام استفاده از گازهای فشرده رعایت نمائید. کپسولهای گاز فشرده باید در حالت عمودی رو به بالا با زنجیره یا بست محکم بسته شوند. گاز استیلن بشدت آتشزا است. از بازکردن گاز و جرقه زدن خودداری کنید. لوازم استاندارد ایمنی آزمایشگاهی مانند پتوی ضد حریق و کپسولهای آتش نشانی برای مواقع اضطراری در دسترس داشته باشید. هنگام استفاده از دستگاه جذب اتمی موارد ایمنی ذکر شده در دستورالعمل کارخانه سازنده را رعایت نمائید.

۳-۸-۸- منابع

1. Wada, K. 1989. Allophane and imogolite. P.1051-1087. In J.B. Dixon and S.B. Weed (eds.). Minerals in Soil environment. 2nd ed. Soil Sci. Am. Book Series No.1. ASA and SSSA, Madison, WI,
2. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: Abasic System of Soil Surveys, USDA- NRCS Agric, Handb.436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۹- شاخص ملانیک (کد روش C9MI)

اندیسولهای ملانیک و فولویک محتوی مقادیر زیادی هوموس می باشند. این خاکها با توجه به رنگ خود فرآیندهای پدوژنیک از خود منعکس می نمایند (هونا و همکاران، ۱۹۸۸). بطور عمومی اندیسولهای ملانیک تحت اکوسیستمهای علفزار با نوع هوموس غالب اسید هومیک نوع A (بالاترین درجه هوموسی شدن) تشکیل شده اند، در حالی که اندیسولهای فولویک تحت اکوسیستمهای جنگلی تشکیل شده‌اند، شاخص هوموس در این خاکها غلبه فولویک اسید به هومیک اسید (درجه پایین هوموسی شدن؛ بعنوان نمونه اسید هومیک نوع P یا B) می باشد (هونا و همکاران، ۱۹۸۸). شاخص ملانیک، معیاری برای تشخیص موادآلی حاصل از مقادیر فراوان سبزینه علفی از مواد آلی تحت کشت جنگلی است (اداره نقشه برداری خاک ایالات متحده، ۱۹۹۹)

۳-۹-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با حساسیت یک میلی گرم
- شیکر رفت و برگشتی مکانیکی با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه
- لوله های سانتریفوژ ۵۰ میلی لیتری پلی پروپیلن
- سانتریفوژ
- پی پت های ۱۰۰۰ و ۱۰ میکرولیتری با نوکهای مخصوص
- دیسپنسر ۳۰ یا ۱۰ میلی لیتری
- سلول اسپکتروفومتر
- اسپکتروفومتر UV-VIS

۳-۹-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون

- سود ۰/۵ درصد و ۰/۱ درصد
- محلول Super flocc 16، ۰/۲ درصد (۲ گرم در لیتر) در آب مقطر عاری از یون

۳-۹-۳- روش کار

۱. ۰/۵ گرم خاک زیر ۲ میلی متری یا پودر شده هوا خشک را بادقت یک میلی گرم در یک لوله سانتریفوژ ۵۰ میلی لیتری توزی نمائید. اگر خاک مرطوب است، به اندازه ای از خاک توزین کنید که محتوی تقریباً ۰/۵ گرم خاک هوا خشک باشد.
۲. ۲۵ میلی لیتر محلول سود ۰/۵ درصد به درون لوله سانتریفوژ بریزید.
۳. نمونه را درون دستگاه شیکر گذاشته و بمدت یک ساعت با سرعت ۲۰۰ رفت و برگشت در دقیقه دردمای اطاق تکان دهید.
۴. نمونه را از دستگاه شیکر جابجا کرده و یک قطره از محلول Super flocc 16، ۰/۲ درصد به آن اضافه نموده سپس بمدت ۱۰ دقیقه با سرعت ۴۰۰۰ دور در دقیقه سانتریفوژ نمائید.
۵. با استفاده از پی پت یک یا ۰/۵ میلی لیتر از عصاره (به ترتیب برای خاکهایی که کمتر از ۱۰٪ یاب بیشتر از ۱۰٪ کربن آلی داشته باشند) را بدرون لوله آزمایش منتقل نمائید.
۶. ۲۰ میلی لیتر محلول $NaOH$ ، ۰/۱٪ به آن اضافه و به آرامی مخلوط نمائید.
۷. اسپکتروفتومتر را روی طول موج ۴۵۰ نانومتر تنظیم و جذب را قرائت نمائید.
۸. اسپکتروفتومتر را روی طول موج ۲۵۰ نانومتر تنظیم نموده و جذب را قرائت نمائید.

۳-۹-۴- محاسبات

شاخص ملانیک از فرمول زیر حساب می شود:

$$\text{شاخص ملانیک} = \frac{\text{جذب در طول موج ۴۵۰ نانومتر}}{\text{جذب در طول موج ۲۵۰ نانومتر}} \quad [37-3]$$

۳-۹-۵- گزارش نتایج

شاخص ملانیک را گزارش نمائید.

۳-۹-۶- نکات

مزاحمت خاصی در این روش مشاهده نمی شود.

۳-۹-۷- ایمنی

خطر خاصی در این روش وجود ندارد. موارد استاندارد ایمنی آزمایشگاه را رعایت نمائید.

۳-۹-۸- منابع

1. Honna, T., S. Yamamoto, and K. Matsui. 1988. A Simple procedure to determine melanin index that is useful for differentiating melanin from fulvic Andisols, *Pedologist* 32:69-78.
2. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: A basic system of soil surveys, USDA- NRCS Agric, Handb. 436. 2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington, DC.

۳-۱۰-۱- قدرت ابقاء فسفر خاک (Phosphate retention) (کد روش C10Pret)

در طبقه بندی خاک، قدرت ابقاء فسفر خاک شاخصه ای است برای خصوصیات اندیک خاک (اداره نقشه برداری خاک ایالات متحده، ۱۹۹۹). اندی سولها و خاکهای دیگری که مقادیر قابل توجهی از آلفانها و دیگر کانیهای بی شکل را در خود دارند دارای ظرفیت پیوند با فسفر هستند (گبهاردت و کلمن، ۱۹۸۴). عواملی که قدرت ابقاء فسفر در خاک را تحت تاثیر قرار می دهند بخوبی شناخته نشده اند. اگرچه آلفانها و ایموگولایت بعنوان اجزاء اصلی مشارکت کننده در ابقاء فسفر در اندی سولها شناخته شده اند (والا، ۱۹۸۵) قدرت ابقاء فسفر بعنوان جذب سطحی فسفر، جذب فسفر یا تثبیت فسفر هم نام برده می شود.

۳-۱۰-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت یک میلی گرم
- شیکر رفت و برگشتی با سرعت ۱۰۰ رفت و برگشت در دقیقه
- سانتریفوژ
- لوله های سانتریفوژ ۵۰ میلی لیتری
- ظروف پلاستیکی
- پیپت های ۱۰۰۰ میکرولیتر و ۱۰ میلی لیتری همراه با نوک مخصوص
- دیسپنسر ۳۰ میلی لیتری یا ۱۰ میلی لیتری
- کاغذ صافی و اتمن ۴۲، ۱۵۰ میلی متری
- اسپکتروفتومتر UV-VIS

۳-۱۰-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول Super flocc 16، ۰/۲ درصد، (۲ گرم در لیتر)
- اسیدنیتریک (HNO₃) غلیظ، ۱۶ نرمال
- محلول ابقاء فسفر (PRS)، P تا ۱۰۰۰ mg؛ مقدار ۳۵/۲ گرم از نمک KH₂PO₄ را که قبلاً به مدت ۲ ساعت خشک شده است (در دمای ۱۱۰ درجه سانتی گراد) و ۲۱۷/۶ گرم از استات سدیم سه آب ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) را در آب مقطر

- عاری از یون حل کنید. ۹۲ میلی لیتر اسید استیک گلاشیال به آن اضافه کنید. محلول را تا حجم ۸ لیتر رقیق کنید. PH محلول باید بین ۴/۵۵ تا ۴/۶۵ باشد.
- محلول اسیدنیتریک؛ ۲۰۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با آب مقطر عاری از یون بدقت تا حجم ۲ لیتر رقیق کنید. دقت کنید که اسید را به آب اضافه نمائید.
 - محلول مولیبدات؛ ۳۲ گرم آمونیوم مولیبدات $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ را در آب مقطر عاری از یون دردمای ۵۰ درجه سانتی گراد حل کنید. اجازه دهید محلول تا دمای اطاق خنک شود و سپس تا حجم ۲ لیتر با آب مقطر رقیق کنید.
 - واکنشگر نیتریک وانادو مولیبدات اسید (NVAR)، محلول وانادات؛ ۱/۶ گرم از NH_4VO_3 را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون جوشان حل کنید. اجازه دهید محلول به دمای اطاق برسد. بدقت و به آرامی ۱۲ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به آن اضافه نمائید. محلول را تا حجم ۲ لیتر رقیق کنید (با آب مقطر). محلول اسیدنیتریک را با محلول وانادات مخلوط کنید و سپس محلول مولیبدات را به آن اضافه نمائید. خوب مخلوط کنید. توجه کنید که این محلول باید به همین ترتیب ساخته شود.
 - رقیق کننده برای محلولهای استاندارد کالیبراسیون فسفر (DSPCS)؛ ۵۴/۴ گرم از استات سدیم سه آب $(CH_3COONa.3H_2O)$ را به ۲۳ میلی لیتر اسید استیک گلاشیال اضافه کرده و تا حجم ۲ لیتر با آب مقطر عاری از یون رقیق نمائید.
 - محلولهای استاندارد کالیبراسیون فسفر (SPCS)؛ ۱۰۰، ۸۰، ۶۰، ۴۰، ۲۰ و صفر درصد ابقاء فسفر. این محلولها را بصورت هفتگی تهیه و در یخچال نگهداری نمائید. قبل از استفاده هر بار اجازه دهید به دمای اطاق برسند. شش بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری تهیه و به شرح زیر مقادیری از محلول ابقاء فسفر (PRS) $(1000mgL^{-1})$ بدقت در آنها ریخته و با محلول رقیق کننده استانداردها (DSPCS) به حجم برسانید.
- ۱: $100\% \text{ SPCS} = 0mgL^{-1} = 100$ میلی لیتر از محلول DSPCS در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری بریزید.
- ۲: $80\% \text{ SPCS} = 20 : 1 (200mgL^{-1}) = 20$ میلی لیتر از محلول PRS بدرون بالن ژوژه پی پت نموده و با محلول DSPCS به حجم برسانید.
- ۳: $60\% \text{ SPCS} = 10 : 1 (400mgL^{-1}) = 40$ میلی لیتر از محلول PRS بدرون بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و سپس با محلول DSPCS به حجم برسانید.
- ۴: $40\% \text{ SPCS} = 20 : 3 (600mgL^{-1}) = 60$ میلی لیتر از محلول PRS بدرون بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و سپس با محلول DSPCS به حجم برسانید.
- ۵: $20\% \text{ SPCS} = 5 : 1 (800mgL^{-1}) = 80$ میلی لیتر از محلول PRS بدرون بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و سپس با محلول DSPCS به حجم برسانید.
- ۶: $0\% \text{ SPCS} = 4 : 1 (1000mgL^{-1}) = 100$ میلی لیتر از محلول PRS بدرون بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری بریزید.

۳-۱۰-۳- روش کار

۱. ۵ گرم خاک زیر ۲ میلی متری هوا خشک را بادقت یک میلی گرم به درون لوله سانتیفوژ ۵۰ میلی لیتری توزین نمائید. در صورتی که خاک مرطوب است باندازه کافی از خاک بردارید تا تقریباً ۵ گرم خاک خشک را دربرگیرد. مواد پودر شده برای این روش استفاده نمی شوند.

۲. با استفاده از دیسپنسر مقدار ۲۵ میلی لیتر محلول ابقاء فسفر را به درون لوله سانتیفوژ بریزید.

۳. نمونه را بدرون شیکر منتقل و بمدت ۲۴ ساعت با سرعت ۱۰۰ دور در دقیقه در دمای اطاق تکان دهید (۲۰+۲) درجه سانتی‌گراد)

۴. نمونه را از روی شیکر برداشته و ۲ تا ۳ قطره محلول W/V ۰/۰۲٪ و Super flocc به هر لوله اضافه نمائید. لوله سانتیفوژ محتوی نمونه را با سرعت ۲۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه سانتیفوژ نمائید، محلول صاف رویی را جدا و صاف نموده و سپس در ظرف در بسته نگهداری نمائید. اگر عصاره‌ها بلافاصله قرائت نمی شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد نگهداری نمائید. نمونه‌ها را حداکثر ظرف مدت ۷۲ ساعت قرائت کنید.

۵. به هر محلول عصاره و هر محلول استاندارد کالیبراسیون فسفر به نسبت ۱:۲۰ از محلول واکنشگر نیتریک وانادومولیدات اسید اضافه نمائید. بحدی که محلول حاصل حجم ۴/۵ میلی لیتر را برای سل دستگاه اسپکتروفتومتر تامین نماید.

۶. واکنش ایجاد رنگ حداقل نیاز به ۳۰ دقیقه زمان دارد تا قرائت انجام شود.

۷. اسپکتروفتومتر را روی طول موج ۴۶۶ نانومتر تنظیم نمائید و با شاهد کالیبراسیون صفر نمائید.

۸. با استفاده از محلولهای کالیبراسیون استاندارد ابقاء فسفر، دستگاه را کالیبره نمائید. بدین ترتیب قرائت دستگاه درصد ابقاء فسفر را نشان خواهد داد.

۹. نمونه‌ها را با توجه به منحنی کالیبراسیون قرائت نمائید. قابلیت ابقاء فسفر نمونه‌ها از طریق معادله رگرسیونی بدست می‌آید که رابطه جذب با درصد ابقاء فسفر در محلولهای استاندارد کالیبراسیون ابقاء فسفر را بیان می‌کند. در صورتی که مقدار ابقاء فسفر برای نمونه‌های شاهد بعنوان نمونه مجهول بیش از ۰/۰۱ باشد یا برای استانداردها بیش از ۲۰٪ اختلاف ایجاد شود یا اگر نمونه کنترل کیفی بیش از ۲۰٪ خطا داشته باشد قرائت نمونه‌ها را متوقف و استانداردها را مجدداً معرفی نمائید.

۱۰. اگر نمونه‌ها خارج از حد استانداردهای کالیبراسیون بودند، آنها را با محلول عصاره‌گیر رقیق نموده و مجدداً قرائت نمائید.

۳-۱۰-۴- محاسبات

این روش نیازی به محاسبه ندارد.

۳-۱۰-۵- گزارش نتایج

درصد ابقاء فسفر را به همان صورتی که بدست می‌آورید بصورت عدد کامل گزارش کنید.

۳-۱۰-۶- نکات

مداخله کننده و مزاحمت خاصی در این روش دیده نشده است.

۳-۱۰-۷- ایمنی

لباسهای محافظ (دستکش، کاور، پیش بند، محافظ آستین)، محافظ چشم (پوشش جلو صورت یا عینک ایمنی) بپوشید. هنگام آماده سازی واکنشگرها به مراقبتهای خاص توجه نمائید. بسیاری از نمکهای فلزی بشدت سمی هستند و در صورت بلعیده شدن ممکن است کشنده باشند. بعد از کار با این نمکهای فلزی، به آرامی دست هایتان را بشوئید. استفاده از اسیدنیتریک غلیظ را فقط زیر هود مکنده انجام دهید. برای رقیق کردن اسید و بازهای پاشیده شده از دوش ایمنی و چشم شوی اضطراری استفاده کنید. برای خنثی و رقیق کردن اسید پاشیده شده از بی کربنات سدیم و آب استفاده نمائید.

۳-۱۰-۸- منابع

1. Blakemore, L.C. P.L.Searle, and B.K.Daly.1987. Methods for chemical analysis of Soils. 43P. NZ Bureau Scientific Report 80, NZ Soil Bur.Lower Hutt,N2.
2. Gebhardt, H., and N.T.Coleman.1984. Anion adsorption of a llopanic tropical Soils: III.Phosphate adsorption P.237-248.In. K.H Tan (ed.) Andosols. Benchmark papers in Soil Science Series. Van Nostrand Reinhold, Co., Melbourne,Australia.
3. Soil Survey Staff. 1999. Soil taxonomy: Abasic System of Soil Surveys, USDA- NRCS Agric, Handb.436.2nd ed. U.S. Govt. Print. Office, Washington,DC.
4. Wala K.1985. The distinctive properties of Andisols. P.173-229.In B.A.Stewart(ed.) Advances in Soil Scionce.Springer-Verlag.New York, NY.

فصل ۴

تجزیه‌های شیمیائی آبهای سطحی و
زیرزمینی

۴-۱- واکنش (pH) آب (کد روش W1pH)

pH نمونه آب یکی از تجزیه‌های رایج و از شاخص‌ترین اندازه‌گیریهایی خصوصیات شیمیایی آب است. اسیدی، خنثی یا بازی بودن آب در ارزیابی کیفیت آن یک عامل کلیدی است. pH نمونه آب با الکتروود pH که قبلاً واسنجی شده است به کمک دستگاه pH متر اندازه‌گیری می‌شود.

۴-۱-۱- وسایل

فیلتر سرنگی با قطر منافذ ۰/۴۵ میکرون

- لوله‌های ۵۰ میلی‌لیتری درب‌دار
- دستگاه pH متر
- الکتروود pH

۴-۱-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- محلول‌های بافر با pH=4، pH=7 و pH=9.18 برای واسنجی الکتروود

۴-۱-۳- روش کار

۱. نمونه آب را ابتدا به درون لوله ۵۰ میلی‌لیتری فیلتر نمائید و درب آنرا ببندید. اگر نمونه‌ها بلافاصله اندازه‌گیری نمی‌شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه را ظرف مدت ۷۲ ساعت تجزیه نمائید.
۲. دستگاه pH متر را با محلول‌های بافر با pH، ۴/۰۰، ۷/۰۰ و ۹/۱۸ واسنجی نمائید.
۳. پس از واسنجی دستگاه، الکتروود را به آرامی با آب مقطر بشوئید و آن را خشک کنید. از خشک کردن الکتروود با دستمالی که ممکن است باعث ایجاد بار ایستائی بر روی الکتروود شود پرهیز نمائید.
۴. الکتروود را به آرامی در نمونه آب فرو برید تا جایی که محل اتصال KCl الکتروود زیر سطح آب قرار گیرد.
۵. قبل از ثبت pH، اجازه دهید عدد pH ثابت شود. سپس pH را تا حد ۰/۰۱ ثبت نمائید.
۶. الکتروود pH را به آرامی از درون نمونه آب بیرون آورده و با آب مقطر بشوئید.

۴-۱-۴- محاسبات

در این روش نیاز به محاسبه نمی‌باشد.

۴-۱-۵- گزارش نتایج

pH آب را با دقت ۰/۱ واحد pH گزارش نمائید.

۴-۱-۶- نکات

برای دستیابی به بهترین نتیجه و جلوگیری از تأثیر ماندگاری، pH نمونه آب باید بلافاصله پس از رسیدن به آزمایشگاه تعیین شود (ولت هورست، ۱۹۹۶).

۴-۱-۷- ایمنی

خطرات ویژه‌ای در استفاده از این روش وجود ندارد. روشهای استاندارد ایمنی در آزمایشگاه را رعایت نمائید.

۴-۱-۸- منابع

1. Velthorst, E.J. 1996. Water analysis. p. 121-242. In: P. Buurman, B. van Lagen, and E.J. Velthorst (eds.) Manual for soil and water analysis. Backhuys Publ. Leiden.

۴-۲- هدایت الکتریکی (کد روش W2EC)

اندازه‌گیری هدایت الکتریکی (EC) و مقدار کل نمکهای حل شده (TDS) آسان است. اما به دلیل تأثیر معنی‌داری که رطوبت متداول خاکها بر مقدار شوری دارد، اندازه‌گیری TDS در خاکها انجام نمی‌گیرد. منبع اولیه نمکها، هوادیدگی شیمیائی کانیهای موجود در خاکها و سنگها هستند. از میان این فرایندها حل شدن، هیدرولیز، کربناته‌شدن، اسیدی‌شدن و اکسید و احیاء شدن دارای اهمیت بیشتری هستند (شورای ملی تحقیقات، ۱۹۹۳). همه این واکنشها در افزایش کانیهای حل شده که وارد محلول خاک و نهایتاً آب می‌شوند مؤثرند. هدایت الکتریکی نمونه آب با استفاده از دستگاه EC-متر اندازه‌گیری می‌شود.

۴-۲-۱- وسایل

- فیلتر سرنگی با قطر منافذ ۰/۴۵ میکرون
- لوله‌های ۵۰ میلی‌لیتری درب‌دار
- EC-متر با تصحیح کننده حرارتی اتوماتیک، $25 \pm 0.1^{\circ}\text{C}$

۴-۲-۲- مواد

- آب مقطر
- کلرید پتاسیم ۰/۰۱ نرمال ($\text{KCl}, 0.01 \text{ N}$). مقدار کافی کلرید پتاسیم را به مدت یک شب درآون (110°C) خشک کنید. بعد از خشک شدن، ۰/۷۴۵۶ گرم از آن را در آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید. هدایت الکتریکی این محلول در دمای 25°C برابر با $1/412 \text{ dS m}^{-1}$ می‌باشد.

۴-۲-۳- روش کار

۱. نمونه آب را ابتدا به درون لوله ۵۰ میلی‌لیتری فیلتر نمائید و درب آنرا ببندید. اگر نمونه‌ها بلافاصله اندازه‌گیری نمی‌شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه را ظرف مدت ۷۲ ساعت تجزیه نمائید.
۲. با استفاده از آب مقطر (به عنوان شاهد) و محلول کلرید پتاسیم ۰/۰۱ نرمال ($EC = 1/41 \text{ dS m}^{-1}$)، دستگاه EC-متر را واسنجی کنید.
۳. هدایت الکتریکی نمونه آب را مستقیماً با EC-متر بخوانید.
۴. هدایت الکتریکی را با دقت 0.01 dS m^{-1} یادداشت کنید.

۴-۲-۴- محاسبات

این روش نیاز به محاسبه خاصی ندارد. اما از هدایت الکتریکی اندازه‌گیری شده می‌توان برای تخمین غلظت کل کاتیونها یا آنیونهای محلول در آب بر حسب میلی‌اکی‌والان در لیتر (meq L^{-1}) استفاده کرد. روابط مورد استفاده به صورت زیر است:

$$EC (\text{dS m}^{-1}) \times 10 = [\text{۱-۴}] (\text{meq L}^{-1}) \text{ غلظت آنیونها یا کاتیونها}$$

۴-۲-۵- گزارش نتایج

هدایت الکتریکی (EC) را با دقت ۰/۰۱ دسی‌زیمنس بر متر (dS m^{-1}) گزارش کنید.

۴-۲-۶- نکات

- (الف): برای تنظیم صفر دستگاه EC-متر از آب مقطر عاری از یون استفاده می‌شود. فرض می‌شود دمای محلول ۲۵ درجه سانتیگراد است، چنانچه دما به طور معنی‌داری متفاوت باشد تصحیح اثر دما ضروری است.
- (ب): به منظور جلوگیری از آزاد شدن کاتیونهای قلیایی خاکی، محلول کلرید کلسیم و نمونه‌ها را در ظروف در بسته غیر قابل نفوذ نسبت به هوا نگهداری کنید. تماس با هوا ممکن است با گرفتن یا از دست دادن آب و گازهای محلول به طور معنی‌داری قرائت EC را تحت تاثیر قرار دهد.

۴-۲-۷- ایمنی

خطر مهمی در رابطه با این روش وجود ندارد. از استاندارد ایمنی آزمایشگاه پیروی کنید.

۴-۲-۸- منابع

1. National Research Council. 1993. Soil and water quality. An agenda for agriculture. Natl. Acad. Press, Washington, DC.

۳-۴- اندازه‌گیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم، پتاسیم و سدیم بوسیله دستگاه جذب اتمی (کد روش W3Na و W3K, W3Mg, W3Ca)

عناصر غذایی (نیتروژن و فسفر)، رسوبات، آفت‌کشها، نمکها یا عناصر کمیاب موجود در آبهای زیر زمینی و سطحی، کیفیت آب و خاک را تحت تأثیر قرار می‌دهند (شورای تحقیقات ملی، ۱۹۹۳). این روش برای تجزیه آبهای زیر زمینی و سطحی توسعه یافته است. در این روش آب صاف شده و بوسیله یک بازدارنده یونیزاسیون (La_2O_3) رقیق می‌شود. سپس کاتیونها با استفاده از دستگاه جذب اتمی اندازه‌گیری می‌شوند. داده‌ها به طور اتوماتیک توسط یک کامپیوتر و چاپگر ثبت و چاپ می‌شوند. در مواقعی که جابجا کننده اتوماتیک، کامپیوتر و چاپگر به دستگاه متصل نباشد تعویض نمونه‌ها و ثبت داده‌ها به صورت دستی انجام می‌گیرد. کاتیون‌های محلول (Na^+ و K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) بر حسب meq L^{-1} معادل $\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1}$ گزارش می‌شوند.

۱-۳-۴- وسایل

- ترازو الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- فیلتر سرنگی با قطر منافذ 0.45 میکرون
- لوله‌های 50 میلی لیتری درب‌دار
- دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)
- جابجا کننده خودکار نمونه ها^۱
- کامپیوتر همراه با نرم افزار AA WinLab و چاپگر
- رگولاتور ساده (Single-stage)، استیلن

۲-۳-۴- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- اسید هیدروکلریک غلیظ، 12 N (HCl)
- محلول ۱:۱، اسید هیدروکلریک (HCl) به آب مقطر عاری از یون 6 نرمال. یک قسمت اسید غلیظ HCl را به دقت با یک قسمت آب مقطر عاری از یون مخلوط کنید.
- سیلندر هوای فشرده یا کمپرسور برای تأمین هوای فشرده همراه با رگولاتور و فیلتر تصفیه هوا از رطوبت و گرد و غبار
- گاز استیلن، با خلوص 99.6%
- محلول مادری لانتانیم بازدارنده یونیزاسیون^۲ (SLISS)، با غلظت 65000 میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}). مقدار $152/4$ گرم اکسید لانتانیم (La_2O_3) را توزین کرده و 100 میلی لیتر آب مقطر عاری از یون به آن اضافه نمائید. 500 میلی لیتر اسید کلریدریک 6 نرمال را برای حل کردن اکسید لانتانیم بطور آرام و پیوسته اضافه کنید. با آب مقطر عاری از یون محلول را به حجم دو لیتر برسانید. سپس آن را صاف نموده و در یک ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.

^۱ - Auto sampler

^۲ - Stock lanthanum ionization suppressant solution

- محلول لانتانوم مانع یونیزاسیون کاربردی^۱ (WLISS)، با غلظت ۲۰۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1})، مقدار ۶۱/۵ میلی لیتر SLISS را با ۱۸۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون رقیق کنید. حجم نهایی را با آب مقطر عاری از یون به دو لیتر برسانید. سپس محلول را کاملاً مخلوط نموده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
- محلول مخلوط استاندارد مادری کاربردی^۲ (WSMSS)، برای کاتیون‌های Mg ، Ca و K . برای تهیه این محلول، به ترتیب مقادیر ۲۵، ۲۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتر از محلولهای Ca-PSSS ، Mg-PSSS و K-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری بریزید و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. این محلول از نظر Mg ، Ca و K به ترتیب دارای غلظت ۵۰، ۵۰۰ و ۲۰۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود. برای مخلوط شدن کامل آنرا وارونه کنید و در یک ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شوند. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.
- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی^۳ (MCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:
 ۱. استاندارد MCSS با غلظت بالا (نسبت ۱:۱۰۰): محلول WSMSS را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۵، ۰/۵ و ۲ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
 ۲. استاندارد MCSS با غلظت متوسط (نسبت ۱:۲۰۰): مقدار ۵۰ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۲/۵، ۰/۲۵ و ۱ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
 ۳. استاندارد MCSS با غلظت کم (نسبت ۱:۴۰۰): مقدار ۲۵ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با ۱/۲۵، ۰/۱۲۵ و ۰/۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.
 ۴. استاندارد MCSS با غلظت خیلی کم (نسبت ۱:۶۰۰): مقدار ۱۶/۶۵ میلی لیتر از محلول WSMSS را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول

^۱ - Working lanthanum ionization suppressant solution^۲ - Working stock mixed standards solution^۳ - Mixed calibration standard solutions

می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی کلسیم، منیزیم و پتاسیم به ترتیب برابر با $۰/۸۳$ ، $۰/۰۸$ و $۰/۳۳$ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر کلسیم، منیزیم و پتاسیم. آب مقطر عاری از یون را به نسبت ۱:۱۰۰ با WLISS رقیق کنید.

- محلول استاندارد سدیم برای واسنجی (NaCSS)، با غلظت زیاد، متوسط، کم، خیلی کم و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:

۱. استاندارد NaCSS با غلظت بالا (نسبت ۱:۱۰۰): محلول Na-PSSS را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۱۰ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۲. استاندارد NaCSS با غلظت متوسط (نسبت ۱:۲۰۰): مقدار ۲۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم ۵ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۳. استاندارد NaCSS با غلظت کم (نسبت ۱:۴۰۰): مقدار ۱۲/۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم $۲/۵$ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۴. استاندارد NaCSS با غلظت خیلی کم (نسبت ۱:۶۰۰): مقدار ۸/۳۵ میلی لیتر از محلول Na-PSSS را در یک بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. محلول ایجاد شده را به نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کرده، به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت سدیم $۱/۶۷$ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۵. شاهد با غلظت صفر میلی گرم در لیتر سدیم. آب مقطر عاری از یون را به نسبت ۱:۱۰۰ با WLISS رقیق کنید.

۳-۳-۴- روش کار

۱. نمونه آب را ابتدا به درون لوله ۵۰ میلی لیتری فیلتر نمائید و درب آنرا ببندید. اگر نمونه‌ها بلافاصله اندازه گیری نمی‌شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه را ظرف مدت ۷۲ ساعت تجزیه نمائید.

رقیق کردن استانداردهای واسنجی و نمونه‌ها:

۲. نمونه آب را با نسبت ۱:۱۰۰ با محلول WLISS رقیق کنید.

۳. محلول‌های رقیق شده نمونه را در داخل لوله‌های آزمایش که در نگهدارنده نمونه قرار دارند توزیع کنید.

تنظیم و کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS):

۴. برای کار کردن با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی به دستورالعمل کارخانه مراجعه کنید. مطالبی که در جدول ۴-۱ ارائه شده تنها یک راهنمای خیلی کلی برای شرایط دستگاه برای اندازه گیری کاتیونهای مختلف در محلول می‌باشد.

جدول شماره ۴-۱- برخی از شرایط کلی کار با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS)

کاتیون	غلظت (mg L ⁻¹)	برنر و زاویه	طول موج (nm)	اسلیت (mm)	اکسیدانت/سوخت (C ₂ H ₂ /Air)
Ca	۹/۰	10 cm @ 0°	۴۲۲/۷	۰/۷	1.5/10.0
Mg	۰/۷۵	10 cm @ 0°	۲۸۵/۲	۰/۷	1.5/10.0
K	۲/۰	10 cm @ 0°	۷۶۶/۵	۰/۷	1.5/10.0
Na	۱۰/۰	10 cm @ 30°	۵۸۹/۰	۰/۲	1.5/10.0

۵. دستگاه را با استفاده از محلول‌های مخلوط استاندارد (MCSS) و محلول استاندارد سدیم (NaCSS)، واسنجی کنید. در این صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخ‌های دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.

۶. اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه ابتدا با آب مقطر عاری از یون به نسبت‌های ۱:۵، ۱:۲۰، ۱:۱۰۰ و غیره رقیق شده و سپس با WLISS به نسبت ۱:۱۰۰ رقیق می‌شود.

۷. به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS) انجام دهید. اگر اختلاف قرائتها کمتر از ۱۰٪ نبود، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.

۸. قرائت کاتیون در محلول را با دقت ۰/۰۱ میلی‌گرم در لیتر (mg L⁻¹) ثبت کنید.

۴-۳-۴- محاسبات

قرائت دستگاه برای غلظت کاتیون بر حسب میلی‌گرم در لیتر (mg L⁻¹) است. برای محاسبه غلظت هر کاتیون در محلول بر حسب meq L⁻¹ از رابطه زیر استفاده می‌شود:

$$[2-4] \quad (\text{meq L}^{-1}) = (A \times B)/C$$

که در آن:

A؛ غلظت کاتیون (Na, K, Mg, Ca) در آب (mg L⁻¹)

B؛ رقت، اگر انجام شده باشد

C؛ وزن اکی‌والانی عنصر (mg meq⁻¹)، که برای کلسیم (Ca⁺²)، منیزیم (Mg⁺²)، سدیم (Na⁺) و پتاسیم (K⁺) به ترتیب برابر با ۲۰/۰۴، ۱۲/۱۵، ۲۲/۹۹ و ۳۹/۱۰ میلی‌گرم بر میلی‌اکی‌والان (mg meq⁻¹) می‌باشد.

۴-۳-۵- گزارش نتایج

مقادیر غلظت Ca^{2+} ، Mg^{2+} ، Na^+ و K^+ اندازه‌گیری شده را با دقت $(\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1})$ 0.1 meq L^{-1} گزارش کنید.

۴-۳-۶- نکات

(الف) - چهار نوع خطا (ماتریکس، طیفی، شیمیایی و یونیزاسیون) در اندازه‌گیری این کاتیونها وجود دارد. اهمیت این خطاها بسته به کاتیون انتخاب شده، فرق می‌کند.

(ب) - از لوله‌های بروسلیکات استفاده نکنید، زیرا پتانسیل خارج کردن کاتیونها از محلول را دارند.

۴-۳-۷- ایمنی

لباس محافظ پوشیده و محافظ چشم بزنید. هنگامی که محلولها را تهیه می‌کنید، مراقبتهای ویژه را اعمال کنید. اسید کلریدریک غلیظ را منحصراً در زیر هود استفاده کنید. بسیاری از نمکهای فلزات بی نهایت سمی هستند و ممکن است کشنده باشند. بعد از استفاده از این نمکهای فلزی (تماس دست با آنها) دستها را بطور کامل بشوئید. هنگام استفاده از گازهای فشرده روشهای استاندارد آزمایشگاهی را رعایت کنید. استیلن به شدت آتش زا است. از شعله و جرقه به شدت خوداری کنید. وسایل اطفاء حریق آزمایشگاهی استاندارد شامل پتوها و کپسول آتش نشانی برای مواقع ضروری در دسترس باشد. احتیاطهای ایمنی کارخانه را در هنگام استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی (AAS) رعایت کنید.

۴-۳-۸- منابع

1. National Research Council. 1993. Soil and water quality. An agenda for agriculture. Natl. Acad. Press, Washington, DC.

۴-۴- اندازه‌گیری آنیونهای بروماید، کلراید، نیترات، نیتريت، فسفات و سولفات به روش یون کروماتوگرافی (کد روش W4SO_4 و W4PO_4 ، W4NO_2 ، W4NO_3 ، W4Cl ، W4Br)

عناصر غذائی (نیتروژن و فسفر)، رسوبات، آفت‌کشها، نمکها یا عناصر کمیاب موجود در آبهای زیر زمینی و سطحی، کیفیت آب و خاک را تحت تأثیر قرار می‌دهند (شورای ملی تحقیقات، ۱۹۹۳). این روش برای تجزیه آبهای زیر زمینی و سطحی توسعه یافته است.

در این روش نمونه آب صاف شده بر اساس هدایت الکتریکی (EC) آن، رقیق می‌شود. نمونه رقیق شده به داخل یون کروماتوگراف تزریق شده و آنیونها جدا می‌شوند. یک آشکارساز هدایتی برای اندازه‌گیری گونه‌های یون و مقدار آن به کار می‌رود. غلظت‌های آنیون استاندارد شده برای واسنجی سیستم استفاده می‌شود. منحنی واسنجی تعیین شده و غلظت آنیونها محاسبه می‌گردد. یک برنامه کامپیوتری این عملیات را به طور خودکار انجام می‌دهد. آنیونهای محلول Br^- ، Cl^- ، NO_3^- ، NO_2^- ، PO_4^{3-} و SO_4^{2-} بر حسب $(\text{mmol}_{(+)} \text{L}^{-1})$ 0.1 meq L^{-1} گزارش می‌شوند.

۴-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- فیلتر سرنگی با قطر منافذ 0.45 میکرون
- لوله‌های 50 میلی لیتری درب‌دار
- یون کروماتوگراف دو ستونه، آشکارساز هدایتی
- ستون محافظ
- ستون تجزیه
- متوقف کننده خودکار
- جابجا کننده خودکار نمونه ها
- کامپیوتر با نرم افزار و چاپگر
- دیسپنسر/رقیق کننده دیجیتالی
- ظروف پلی اتیلنی با در پوش

۴-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
 - گاز هلیوم
 - محلول شوینده. محلول A: مقدار $5/3$ گرم Na_2CO_3 را با آب مقطر عاری از یون در یک بالن ژوژه 500 میلی لیتری مخلوط کرده و به حجم برسانید. محلول B: مقدار $4/20$ گرم NaHCO_3 را با آب مقطر عاری از یون در یک بالن ژوژه 500 میلی لیتری مخلوط کرده و به حجم برسانید. سپس 35 میلی لیتر از محلول A و 10 میلی لیتر از محلول B را در بالن ژوژه یک لیتری اضافه کنید و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی این محلول از نظر $0.24 \text{ Na}_2\text{CO}_3$ مولار و از نظر 0.25 NaHCO_3 مولار خواهد بود. اگر کروماتوگراف بیش از یک شب روشن است دو لیتر شوینده درست کنید. شوینده را در منبع شوینده دستگاه بریزید و آن را به مدت 15 دقیقه به ازاء هر لیتر با هلیوم (مجموعاً 30 دقیقه) گازگیری کنید. این محلول را بصورت روزانه تهیه کنید.
 - محلولهای استاندارد مادری اولیه^۱ (PSSS-1000)، برای Br^- ، Cl^- ، NO_3^- ، NO_2^- ، PO_4^{3-} و SO_4^{2-} با خلوص بالا، با غلظت 1000 میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}).
 - محلولهای استاندارد مادری اولیه^۲ (PSSS-100)، برای Br^- ، NO_3^- ، NO_2^- ، PO_4^{3-} و Br^- با غلظت 100 میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}).
- ^۱ برای تهیه هر یک از این محلولها مقدار 25 میلی لیتر از محلولهای NO_3^- -PSSS1000، NO_2^- -PSSS1000، PO_4^{3-} -PSSS1000 و Br^- -PSSS1000 را به طور جداگانه در بالن ژوژه 250 میلی لیتری ریخته و با آب مقطر عاری از یون رقیق

^۱ - Primary stock standards solutions^۲ - Primary stock standards solutions

کنید تا به حجم برسد. محلول را کاملاً مخلوط کرده و در یخچال نگهداری کنید. این محلولها باید هر هفته بصورت تازه تهیه شوند.

- محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی (MCSS)، با غلظت A, B, C, D, E و شاهد را به صورت زیر تهیه کنید:

۱. استاندارد MCSS-A: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری، مقادیر زیر را از محلولهای استاندارد مادری اولیه بریزید و با آب مقطر عاری از یون رقیق کنید تا به حجم برسد.

12.5 mL, Cl^- -PSSS1000
 25 mL, SO_4^{2-} -PSSS1000
 20 mL, NO_3^- -PSSS100
 20 mL, NO_2^- -PSSS100
 22 mL, Br^- -PSSS100
 22 mL, PO_4^{3-} -PSSS100

محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد. در محلول تهیه شده غلظت نهایی Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۵۰، ۱۰۰، ۸، ۸، ۸/۸، ۸/۸ میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) خواهد بود.

۲. استاندارد MCSS-B: در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری، ۴۰ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۲۰، ۴۰، ۳/۲، ۳/۲، ۳/۵۲ و ۳/۵۲ میلی گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط نمائید و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.

۳. MCSS-C: در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری، ۲۰ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۱۰، ۲۰، ۱/۱۶/۶، ۱/۷۶ و ۱/۷۶ میلی گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط کرده و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.

۴. MCSS-D: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری، ۲۵ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۵، ۱۰، ۰/۸، ۰/۸، ۰/۸۸ و ۰/۸۸ میلی گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط کرده و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.

۵. MCSS-E: در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری، ۵ میلی لیتر MCSS-A اضافه و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید. غلظت نهایی Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , Br^- و PO_4^{3-} به ترتیب برابر با ۱، ۲، ۰/۱۶، ۰/۱۶، ۰/۱۷۶ و ۰/۱۷۶ میلی گرم در لیتر خواهد بود. محلول را به طور کامل مخلوط کرده و در ظرف پلی اتیلنی و در یخچال نگهداری کنید. این محلول می‌بایست هر هفته بصورت تازه تهیه شود. قبل از استفاده اجازه دهید تا با دمای اطاق به تعادل برسد.

۶. استاندارد MCSS شاهد: صفر میلی لیتر از PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^- را با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.

۴-۳- روش کار

۱. نمونه آب را ابتدا به درون لوله ۵۰ میلی لیتری فیلتر نمائید و درب آنرا ببندید. اگر نمونه‌ها بلافاصله اندازه‌گیری نمی‌شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه را ظرف مدت ۷۲ ساعت اندازه‌گیری نمائید.
۲. نمونه‌ها را بر اساس هدایت الکتریکی آنها (EC) با آب مقطر عاری از یون با استفاده از جدول زیر رقیق کنید:
۳. محلولهای MCSS-(B,C,D,E,Blank) و نمونه های آب رقیق شده را در لوله‌های پلی اتیلنی ریخته و با درپوش فیلتری ببندید.

جدول شماره ۴-۲- ضریب رقت برای نمونه آب بر اساس هدایت الکتریکی آن

ضریب رقت	ECs (dS m^{-1})	ضریب رقت	ECs (dS m^{-1})	ضریب رقت	ECs (dS m^{-1})
۴۰۰	۱۷/۰۱-۱۸/۰۰	۹۰	۳/۱۱-۳/۵۵	۴	۰/۰۰-۰/۵۵
۴۵۰	۱۸/۰۱-۲۰/۰۰	۱۰۰	۳/۵۶-۴/۰۵	۵	۰/۵۶-۰/۶۵
۴۸۰	۲۱/۰۱-۲۱/۰۰	۱۲۰	۴/۰۶-۴/۶۰	۶	۰/۶۶-۰/۷۵
۵۰۰	۲۱/۰۱-۲۳/۰۰	۱۴۰	۴/۶۱-۵/۲۰	۷	۰/۷۶-۰/۸۵
۵۴۰	۲۳/۰۱-۲۴/۰۰	۱۵۰	۵/۲۱-۵/۸۵	۸	۰/۸۶-۰/۹۵
۵۶۰	۲۴/۰۱-۲۵/۰۰	۱۶۰	۵/۸۶-۶/۵۵	۹	۰/۹۶-۱/۰۵
۶۰۰	۲۵/۰۱-۲۷/۰۰	۱۸۰	۶/۵۶-۷/۳۰	۱۰	۱/۰۶-۱/۲۰
۶۴۰	۲۷/۰۱-۲۸/۰۰	۲۰۰	۷/۳۱-۸/۰۰	۱۵	۱/۲۱-۱/۴۰
۶۸۰	۲۸/۰۱-۳۰/۰۰	۲۲۵	۸/۰۱-۹/۰۰	۲۵	۱/۴۱-۱/۵۰
۷۰۰	۳۰/۰۱-۳۳/۰۰	۲۴۰	۹/۰۱-۱۰/۰۰	۳۰	۱/۵۱-۱/۶۰
۷۲۰	۳۲/۰۱-۳۳/۰۰	۲۷۰	۱۰/۰۱-۱۱/۵۰	۴۰	۱/۶۱-۱/۸۰
۸۰۰	۳۳/۰۱-۳۶/۰۰	۲۸۰	۱۱/۵۱-۱۳/۰۰	۵۰	۱/۸۱-۲/۰۰
۹۰۰	۳۶/۰۱-۴۰/۰۰	۳۰۰	۱۳/۰۱-۱۴/۵۰	۶۰	۲/۰۱-۲/۳۰
۱۰۰۰	۴۰/۰۱-۴۴/۰۰	۳۲۰	۱۴/۵۱-۱۶/۰۰	۷۰	۲/۳۱-۲/۶۰
		۳۶۰	۱۶/۰۱-۱۷/۰۰	۸۰	۲/۶۱-۳/۱۰

تنظیم دستگاه یون کروماتوگراف (IC):

۴. برای کار با دستگاه IC به دستورالعمل شرکت سازنده مراجعه نمائید. به دلیل اینکه فاکتورهای زیادی می‌تواند شرایط کار با دستگاه را تحت تاثیر قرار دهد، در اینجا تنها به عنوان نمونه تنظیمهای کلی دستگاه یون کروماتوگراف Dionex DX-120 ارائه می‌گردد (جدول ۴-۳).

جدول شماره ۴-۳- تنظیم‌های کلی دستگاه یون کروماتوگراف Dionex DX-120

Parameter	Range and/or (Typical Setting)
Calibration	Peak Height or (Area)
Flow Setting	0.5 to 4.5 mL min ⁻¹ (1.63 mL min ⁻¹)
Pressure	0 to 4000 psi (2200 to 2400 psi)
Detection	Suppressed conductivity
Total Conductivity	0 to 999.9 μS
Injection Volume	10 μL
Auto Offset	-999.9 to 999.9 μS (ON)

۵. جابجا کننده خودکار نمونه‌ها را که حاوی نمونه‌ها، استانداردها و نمونه‌های کنترل می‌باشند درون دستگاه قرار دهید.

۶. با استفاده از کامپیوتر و چاپگر، متغیرهای دستگاه را تنظیم کرده و نتایج قرائت را جمع‌آوری و ثبت نمایید.

کالیبراسیون و تجزیه توسط IC:

۷. با استفاده از محلولهای مخلوط استاندارد برای واسنجی MCSS (B,C,D,E,Blank) دستگاه را واسنجی نمایید. در این

صورت سیستم داده‌ها، غلظت را با پاسخهای دستگاه برای هر MCSS مرتبط خواهد کرد. حد غیر قابل قبول برای محلولهای استاندارد، ضریب تشخیص کمتر از ۹۹٪ ($R^2 < 0.99$) می‌باشد.

۸. اگر غلظت نمونه بیشتر از استاندارد واسنجی شود، نمونه را با آب مقطر عاری از یون رقیق کرده و مجدداً اندازه‌گیری کنید.

۹. به ازاء هر ۱۲ نمونه یک نمونه کنترل کیفی (QC) (استاندارد با غلظت کم MCSS، استاندارد C) انجام دهید.

۱۰. اگر اختلاف قرائتها کمتر از ۱۰-۱۵٪ نبود (بسته به آنیون مورد آزمون)، دستگاه دوباره واسنجی و کنترل کیفیت شود.

۱۱. قرائت غلظت آنیون را با دقت 0.1 mg L^{-1} ثبت کنید.

۴-۴- محاسبات

قرائت دستگاه برای غلظت آنیون در آب بر حسب میلی گرم در لیتر (mg L^{-1}) است. برای محاسبه غلظت هر آنیون بر حسب

meq L^{-1} از رابطه زیر استفاده می‌شود:

$$(\text{meq L}^{-1}) = (A \times B)/C \quad [3-4]$$

که در آن:

A: غلظت آنیون (PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^-) در آب (mg L^{-1})

B: ضریب رقت، اگر انجام شده باشد

C: وزن اکی والانی عنصر (mg meq^{-1})، که برای PO_4^{3-} ، Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^- به ترتیب برابر با ۳۵/۴۵، ۴۸/۰۳، ۶۲/۰۰، ۴۶/۰۰، ۷۹/۹۰ و ۳۱/۶۶ میلی گرم بر میلی اکی والان (mg meq^{-1}) می‌باشد.

غلظت کل آنیونهای محلول در آب (meq L^{-1}) را با استفاده از هدایت الکتریکی نمونه آب (EC) می‌توان تخمین زد. به این

منظور EC (روش W2EC) در عدد ۱۰ ضرب می‌شود. چنانچه غلظت یونهای HCO_3^- و CO_3^{2-} را از مجموع غلظت آنیونها کم کنید، آنچه باقی می‌ماند غلظت آنیونهایی است که بوسیله یون کروماتوگرافی قابل تفکیک است. بنابراین:

$$(\text{meq L}^{-1}) = \text{EC} \times 10 - (\text{HCO}_3^- + \text{CO}_3^{2-}) \quad [4-4]$$

۴-۵- گزارش نتایج

غلظت آنیون‌ها در محلول (PO_4^{3-} و Br^- ، NO_2^- ، NO_3^- ، SO_4^{2-} ، Cl^-) را با دقت 1 meq L^{-1} ($1 \text{ mmol } (-) \text{ L}^{-1}$) /۸ گزارش کنید.

۴-۶- نکات

- (الف) - برخی از نمونه‌های آب محتوی ذرات جامد معلق می‌باشند. قبل از رقیق کردن برای حذف این ذرات، نمونه را فیلتر کنید.
- (ب) - آنیونهای آلی با وزن ملکولی پائین بوسیله آنیونهای غیر آلی از ستون شسته خواهند شد.

۴-۷-ایمنی

لباس محافظ پوشیده و از عینک ایمنی استفاده کنید. هنگامی که محلولها را آماده می‌کنید، مراقبتهای خاص را اعمال کنید. بسیاری از نمکهای فلزی بی‌نهایت سمی هستند و ممکن است در صورت ورود به بدن کشنده باشند. دستهای خود را بعد از کار کردن با نمکهای فلزی کاملاً بشوئید. هنگام استفاده از دستگاه کروماتوگراف دستورالعمل ایمنی شرکت سازنده را رعایت کنید.

۴-۸- منابع

1. National Research Council. 1993. Soil and water quality. An agenda for agriculture. Natl. Acad. Press, Washington, DC.

۴-۵- اندازه‌گیری آنیونهای کربنات و بی‌کربنات با استفاده از تیترا تور اتوماتیک (کد روش W5CO₃، W5HCO₃)

عناصر غذائی (نیتروژن و فسفر)، رسوبات، آفت‌کشها، نمکها یا عناصر کمیاب موجود در آبهای زیر زمینی و سطحی، کیفیت آب و خاک را تحت تأثیر قرار می‌دهند (شورای تحقیقات ملی، ۱۹۹۳). این روش برای تجزیه آبهای زیر زمینی و سطحی توسعه یافته است.

در این روش نمونه آب ابتدا صاف شده، زیر نمونه‌ای^۱ از آن به کمک یک تیترا تور اتوماتیک تا نقاط پایان $\text{pH}=4.6$ و $\text{pH}=8.25$ تیتر می‌شود. غلظت کربنات و بی‌کربنات با استفاده از حجم مصرفی تیترکننده، حجم زیر نمونه، حجم مصرفی تیترکننده در نمونه شاهد و نرمالیت ه اسید محاسبه می‌شوند. غلظت کربنات و بی کربنات بر حسب 1 meq L^{-1} ($1 \text{ mmol } (-) \text{ L}^{-1}$) گزارش می‌شوند.

۴-۵-۱- وسایل

- فیلتر سرنگی با قطر منافذ ۰/۴۵ میکرون
- لوله‌های ۵۰ میلی‌لیتری درب‌دار
- تیترا تور اتوماتیک
- الکترو د pH

^۱ - Sub-sample

- پیپت‌های دیجیتالی ۲۵۰۰ میکرو لیتر و ۱۰ میلی لیتری

۴-۵-۲- مواد

- آب مقطر عاری از یون
- گاز هلیوم
- اسید سولفوریک غلیظ ۳۶ نرمال (H_2SO_4 , 36 N)
- اسید سولفوریک ۰/۰۲۴ نرمال استاندارد شده. مقدار ۲/۶۷ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به آرامی در ۴ لیتر آب مقطر عاری از یون حل کنید. اسید حاصل را به روشهای معمول مجدداً استاندارد نمائید.
- محلولهای بافر pH با pH بافر شده ۴/۰، ۷/۰ و ۹/۱۸ برای کالیبره کردن تیترا تور

۴-۵-۳- روش کار

۱. نمونه آب را ابتدا به درون لوله ۵۰ میلی لیتری فیلتر نمائید و درب آنرا ببندید. اگر نمونه‌ها بلافاصله اندازه‌گیری نمی‌شوند، آنها را در دمای ۴ درجه سانتیگراد نگهداری کنید. نمونه را ظرف مدت ۷۲ ساعت تجزیه نمائید.
۲. ۳ میلی لیتر از نمونه آب را به درون بشر تیتراسیون ۲۵۰ میلی لیتری پیپت کنید.
۳. ۷۲ میلی لیتر آب مقطر به درون بشر تیتراسیون اضافه نمائید. حجم نهائی محلول در نمونه مجهول و شاهد ۷۵ میلی لیتر باشد.
۴. در طول تیتراسیون ۸ تا ۱۲ نمونه شاهد آب مقطر را در بین نمونه‌ها انجام دهید.
۵. برای کار با دستگاه تیترا تور اتوماتیک بر اساس دستورالعمل دستگاه عمل نمائید.
۶. تیترا تور اتوماتیک را با محلولهای بافر pH، ۴/۰، ۷/۰ و ۹/۱۸ کالیبره کنید.
۷. تیترا تور اتوماتیک را برای تشخیص نقطه پایان تیتراسیون تنظیم نمائید. تنظیم (SET) مشخصات pH به شرح جدول ۴-۴ می‌باشد.

جدول شماره ۴-۴- تنظیم مشخصات pH

Parameter	Value
Ep1	pH 8.25
Dyn change pH	1.5 units
Drift	0.4 mV s-1
Time delay	10 s
Ep2	pH 4.60
Dyn change pH	1.5 units
Drift	0.4 mV s-1
Temp	25°C
Stop Volume	35 mL

۸. بشر ۲۵۰ میلی لیتری حاوی نمونه را در سینی نمونه‌ها^۱ قرار دهید.

^۱ - sample changer

۹. دکمه Start را فشار دهید. در صورتی که تیتراور بدرستی تنظیم شده باشد ضرورتی به مداخله آزمایش کننده نمی‌باشد.

۱۰. حجم مصرفی تیتروکننده و سایر پارامترهای تیتراسیون توسط دستگاه روی چاپگر ثبت می‌شوند.

۴-۵-۴- محاسبات

برای محاسبه غلظت کربنات و بی‌کربنات بر حسب meq L^{-1} از روابط زیر استفاده می‌شوند:

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{meq L}^{-1}) = \frac{2T_1 \times N \times 1000}{V} \quad [5-3]$$

$$\text{HCO}_3^{-} (\text{meq L}^{-1}) = \frac{[(T_2 + T_1) - B - (2T_1)] \times N \times 1000}{V} \quad [6-3]$$

که در آن:

T_1 : حجم تیتروکننده کربنات (mL)

T_2 : حجم تیتروکننده بی‌کربنات (mL)

N : نرمالیت اسید

B : میانگین حجم تیتروکننده مصرفی در نمونه‌های شاهد (mL)

V : حجم نمونه آب تیترو شده

1000؛ ضریب تبدیل

۴-۵-۵- گزارش نتایج

غلظت کربنات و بی‌کربنات در آب را با دقت (mmol L^{-1}) یا meq L^{-1} گزارش کنید.

۴-۵-۶- نکات

(الف) - الکتروود را از طریق شستشو با آب مقطر و خشک کردن آرام با دستمال کاغذی تمیز نمایید. خشک کردن شدید با مالیدن

دستمال پارچه ای، دستمال آزمایشگاهی یا مواد مشابه می‌تواند باعث قطبی شدن الکتروود شود.

(ب) - کند شدن زمان پاسخ الکتروود ممکن است باعث بیش برآورد نقطه پایان شود. ترکیبی از کاهش سرعت بورت و افزایش

تأخیر زمانی می‌تواند در این رابطه کمک نماید. پاک کردن الکتروود با محلول شوینده می‌تواند مدت پاسخ را کاهش دهد.

اگر همه این موارد نتواند مشکل را حل کند، معمولاً تعویض الکتروود انجام می‌شود.

(ج) - شاهدها ممکن است به خوبی تیترو نشوند زیرا بعضی از منابع آب مقطر، pH پائینی دارند.

۴-۵-۷- ایمنی

لباسهای محافظ بپوشید و از محافظ چشم استفاده کنید. هنگام آماده‌سازی محلولها مراقبتهای لازم را بعمل آورید. بعد از کار با

محلولها دستهای خود را با دقت بشوئید. از اسید سولفوریک غلیظ فقط در هودهای مکنده استفاده کنید. از ایستگاههای دوش

اضطراری و چشم شوی برای رقیق کردن اسیدهای پاشیده شده استفاده کنید. برای خنثی کردن اسیدهای پاشیده شده ازبی‌کربنات سدیم و آب استفاده نمائید. هنگام استفاده از تیترا تور اتوماتیک اخطارهای ایمنی ذکر شده توسط شرکت سازنده را رعایت نمائید.

۴-۵-۸- منابع

1. National Research Council. 1993. Soil and water quality. An agenda for agriculture. Natl. Acad. Press, Washington, DC.

فصل ۵

کانی‌های رسی و میکرومورفولوژی

۵-۱- کانی‌های رسی

خصوصیات فیزیکی و شیمیایی خاک‌ها تا حدود زیادی توسط کانی‌ها، به ویژه کانی‌های رسی کنترل می‌شود. تشخیص کانی‌ها و تخمین کمی سهم هریک از آنها در خاک‌ها معمولاً نیاز به کاربرد تجزیه‌های کمی و کیفی مکمل یکدیگر دارد. بعضی از روش‌های نیمه کمی و کمی که توسط آزمایشگاه شناسایی خاک آمریکا انجام می‌شود شامل روش پراش اشعه ایکس و تجزیه‌های گرمایی است.

روش پراش اشعه ایکس امکاناتی را برای تشخیص اجزاء کانی‌های متبلور خاک و برآوردهای نیمه کمی مقدار نسبی آنها فراهم می‌آورد. این روش بطور معمول برروی ذرات رس خاک و به ویژه سیلیکات‌ها ورقه‌ای کاربرد دارد. چون ساختمان سیلیکات‌ها ورقه‌ای در کانی‌های مختلف (رسی) به استثنای جهت عمود بر امتداد لایه‌ها، بسیار به یکدیگر شباهت دارد، تیمارهای متعددی (مانند اشباع کاتیونی و حرارت) باید برای تشخیص صحیح انواع کانی‌ها مورد استفاده قرار گیرد.

ذرات رس خاک به طور معمول شامل یک یا مخلوطی از چندکانی سیلیکات ورقه‌ای همراه با کانی‌های اولیه است که مستقیماً از مواد مادری خاک‌ها به ارث رسیده است. تشخیص انواع کانی‌ها و برآورد کمی هریک از آنها در ترکیب خاک که سیستم پیچیده‌ای از کانی‌های مختلف است، نیاز به کاربرد روش‌های تجزیه کمی و کیفی دارد. یکی از مفیدترین روش‌های تشخیص نوع و کمیت کانی‌های رسی خاک، تجزیه پراش اشعه ایکس است.

راهبرد عملی در آزمایشگاه شناسایی خاک آمریکا برای شناخت کمیت کانی‌های رسی بر پایه شدت پیک رده اول آنها استوار است.

ذرات رس موجود در خاک شامل مخلوطی از سیلیکات‌ها ورقه‌ای است که همراه با اکسیدها، مواد آلی و گاهی کربنات‌هاست. مخلوط سیلیکات‌ها ورقه‌ای در روش‌های پراش اشعه ایکس هنگامی قابل تشخیص است که پیشاپیش مواد مزاحم همراه نمونه‌های خاک، طی یک سری تیمارهای ویژه که در زیر به اختصار تشریح خواهد شد حذف گردیده و نمونه رس خالص بدست آید.

۵-۱-۱- تهیه نمونه رس برای تجزیه به روش پراش اشعه ایکس^۱ (XRD^۱) (کد روش M1)

۵-۱-۱-۱- مواد (برای تهیه ۸ نمونه)

- ۸۲ گرم استات سدیم را در ۲۷ میلی لیتر اسید استیک (Glacial) و ۸۵۰ میلی لیتر آب حل کنید. pH محلول را با اسیداستیک در حد ۵ کنترل نمایید و حجم آن را با آب به یک لیتر برسانید.
- H_2O_2 (۳۰٪)
- ضد کف antifoam
- بافرسیترات (Citrate buffer): ۱۸۸ گرم Na Citrate dehydrate، ۲۱ گرم بیکربنات سدیم ($NaHCO_3$) و ۱۷۵ گرم سدیم کلرید ($NaCl$) را در ۲ لیتر آب گرم در ظرف ۴ لیتری حل کنید. محلول را خنک کرده و pH را توسط اسیدسیتریک یا NaOH در حد ۷/۳ تنظیم نمایید و حجم محلول را به ۲/۵ لیتر برسانید. جهت جلوگیری از رشد میکروبه‌ها ۰/۲ گرم فنل اضافه کنید.

^۱ X-Ray Diffraction

۵-۱-۱-۲-۴- تفکیک ذرات رس (کد روش MIC)

برای جدا نمودن ذرات رس (کوچکتر از ۰/۲ میکرون)، مقداری آب تا خط ۱۰ سانتیمتری روی لوله اضافه نموده و خوب مخلوط کنید. سپس به مدت ۴۱/۲ دقیقه (طبقه جدول) با سرعت ۲۷۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ نمایید. در صورتی که نمونه خوب پراکنده^۱ نشود (بعلت وجود الکترولیت زیاد)، محلول شفاف رویی را دور ریخته و مرحله فوق را تکرار کنید. رس کوچکتر از ۰/۲ میکرون (محلول رویی) را در استوانه مدرج ۱ لیتری ریخته و مرحله فوق را بار دیگر تکرار کنید. در صورتی که نمونه خوب پراکنده نشود (بعلت کمبود Na) یک قطره محلول اشباع NaCl اضافه نموده و نمونه را مخلوط کنید. در پایان پنجمین مرتبه، استوانه را تا نشانه یک لیتری پر کنید. ۵۰ سانتیمترمکعب از محلول فوق را برای تجزیه پراش اشعه ایکس نگه دارید.

برای فلوکوله نمودن رس باقیمانده (در محلول باقیمانده) ۵ میلی لیتر $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ۱۰٪ اضافه کنید و اجازه دهید تا محلول یک شب رسوب کند.

پس از ته نشینی، محلول رویی را با سیفون کردن^۲ خارج کنید و رس باقیمانده را به داخل لوله ۲۵۰ سانتیمترمکعبی سانتریفیوژ نمایید. محلول رویی را جهت کم نمودن حجم بیرون بریزید. سپس نمونه را با Mg اشباع کنید. برای این کار سه بار و هر بار با ۱۰ تا ۱۰۰ میلی لیتر $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ۱۰٪ شستشو داده، سانتریفیوژ نمایید.

در پایان رس را دو بار با آب شستشو داده، سانتریفیوژ نمایید تا MgCl اضافی خارج شود. نمونه را در ظرفی پلی اتیلنی در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد درآون خشک نمایید و به ظرفی منتقل کنید تا در آزمایشات بعدی مورد استفاده قرار گیرد.

جدول شماره ۵-۱- زمان رسوبگذاری

زمان دقایق در زمان سنج	سرعت سانتریفیوژ دور در دقیقه (rpm)	قطر ذرات (میکرون)
۴۱/۲	۲۷۰۰	۰/۲
۵/۳	۷۵۰	۲/۰
۵/۳	۳۰۰	۵/۰
۴/۳	۰	۲۰/۰

برای جدا نمودن ذرات رس بین ۰/۲ تا ۲ میکرون، مرحله اول از مراحل فوق را تکرار کنید، اما این بار به مدت ۵/۳ دقیقه و با دور ۷۵۰ سانتریفیوژ نمایید. پس از هر بار سانتریفیوژ محلول رویی را در استوانه مدرج یک لیتری بریزید. لازم به ذکر است که باید در مجموع ۳ بار سانتریفیوژ صورت گیرد. بقیه مراحل مانند مراحل فوق تکرار شود.

^۱ Disperse^۲ Suction

۵-۱-۲- شناسایی کانیهای رسی

تاکنون هیچ روشی نتوانسته به تنهایی برای شناسایی انواع رسها در خاک مورد استفاده قرار گیرد، زیرا از یک طرف، ترکیب شیمیایی رسها متفاوت بوده و از طرف دیگر در نمونه خاک، کانی‌های مختلف در یکدیگر تداخل نموده و بندرت نمود یک کانی به تنهایی آشکار می‌شود. بدین جهت در شناسایی انواع کانی‌های خاک، چندین روش با هم مورد استفاده قرار می‌گیرند که یکی از مهمترین آنها، پراش اشعه ایکس می باشد. کاربرد اشعه ایکس در تعیین ضخامت واحدهای بلور رس روشی بسیار متداول و سودمند است. مهمترین کانی‌های رسی خاک شامل اسمکتیت^۱، کلریت^۲، ورمیکولیت^۳، ایلیت^۴، پالیگورسکیت^۵، کائولینیت^۶، فلدسپار^۷ و کوارتز^۸ می باشند که چگونگی شناسایی آنها توسط اشعه ایکس در زیر مورد بررسی قرار می‌گیرد:

۵-۱-۳- تفسیر داده های پراش اشعه ایکس (کد روش M_I)

۵-۱-۳-۱- اسمکتیت

در نمونه اشباع شده با منیزیم، یک پیک در محل $14/2$ آنگستروم بدست می‌آید که بعد از قرار دادن در معرض بخار اتیلن گلیکول به مدت 24 ساعت و یا اشباع با گلیسرول، به حدود 17 آنگستروم تغییر می‌یابد. این انبساط نشان دهنده وجود رسهای منبسط شونده از نوع اسمکتیت می باشد. کلریت با اتیلن گلیکول منبسط نشده و پیک رده اول آن در 14 آنگستروم ثابت می‌ماند. ورمیکولیت نیز انبساط کمی داشته و به حد اسمکتیت نمی‌رسد. اگر در اثر تیمار با اتیلن گلیکول، پیک 14 آنگستروم منبسط شده، اما پیک مشخصی ندهد، بلکه بصورت پلکانی ظاهر شود، حکایت از وجود اسمکتیت‌های با بار لایه‌ای متغیر و تبلور ضعیف دارد.

۵-۱-۳-۲- کلریت

در نمونه‌های اشباع شده با منیزیم و همچنین پتاسیم، یک پیک در ناحیه $14/2$ آنگسترومی بدست می‌آید که نمونه اشباع از منیزیم آن پس از تیمار با اتیلن گلیکول یا گلیسرول تغییری در آن نمی‌دهد و حرارت دادن نمونه های اشباع شده با پتاسیم در 110 و 550 درجه سانتی‌گراد نیز باعث از بین رفتن آن نمی‌گردد. کلریت علاوه بر پیک 14 آنگستروم دارای پیکهای $7/4$ و $5/3$ آنگستروم نیز می‌باشد. پیکهای 7 و $5/3$ آنگستروم بعلت تقارن با پیکهای کائولینیت (در صورت وجود این کانی) قابل شناسایی نمی‌باشند، اما پیک $7/4$ آنگستروم به خوبی قابل شناسایی است.

۵-۱-۳-۳- ورمیکولیت

دارای پیک 14 آنگسترومی در تیمار منیزیم بوده که تحت تاثیر تیمار اتیلن گلیکول حداکثر تا 16 آنگستروم منبسط شده و همچنین در اثر اشباع با پتاسیم به 10 آنگستروم تبدیل خواهد شد.

¹ Smectite

² Chlorite

³ Vermiculite

⁴ Illite

⁵ Polygorskite

⁶ Kaolinite

⁷ Feldspar

⁸ Quartz

۵-۱-۳-۴- ایلیت

در تیمار اشباع با منیزیم، یک پیک در محل ۱۰ آنگستروم مشاهده می‌شود که مربوط به ایلیت است. افزودن اتیلن گلیکول به نمونه‌های اشباع شده با منیزیم، اشباع نمونه‌ها با پتاسیم و قرار دادن نمونه اشباع شده با پتاسیم در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت، هیچگونه تغییری در ضخامت واحد بلور (d-spacing) ایجاد نمی‌کند. شدت پیک ۱۰ آنگستروم در دمای ۱۱۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد افزایش می‌یابد که به خاطر جانشینی پتاسیم بجای کلسیم و منیزیم و تبخیر آب هیدراته کاتیونهای کلسیم و منیزیم است. به عقیده بسیاری از محققین پیکهای اصلی ایلیت در نمونه‌های اشباع شده با منیزیم و گلیسرول و همچنین پتاسیم و دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد بدون تغییر در ضخامت واحد بلور باقی می‌مانند. پیک ۵ و ۳/۳ آنگستروم به ترتیب مربوط به رده‌های دوم و سوم این کانی می‌باشد.

۵-۱-۳-۵- پالیگورسکیت

در تیمار اشباع با منیزیم، یک پیک در محل ۱۰/۵ آنگستروم بدست می‌دهد که بعد از قرار دادن در معرض بخار اتیلن گلیکول به مدت ۲۴ ساعت تغییری نمی‌کند. اشباع نمونه‌ها با پتاسیم و دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت باعث کاهش ضخامت واحد بلور به ۱۰ آنگستروم می‌شود. پالیگورسکیت دارای یک پیک ۶/۴ آنگسترومی رده دوم نیز می‌باشد، اما این پیک در بیشتر موارد شدت بسیار پایینی دارد و در بعضی موارد نیز ظاهر نمی‌شود. معمولاً پیک این کانی بصورت یک پیک دو شاخه همراه با پیک ایلیت ظاهر می‌شود.

۵-۱-۳-۶- کائولینیت

با پیک ۷/۱ آنگسترومی مشخص می‌گردد. افزودن اتیلن گلیکول به نمونه‌های اشباع شده با منیزیم و همچنین اشباع نمونه‌ها با پتاسیم و حرارت ۱۱۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت هیچگونه تغییری در ضخامت واحد بلور (d-spacing) ایجاد نمی‌کند. هنگامی که نمونه اشباع با پتاسیم به مدت ۲ ساعت در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد قرار گیرد، پیک ۷/۱ آنگسترومی بسیار ضعیف شده و یا از بین می‌رود. علاوه بر این پیک، کائولینیت دارای یک پیک ۳/۵ آنگسترومی رده دوم نیز می‌باشد. ضمناً دو پیک ۷/۱ و ۳/۵ آنگسترومی به پیکهای رده دوم و سوم کلریت نیز مربوط می‌باشند.

۵-۱-۳-۷- کوارتز

کوارتز یک پیک ۳/۳ آنگسترومی به دست می‌دهد که این پیک مربوط به رده سوم ایلیت نیز می‌باشد .

۵-۱-۳-۸- فلدسپار

فلدسپاریک پیک نسبتاً ضعیف در محل ۳/۲ آنگسترومی بدست می‌دهد.

۵-۱-۳-۹- کلسیت

کلسیت در تمام تیمارها یک پیک در ۳/۰۳۵ آنگستروم دارد.

۵-۱-۳-۱۰- دولومیت

دولومیت در تمام تیمارها یک پیک ۲/۸۸ تا ۲/۸۹ آنگسترومی دارد.

۵-۱-۳-۱۱- ژپس

ژپس در تیمار اشباع با منیزیم و منیزیم گلسیرول یک پیک ۷/۵۶ آنگسترومی دارد که هنگامی که نمونه در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار گیرد، این پیک از بین می‌رود.

جدول شماره ۵-۲: پارامترهای پراش اشعه ایکس کانی‌های متداول خاک

تیمارها							کانی‌ها
Na^{+}	Mg^{2+}	$Mg^{2+}(Gly)$	K^{+}	$K^{+}(300C)$	$K^{+}(500C)$	$K^{+}(700C)$	
001 diffraction spacing in angstroms							
7	7	7	7	7	LD ⁽¹⁾	LD	کائولینت
7B ⁽²⁾	7B	7B	7B	7B	LD	LD	هالوئیزیت
10	10	10	10	10	10	10	میکا(ایلیت)
14	14	14	14	14	14	T ⁽⁴⁾	کلریت
14 ⁽³⁾	14	14	10	10	10	10	ورمیکولیت
12.5	14	18	12.5	10	10	10	اسمکتیت
4.85	4.85	4.85	4.85	LD	LD	LD	جیسیپت
4.18	4.18	4.18	4.18	LD	LD	LD	ژئوتیت
6.24	6.24	6.24	6.24	LD	LD	LD	لپیدوکروسیت
10-14	10-14	10-14	10-14	10-14	10-14	10-14	میان لایه‌ها
3.34	و	4.27	برای تمام تیمارها				کوارتز
3.035	برای تمام تیمارها						کلسیت
2.886	برای تمام تیمارها						دولومیت

LD = 1. ساختمان شبکه از بین رفته

B = 2. پیک بزرگ متداول است

* 3. گاهی اوقات کوچکتر از ۱۴ آنگستروم =

T = 4. درجه حرارت تغییر شکل براساس ترکیب شیمیایی، اندازه ذرات و شرایط حرارت تغییر می‌کند

۵-۱-۴- منابع

1. Alexiades, C.A., and M.L. Jackson. 1965. Quantitative clay mineralogical analysis of soils and sediments. *Clays and Clay Miner.* 14:35-52.
2. Amonette, J.E., and L.W. Zelazny. 1994. Quantitative methods in soil mineralogy. Soil Sci. Soc. Am. Misc. Publ. SSSA. Madison, WI.
3. Brown, G. 1980. Appendix I (Tables for the determination of d in A from 2θ for the $K\alpha$ and $K\beta$ radiations of copper, cobalt, and iron). P.439-475. In G.W. Brindley and G. Brown (eds.) *Crystal structures of clay minerals and their x-ray identification*. Mineralogical Soc. Monograph No.5. Mineralogical Soc. Great Britain.

4. Churchman, G.J., J.S. Whitton, G.G.C. Claridge, and B.K.G. Theng. 1984. Intercalation method using formamide for differentiating halloysite from kaolinite. *Clays and clay Minerals* 32:241-248.
5. Hughes, R.E., D.M. Moore, and H.D.Glass. 1994. Qualitative and quantitative analysis of clay minerals in soils.p. 330-359, In J.E. Amonette and L.W.Zelazny (eds.) *Quantitative methods in soil mineralogy*. Soil Sci. Soc. Am. Misc. Publ.SSSA. Madison,WI.
6. Jackson, M.L. Soil chemical analysis.Advan. course. M.L. Jackson. Madison, WI. Karathanasis,A.D., and B.F.Hajek. 1982. Revised methods for rapid quantitative determination of minerals in soil clays. *Soil Sci. Soc. A., J.* 46:419-425.
7. JCPDS.1980. Mineral powder diffraction file- Data book. International Centre for Diffraction Data. Swarthmore. PA.
8. Kahle, M., M.Kleber, and R. Jahn. 2002. Review of XRD-based quantitative analyses of clay minerals in soils: The suitability of mineral intensity factors.*Geoderma* 109:191-205.
9. Karathanasis, A.D., and B.F. Hajek.1982. Revised methods for rapid quantitative determination of minerals in soil clays.*Soil Sci. Soc. Am.*J. 46:419-425.
10. Karathanasis, A.D., and W.G. Harris.1994. Quantitative thermal analysis of soil minerals.p. 360-411. In J.E. Amonette and L.W. Zelazny (eds.) *Quantitative methods in soil mineralogy* Soil Sci.Soc. Am. Misc. Publ.SSSA, Madison, WI.
11. McBride, M.B.1989.Surface chemistry of soil minerals. P.35-88. In J.B.Dixon and S.B. weed (eds.) *Minerals in soil environments*. Soil Sci. Soc. Am. Book Series No.1.ASA and SSSA, Madison,WI.
12. Moore,D.M., and R.C.Reynolds, Jr. 1997. X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals.Oxford Univ. Press. NY.York,NY.
13. Olson.C.G.,M.L.Thompson, and M.A.Wilson.1999. Section F. Soil Mineralogy,Chapter 2. Phyllosilicates. P.F-77 to F-13. In M.E.Sumner (ed). *Handbook of soil science*. CRC press,Boca Raton, FL.
14. Schulze, D.G. 1989,An introduction to soil mineralogy .p. 1-34. In J.B.Dixon and S.B.Weed (eds.) *Minerals in soil environments* Soil Sci. Am.Book Series No.1.SSSA. Madison,WI.
15. Switzer, G., J.M.Axelrod,M.L.Lindgerg, and E.S.Larsen 3d. 1948.U.S. Dept. Interior. Geological Survey.Circular 29. Washington, DC.
16. Tan, K.H., and B.F. Hajek, and I. Barshad. 1986. Thermal analysis techniques. P.151-183.In A. Klute (ed.) *Methods of soil analysis*. Part 1. Physical and mineralogical properties.2nd ed. Agron. Nonogr. 9.ASA and SSSA, Madison,WI.
17. Wendlandt,W.W. 1986. Thermal analysis.3rd ed. John Wiley and Sons, New York.
18. Whittig, L.D., and W.R.Allardice. 1986.X-ray diffraction techniques, In A.Klute (ed.) *Methods of soil analysis*.Part 1.Physical and mineralogical methods.2ne ed. *Agronomy* 9:331-362.
19. Wilson, M.J.1994. Clay mineralogy: Spectroscopic and chemical determinative methods. Chapman and Hall, NY.

۵-۲- میکرومورفولوژی

میکرومورفولوژی برای تعیین انواع فابریک (ساختمان پایه)، دانه‌های سخت، شدت هوازدگی، تجمع کانی‌های رسی و تحقیقات مربوط به پیدایش خاک یا عوارض و اشکال مربوط به خاکزایی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش، کلوخه خاک با یک رزین پلیمر آغشته می‌شود (Innes and pluth, 1970) سطح صاف نمونه خاک با چسب مخصوص به اسلاید (لام) شیشه‌ای چسبانده می‌شود. نمونه خاکی که به روش یاد شده تهیه شده، برش خورده و تا رسیدن به ضخامت تقریبی ۳۰ میکرون صیقل داده می‌شود. مقطع نازک خاک با میکروسکپ سنگ شناسی مورد بررسی قرار می‌گیرد (Anon, 1987; cady, et al., 1986).

۵-۲-۱- وسایل (مورد نیاز)

- سیستم مقطع نازک (Buehler, Lake Bluff, IL)
- صیقل دهنده فلزات با محافظ آهنی
- اره الماسه
- آون الکتریکی
- اجاق برقی د ارای کنترل د رجه حرارت یا گرمکن اسلاید سنگ شناسی
- میکروسکپ پولاریزان
- پمپ خلاء ۰/۸ بار (۸۰ کیلو پاسکال)
- دسیکاتور
- ظروف چینی برای حرارت دادن نمونه ها
- اسلایدهای استاندارد سنگ شناسی (لام ها)
- پوشش‌های شیشه‌ای اسلایدها (لامل ها)
- سمباده سیلیکن کر باید
- ورقه‌های شیشه‌ای ضخیم با سطح ناهموار و ابعاد ۳۰۵ میلی متری
- مته‌های فلزی یا سوزن‌های برش
- گیره‌ای کوچک
- برس آرت
- تیغ (اصلاح)
- قلم‌های کنده‌کاری فلزی کوچک، نمونه‌گیر (گیره یخ)، اره فلزی معمولی، یا اره فلزی جواهرسازی

۵-۲-۲- مواد

- رزین اسکاچ کست (Industrial Electric products Division, 3M company, 3M center,, St. Paul, Mn55101)
- اپوکساید، آزمایشگاه شناسایی خاک آمریکا EPO-MIX بوهلر را به کار می‌برد.
- ۳-۶: اتیلن گلیکول، خنک کننده / ضد یخ خودکار

۵-۲-۳- روش کار (کد روش M21)

(الف)- تهیه نمونه‌های خاک

۱. نمونه‌های خاکی را تهیه کنید که ساختمان طبیعی آنها بهم خورده نباشد. معمولاً برای این کار مغزه‌ها^۱ هم مورد استفاده قرار می‌گیرند. روش مناسب برای تهیه نمونه‌های بعضی از خاک‌ها، استفاده از کارد یا بیلچه برای بریدن کلوخه در اندازه مناسب و قرارداد آنها در سلول‌های جعبه نمونه وزن مخصوص، جعبه قوطی‌های فلزی، قوطی کبریت یا ظروف گرد مخصوص بستنی است.
۲. نمونه‌ها را طوری درون ظرف‌ها قرار دهید که بخش فوقانی آنها در حالت طبیعی رو به بالا باشد، برای اطمینان از اینکه جهت فوقانی و حالت طبیعی نمونه‌ها حفظ شده، بخش فوقانی آنها را با پونز یا گیره مشخص نمایید.
۳. در صورتی که جهت‌یابی نمونه‌ها اهمیتی ندارد، کلوخه‌ها را می‌توانید از بلوک‌های بزرگ انتخاب کنید (ببرید). از برداشتن نمونه‌هایی که به محلول سازان یا سایر محلول‌های پلاستیک آغشته شده‌اند، خودداری کنید زیرا اینگونه پوشش‌های روی کلوخه‌ها، مقاطع نازکی را که از آنها تهیه می‌شود تحت تاثیر قرار می‌دهند.
۴. نمونه کلوخه‌ها را در کیسه‌های پلاستیکی کوچک قرار دهید تا در حین حمل و نقل از تماس آنها با نمونه‌های دیگر خودداری شود. کلوخه‌های نامنظم را در قوطی‌های فلزی سبک قرار دهید تا از شکستن آنها جلوگیری شود. به جز در مواردی که خشک شدن نمونه سبب متلاشی شدن آن می‌شود، در بقیه موارد حفظ رطوبت نمونه لزومی ندارد، زیرا غالباً تمام نمونه‌ها پیش از غوطه‌ور شدن در محلول رزین، باید درآون خشک شده باشند.
۵. تمام نمونه کلوخه‌ها یا مغزه‌ها را می‌توان به رزین آغشته نمود، اما به طور کلی نمونه‌هایی که ابعاد ۵ سانتی متر مکعب یا کوچکتر دارند نتایج رضایت بخش‌تری بدست می‌دهد. برای جدا کردن نمونه مورد نظر از کلوخه اصلی می‌توانید از یک اسکنه کوچک، گیره یخ، اره فلزی معمولی و یا اره فلزی جواهرسازی استفاده نمایید.

(ب)- آماده سازی نمونه

۶. نمونه خاک را در یک بشر یکبار مصرف با بشر مقاوم به حرارت و مواد شیمیایی گذاشته و آن را در دسیکاتور شیشه‌ای قرار دهید. هوای دسیکاتور را خارج کنید و برای خشک کردن نمونه آن را به مدت یک شب در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد قرار دهید. ساختمان طبیعی نمونه خاک با تکنیک یخ زدن - خشک کردن حفظ می‌شود، در فرآیند آغشته کردن نمونه‌ها به رزین با تکنیک یخ زدن - خشک کردن ممکن است نمونه‌های آون - خشک سبب بهبود کیفیت کار شود.

^۱ Cores

(پ)- مخلوط کردن محلول پلاستیک

۷. رزین‌های زیادی در بازار وجود دارد. آزمایشگاه شناسایی خاک آمریکا اسکاچ کست را مورد استفاده قرار می‌دهد. دو قسمت وزنی از بخش A را به سه قسمت وزنی از بخش B اضافه کنید. قبل از مخلوط کردن بخش‌های A و D آنها را تا حدود ۸۰ درجه سانتی‌گراد حرارت دهید. قبل از مخلوط کردن بخش‌های یاد شده آنها را با دقت ۲ درصد وزن کنید. مخلوط را به هم بزنید تا رنگ یکنواخت بدست آید.

(ت)- آغشته کردن نمونه به رزین

۸. درب دسیکاتوری که نمونه خاک خشک شده را در آن قرار داده‌اید باز کنید. محلول پلاستیک گرم شده را به نمونه اضافه کنید و تمام هوای نمونه را تخلیه نمایید. مجدداً هوای نمونه را تخلیه کنید. برای خروج حباب‌های هوای نمونه، تحت شرایط خلاء با جوشاندن محلول مرتکب اشتباه نشوید.

۹. آغشته نمودن نمونه را به مدت یک شب در آن ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد ادامه دهید. پس از آن بلوک مربوطه برای تهیه مقطع نازک آماده است. ظرف یکبار مصرف را می‌توانید پس از سرد شدن نمونه از آن جدا کنید.

(ث)- برش و صیقل دادن نمونه

۱۰. با یک تیغه اره الماسه نمونه بلوکی سرد شده را به ورقه‌هایی با ضخامت حدود ۱۳ میلی‌متر و در ابعاد تقریبی متناسب با اندازه اسلاید سنگ‌شناسی برش دهید.

۱۱. سطح برش خورده نمونه را با مخلوطی از آب و پودر سمباده‌هایی که به تدریج نرم تر می‌شوند به گونه‌ای صیقل دهید تا یک سطح کاملاً صاف و براق ایجاد شود. برای درجات مختلف پودر سمباده و مقدار آب مصرفی برای کسب بهترین نتیجه، به تجربه زیادی نیاز است. در صورتی که متوجه شدید سطح نمونه در حال شکسته شدن یا جدا شدن از اسلاید است یا در مقابل آب از خود واکنش نشان می‌دهد، ورقه‌های نازک را خشک نموده، مجدداً به رزین آغشته کرده و با دست آن را روی یک ورقه شیشه‌ای صیقل دهید. به تناوب نمونه را با پودر سمباده صیقل داده و آن را در اتیلن گلیکول قرار دهید.

۱۲. نمونه را از پودر سمباده کاملاً تمیز کنید. در این موارد حمام اولتراسونیک توصیه می‌شود. نمونه را کاملاً خشک کنید.

(ج)- صیقل دادن ناهمواری ها

۱۳. اسلاید سنگ‌شناسی را تا حدی صیقل دهید که ضخامت یکنواختی بدست آید.

۱۴. ورقه صیقل داده شده را با چسب قوی و شفاف به اسلاید بچسبانید. برای این کار از سیمان ترموپلاستیک یا اپوکساید استفاده کنید. اجازه دهید هوا از بین آنها خارج شود. یک لایه نازک اپوکساید برای اسلاید و ورقه صیقل خورده به کار ببرید. ورقه صیقل خورده را به طول مایل روی اسلاید قرار داده و به آرامی آن را فشار دهید. برای خروج حباب های هوا و اپوکساید اضافی از بین ورقه و اسلاید سعی کنید ورقه را با فشار متوسط به جلو و عقب حرکت دهید.

با یک گیره فنری دو بخش مزبور را در دمای حدود ۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت تحت فشار قرار دهید تا چسب خشک شود.

(چ)- صیقل دادن نهایی

۱۵. برای عملیات تهیه مقطع نازک سنگ‌شناسی و نگهداری آن به طور صحیح به دستورالعمل‌های مربوطه رجوع کنید.

۱۶. بقایای سیمان ترموپلاستیک را از اسلاید پاک کنید.

۱۷. قسمت‌های اضافی مقطع سنگی مورد نظر را ببرید و آن را تا رسیدن به ضخامت حدود ۳۰ میکرون با سمباده الماسه صیقل دهید. در مراحل نهایی به تناوب ضخامت مقطع نازک را با میکروسکپ پلاریزان کنترل کنید. در صورتی که در نمونه مورد نظر کانی کوارتز وجود دارد از آن به عنوان شاخص کنترل ضخامت مقطع نازک استفاده نمایید. اگر ضخامت مقطع نازک به حدود ۳۰ میکرون رسیده باشد، رنگ‌های رده اول کوارتز، یعنی سفید، خاکستری و زرد رنگ پریده ظاهر خواهد شد.

۱۸. در صورتی که ابزار مقطع سنگی در دسترس نباشد، ورقه صیقل خورده را با اره الماسه در ابعاد مقطع نازک برش داده و ضخامت آن را ۵۰ تا ۱۰۰ میکرون انتخاب کنید. نمونه حاصل را با سمباده و بوسیله دست صیقل دهید تا مقطع نازک بدست آید. برای این کار به تدریج از سمباده‌های زبر تا نرم استفاده کنید.

۱۹. برای دستیابی به مقطع نازک با ضخامت استاندارد، دقت و توجه خاصی مورد نیاز است که در فرآیند صیقل دادن نمونه باید به کار گرفته شود. برای صیقل نهایی نمونه از سمباده‌های نرم استفاده کنید. مقطع نازک را بشوئید و آن را کاملاً خشک کنید.

(ح)- نصب پوشش شیشه‌ای

۲۰. مقطع صیقل خورده نهایی و شیشه پوشش اسلاید (لامل) را تا حدود ۴۰ درجه سانتی‌گراد حرارت دهید. مقدار کمی اپوکساید را روی سطح نمونه و شیشه بمالید. چند ثانیه صبر کنید تا حباب‌های هوا خارج شود. لامل را به آرامی و به طور مایل روی نمونه صیقل خورده قرار داده و آهسته آن را به پایین فشار دهید. در صورتی که حباب‌های هوا کاملاً خارج نشده باشد، لامل را به آرامی فشار دهید تا باقیمانده حباب‌ها خارج شود. در حالیکه مقطع نازک در حال سرد شدن است، پیش از آن که اپوکساید خشک شود، قسمت‌های اضافی را با تیغ ببرید.

۲۱. فرآیند تهیه مقطع نازک در خاک‌های متراکم و خاک‌هایی که بخش رس آنها حاوی بیش از ۳۰ درصد کانی مونتموریلونایت است نیاز به مراقبت ویژه دارند، برای این گونه خاک‌ها تکنیک صیقل خشک یا روش نفوذ بیشتر ماده آغشته کننده (رزین) نمونه توصیه شده است. بدون استفاده از آب، نمونه را در اندازه مناسب برش دهید یک سطح نمونه را با سمباده زبر (American Optical No, 190) و به وسیله دست با استفاده از حرکت عقربه‌های ساعت و بالعکس انجام دهید تا نتیجه مطلوب حاصل شود. به تدریج از سمباده‌های نرم‌تر استفاده کنید تا سطح مورد نظر کاملاً صیقلی شود. از تکنیک‌های صیقل استاندارد استفاده کنید.

۲۲. برای خاک‌های متراکم به نظر می‌رسد استفاده از Aroclor 5460 که یک نوع رزین ترموپلاستیک است نتایج بهتری بدست می‌آید.

تکه‌های خاک هوا خشک را در زیلن (Xylene) قرار داده و هوای آن را تخلیه کنید. نمونه‌هایی را که با زیلن اشباع شده اند در محلول مذاب Aroclor 5460 غوطه ور کنید. نمونه‌ها را به مدت یک تا دو روز در دمای حدود ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد در Aroclor 5460 قرار دهید. پس از آن، نمونه‌ها را خارج کنید و اجازه دهید سرد شوند و در ادامه مقطع نازک را به روش صیقل دادن خشک تهیه کنید.

۵-۲-۴- محاسبات

محاسبات خاصی مورد نیاز نیست.

۵-۲-۵- گزارش نتایج

مقاطع نازک را با روشی که به اختصار در بخش بعدی ارائه شده تشریح نمایید.

۵-۲-۶- نکات

آغشته کردن نمونه خاک به رزین باید به طور کامل صورت گیرد، در غیر این صورت نمونه خاک در فرآیند آماده سازی خواهد شکست.

حباب‌های هوا، بررسی‌های سنگ شناسی را تحت تاثیر قرار می‌دهند، برای ممانعت از ورود حباب‌ها به داخل نمونه باید درجه حرارت، فشار و تکنیک مناسب به کار گرفته شود. ضخامت ۳۰ میکرونی مقطع نازک با بررسی اسلاید در نور پولاریزه تخمین زده می‌شود. اگر نوری‌های مربوط به رده اول کانی کوارتز، یعنی رنگ‌های سفید، خاکستری و زرد رنگ پریده ظاهر شود، ضخامت تقریبی ۳۰ میکرون بدست آمده است (Anon, 1987).

۵-۲-۷- ایمنی

هنگامی که رزین را بکار می‌برید برای مخلوط نمودن و گرم کردن آن از دستگاه تهویه مناسب استفاده کنید. برای درست کردن اسلایدها (لام‌ها) یا به کار بردن رزین داغ از انبر یا دستکش‌های مقاوم به حرارت استفاده نمایید.

۵-۲-۸- منابع

1. Anon. 1987. Petrographic sample preparation for micro-structural analysis. Buehler Digest, ol. 24, NO. 1.
2. Cady, J.G., L. P. Wilding, and L.R. Drees. 1986. Petrographic microscope techniques. P. 198-204. In A. Klute (ed.) Methods of soil analysis. Part 1. Physical and mineralogical methods. 2nd ed. Agron. Monogr. 9. ASA and SSSA, Madison, WI.
3. Innes, R.P., and D.J. Pluth. 1970. Thin section preparation using and epoxy. Impregnation for petrographic and electron microprobe analysis, Soil Sci. Soc. Am. Proc. 34:483-485.

۵-۳- تفسیر مقاطع نازک

میکرومورفولوژی را ممکن است مطالعه نحوه آرایش و ترتیب قرار گرفتن طبیعی نمونه‌های خاک یا رگولیت با استفاده از تکنیک‌های میکروسکوپی تعریف نمود (Cady, 1986; Stoops, 2003)

این تکنیک همچنین به تجزیه و تحلیل میکروفابریک (ریزساختار) خاک موسوم است که طی ۵۰ سال گذشته برای تشریح آن واژه‌های خاصی مورد استفاده قرار گرفته و تکامل یافته‌اند. تجزیه و تحلیل میکروفابریک خاک و واژه‌های مربوطه اولین بار در تحقیقات (Kubiena, 1938) دیده می‌شود و مهمترین گزارش‌هایی که واژه‌های ابداعی را مورد استفاده قرار داده‌اند مربوط به

تحقیقات (Brewer, 1964)، (Fitzpatrick 1984, 1993)، (Bullock et al., 1985) و (Stoops, 2003) است. تشریح روش‌های تهیه مقاطع نازک نیز در مطالعات محققان زیر دیده می‌شود:

Fox and parent, 1993; Fox et al., 1993; Murphy, 1986; Fitzpatrick, 1984; Cady et al, 1986

کتاب فوق‌العاده جالبی در زمینه بررسی هوازگی کانی‌ها در مقاطع نازک توسط Delvigne, 1998 تدوین شده و انجمن علوم خاک آمریکا، مجموعه‌ای از تصاویر مربوط به بسیاری از عوارض و پدیده‌ها و میکروفابریک خاک‌ها را در یک لوح فشرده ارائه کرده است (SSSA, 1993).

بررسی مقاطع نازک خاک با میکروسکوپ پولاریزان را می‌توان در واقع گسترش دامنه مطالعات مورفولوژیکی میدانی خاک در نظر گرفت. سطح قدرت تفکیک پدیده‌ها از مطالعات میدانی تا تحقیقات میکروسکوپی نوری و در نهایت در مطالعات میکروسکوپی الکترونیکی افزایش می‌یابد، اما در ردیف تکنیک‌های یاد شده وسعت و دامنه دید محقق محدود می‌گردد (Cady et al., 1986). بنابراین نتایج مطالعات میکرومورفولوژیکی هنگامی که با سایر مطالعات میدانی (تشریح واحد زمین نما و تشریح مورفولوژیکی نیمرخ خاک) و داده‌های آزمایشگاهی تلفیق گردد، مفیدتر خواهد بود (Cady, 1965). میکرومورفولوژی برای تعیین نوع و ترتیب فرآیندهای فعالی که در خاکها رخ می‌دهند، تعیین کانی‌های رسی، انواع ساختمان‌های پایه خاک، دانه‌های سخت و شدت هوازگی مورد استفاده قرار می‌گیرد. این تکنیک ابزار ایده‌آلی برای تحقیقات مربوط به پیدایش خاک یا پدیده‌های خاکزایی است.

مواردی که در بررسی مقاطع نازک خاک مورد بررسی قرار می‌گیرند عبارتند از :

- دانه‌های ماسه و سیلت در مقاطع نازک با روش‌های استاندارد که در منابع کانی شناسی تشریح شده است مورد تجزیه و تحلیل قرار می‌گیرند.
- در ایالات متحده آمریکا، تحقیقات میکرومورفولوژیکی تاکید خاصی بر تجزیه و تحلیل و ترتیب قرار گرفتن کانی‌های رسی دارد.

به استثنای کانی‌هالوئیزیت، بقیه کانی‌های رسی در خاکها، حالت ورقه‌ای دارند. در مقاطع نازک، محورهای a و b کریستالوگرافی در سطح مقطع و محور c تقریباً عمود بر آنها قرار دارد. خصوصیات نوری، ساختمان بلوری و رفتار کلی رس، مشابه کانی‌های میکاست که می‌تواند بعنوان مدلی برای تجزیه و تحلیل و تشریح خصوصیات رس مورد استفاده قرار گیرد.

سرعت عبور نور در جهت محور c و به موازات آن تقریباً برابر سرعت نور در جهت b و به موازات آن است. بنابراین ضرایب انعکاسی بسیار به یکدیگر نزدیک‌اند و تاثیر تداخل آنها هنگامی که در نور پولاریزه مورد بررسی قرار می‌گیرند. در امتداد محور c کم است. نوری که به موازات محور c عبور می‌کند سریع تر از سایر جهات است. در نتیجه شاخص انعکاس پایین تر است. اگر لبه بلور یا تجمع بلورها در امتداد سطوح a و b در نور پولاریزان مشاهده شود، دو موقعیت گسترش مستقیم نور دیده خواهد شد و تداخل نورها در سایر موقعیت‌ها نمایان می‌شود. اگر تمرکز کانی رس وجود داشته باشد، به گونه‌ای که بیشتر سطوح لایه‌ها موازی هم قرار بگیرند، اثرات نوری آن مشاهده خواهد شد. درجه و کیفیت اثرات نوری بستگی دارد به میزان خلوص، تداوم و فرآیند جهت‌یابی توده رس. با این توضیح، نحوه تشخیص کانی‌های رسی به شرح زیر است:

- کائولینایت بی‌رفرنژانس پایین دارد و ضرایب انعکاسی آن کمی بالاتر از کوارتز است. در مقاطع نازک خاک، تداخل نورهای کائولینایت خاکستری تا زرد کم‌رنگ است. در خاکهایی که روی سنگ آذرین درشت دانه تشکیل شده‌اند، کائولینایت به صورت کتابی و اکوردتونی شکل در اندازه‌های سیلت و ماسه ظاهر می‌شود.

- هالوئیزیت، حتی اگر نتواند به صورت تجمع دارای جهت یابی مشخصی تشکیل شود به خاطر شکل ستونی آن باز هم بی‌رفرنژانس نشان نمی‌دهد. هالوئیزیت ممکن است بی‌رفرنژانس بدون طرح مشخص و خیلی ضعیف داشته باشد که به دلیل ناخالصی‌ها یا انعکاس نور در سطوح بین ذرات می‌باشد.
- کانی‌های رسی 2:1 بی‌رفرنژانس بالا دارند و اگر لبه‌های تجمع کانی‌ها مشاهده شوند، تداخل نورهای زرد روشن و حد واسط نشان می‌دهند. در دامنه اندازه رس (کوچکتر از ۲ میکرون)، تمایز میان اسمکتایت، میکا، ورمیکولایت و کلریت در مقاطع نازک به ندرت امکان‌پذیر است. کانی‌های یاد شده معمولاً در خاک به صورت مخلوط وجود دارند و کمتر به شکل خالص مشاهده می‌شوند. در بسیاری از خاکها، این کانی‌ها به صورت لکه‌ای و مخلوط با اکسید آهن و مواد آلی می‌باشند.
- کانی‌هایی مانند ژئوتیت، گیبسایت، کانی‌های کربناته و ژپس ممکن است به صورت پوشش حفرات و خاکدانه‌ها مشاهده شوند. تشخیص این کانی‌ها با خصوصیات کانی‌شناسی آنها امکان‌پذیر است.
- پوشش‌های بی‌شکل (آمورف) مواد آلی، مخلوط با آهن و آلومینیوم یا بدون آنها، به خصوص در افق‌های اسپادیک، پدیده‌های عادی هستند، این مواد معمولاً به رنگ قهوه‌ای تیره یا سیاه، ایزوترپ یا بی‌رفرنژانس ضعیف و غالباً با رگه‌هایی از دانه‌های اپاک (تیره) دیده می‌شوند.

۵-۳-۱- روش کار (کد روش M22)

تشریح میکروفابریک

واژه‌هایی که برای طرح‌های پراکنش اجزاء خاک در مقاطع نازک به کار می‌رود توسط محققان زیر تعریف شده است: (Stoops, 2003; Bullock et al., 1985; Brewer et al., 1983; Stoops and Jonger us, 1975; Brewer, 1964). همچنانکه این واژه‌ها بطور گسترده در منابع تحقیقاتی افزایش یافته‌اند، آزمایشگاه شناسایی خاک آمریکا نیز کاربرد این واژه‌ها را در گزارش‌های تحقیقاتی افزایش داده است. تشریح میکرومورفولوژیکی برای توصیف خصوصیات فابریک خاک اغلب شامل واژه‌هایی از منابع مختلف است.

واژه‌های مرتبط با طرح‌های پراکنش

در این زمینه در ارتباط با طرح‌های پراکنش مرتبط با مواد درشت و ریز خاک ۵ واژه ابداعی (Stoops and Jongerius, 1975) کاربرد بیشتری دارند. نامگذاری طرح‌های پراکنش براساس تعاریف محققان یاد شده بطور وسیع تعریف شده‌اند. در نامگذاری طرح‌های پراکنش، هیچگونه محدودیتی برای نوع مواد، اندازه مطلق، جهت یابی، دانه‌بندی و منشاء آنها در نظر نمی‌گیرند. این سامانه نامگذاری ممکن است همزمان برای توصیف اولیه ذراتی مانند دانه‌های کوارتز، و ریزتجمع‌های هومیک بکار رود. ذرات بزرگتر ممکن است ذراتی در اندازه سیلت، ماسه یا سنگریزه را شامل شود، برعکس مواد ریزتر ممکن است شامل ذراتی با ابعاد رس، سیلت یا ماسه باشد. واژه‌های پنجگانه یاد شده به شرح زیر است.

۱. monic type: شامل واحدهای فابریک اندازه یک گروه یا قطعات مانند قلوه سنگ، ماسه و قطعات سنگی (coarse monic)، یا ذرات رس (fine monic) است.

۲. gefuric type: در این طرح واحدهای بزرگتر توسط پل‌هایی از مواد کوچکتر بهم پیوند داده شده، اما توسط این مود احاطه نمی‌شوند.

۳. chitonic type: در این طرح واحدهای بزرگتر توسط پوششی از مواد ریز دانه تر پوشیده شده‌اند.
۴. enaulic type: در این طرح، واحدهای بزرگتر توسط یکدیگر حمایت می‌شوند و فضای بین آنها را نیز مواد ریزتر پر می‌کنند.
۵. porphyric type: در این طرح، واحدهای ساختمانی بزرگتر در توده متراکمی از مواد ریزدانه تر قرار گرفته و فضاهای خالی به صورت حفره بین آنها وجود ندارد.

ساختمان‌های پلاσμα

ساختمان‌های پلاσμα را (Brewer, 1976) برای تشریح به سه گروه تقسیم کرده است: خاکدانه‌ها، اشکال پدولوژیکی و ماتریکس‌های S-.

خاکدانه‌ها واحدهای پایه خاک هستند و واحدهای ساختمانی سازمان یافته را شامل می‌شوند که دانه‌های اسکلتال، پلاσμα و اشکال پدولوژیکی را در بر می‌گیرند. ماتریکس S- مواد زمینه خاک است که اشکال پدولوژیکی در آن قرار گرفته و فاقد مرز مشخص، شکل، اندازه یا جهت‌یابی معین می‌باشند (Brewer, 1976). دانه‌های اسکلتال خاک دانه‌های منفرد بزرگتر از اندازه کلئید می‌باشند.

پلاسمای خاک شامل تمام مواد در اندازه کلئید خاک است که مواد نسبتاً محلول بوده و سبب پیوند دانه‌های اسکلتال نمی‌شوند.

تشریح فابریک‌های پلاσμα براساس تفسیر خصوصیات نوری در میکروسکپ پولاریزان صورت می‌گیرد. بطور کلی واژه‌هایی که برای توصیف ماتریکس S- بکار می‌رود توسط (Brewer, 1976) ابداع شده است. ساختمانهای ماتریکس پلاσμα به دو گروه تقسیم می‌شوند.

- ساختمان‌های اسپیک (Asepic fabrics)

- ساختمان‌های سپیک (Sepic fabrics)

اشکال پدولوژیکی، کوتان‌ها

واژه کوتان توسط (Brewer, 1964) به عنوان تغییر بافت، ساختمان، یا فابریک سطوح طبیعی خاک بواسطه تجمع مواد خاصی به صورت تغییر در جای پلاσμα تعریف شده است. بطور کلی کوتان‌ها براساس موقعیت، ترکیب شیمیایی و فابریک داخلی طبقه‌بندی می‌شوند. موقعیت‌های کوتان شامل سطوح دانه‌ها، خاکدانه‌ها، کانال‌ها و فضاهای خالی (Voids) است.

ماهیت کانی شناسی کوتان‌ها شامل آرژیلان‌ها، فری- آرژیلان یا ارگانو- آرژیلان هستند. آرژیلان‌ها عمدتاً از کانی‌های رسی هستند. فری- آرژیلان‌ها عمدتاً دارای اکسیدهای آهن می‌باشند و ارگانو- آرژیلان‌ها نیز دارای رنگ مشخص و ناخالصی‌هایی از مواد آلی می‌باشند.

اشکال پدولوژیکی، گلبول‌ها

گلبول‌ها براساس تعریف (Brewer, 1964) واحدهای پدولوژیکی سه بعدی (مثل اکسید آهن یا گره‌های کربناتی) در ماتریکس S- هستند که مورفولوژی آنها با ترکیب شیمیایی ماتریکس موجود قابل مقایسه نیست. گلبول‌ها خود شامل پاپل‌ها (Papules) گره‌ها (nodules)، سخت دانه‌ها (Concreations) و پدودها (Pedocles) هستند.

اشکال پدولوژیکی، ویدها

ویدها، فضاهای خالی درون فابریک S- هستند. ویدهای با قطر ۲۰ میکرون تا ۲ میلی متر را می‌توان در مقاطع نازک مورد مطالعه قرار داد. (Brewer, 1964) ویدها را به صورت زیر طبقه بندی نموده است.

۱. Simple packing voids (فضاهای خالی بواسطه آرایش تصادفی دانه‌های اسکلتال منفرد)
۲. Compound packing voids (فضاهای خالی بین خاکدانه ها یا اجزاء منفرد)
۳. Vughs (فضاهای نسبتاً بزرگی که توسط دانه‌های اسکلتال اشغال شده است)
۴. Vesicles (فضاهای نسبتاً بزرگ با دیواره‌های صاف و منظم)
۵. Chambers (فضاهای خالی با دیواره‌های صاف و منظم که به حفره‌های دیگر مرتبط اند)
۶. Joint planes (فضاهای خالی با شکل مسطح که ماتریکس S- را به صورت عرضی با طرح منظم قطع می‌کنند)
۷. Skew planes (فضاهای خالی با شکل مسطح که ماتریکس S- را به صورت نامنظم قطع می‌کنند)
۸. Craze planes (فضاهای خالی با شکل مسطح که ماتریکس S- را با طرح خیلی نامنظم و به صورت سطوح صاف یا منحنی قطع می‌کنند.)
۹. Channels (فضاهای خالی که بیشتر به شکل سیلندری و بزرگتر از فضاهای بین ذرات می‌باشند)

۵-۳-۲- منابع

1. Baver, L.D. 1956. Soil physics. 3rd ed. John Wiley & Sons, Inc., NY.
2. Blackburn, W.H., and C.M. Skau. 1974. Infiltration rates and sediment production of selected plant communities in Nevada. J. Range Manage. 27:476-480.
3. Blevins, R.L., N. Holowaychuk, and L.P. Wilding. 1970. Micromorphology of soil fabric at tree root-soil interface. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 34:460-465
- Brewer, R. 1964. Fabric and mineral analysis of soils. John Wiley & Sons Inc., NY.
4. Brewer, R. 1964. Fabric and mineral analysis of soils. John Wiley & Sons Inc., NY.
5. Brewer, R. 1976. Fabric and mineral analysis of soils. Reprint of 1964 ed., With suppl. material, Robert E. Cringer Publ. Co., Huntington, NY.
6. Brewer, R., and A.V. Blackmore. 1976. Relationships between subplasticity rating, optically oriented clay, cementation and aggregate stability. Aust. J. Soil Res. 14:237-248.
7. Brewer, R., and S. Pawlak. 1975. Investigations of some soils developed in hummocks of the Canadian sub-arctic and southern-arctic regions. I. Morphology and micromorphology. Can. J. Soil Sci. 55:301-319
8. Brewer, R., and J.R. Sleeman. 1963. Pedotubules: their definition, classification and interpretation. J. Soil Sci. 15:66-78.
9. Brewer, R., J.R. Sleeman, and R.C. Foster. 1983. The fabric of Australian Soils. p.439-476. In: Division of soils, CSIRO (ed.) Soils: an Australian viewpoint. CSIRO: Melbourne/Academic Press, London.
10. Bullock, P., N. Fedoroff, and A. Jongerius, G. Stoops, T. Tursina, and others, 1985. Handb. for soil thin section description. Waine Res. Publ., Walverhampton, England.
11. Butler, B.E. 1974. A contribution towards the better specification of parna and some other Aeolian clays in Australia. Z. Geomorph. N.F. Suppl. Bd. 20:106-116. Berlin, Germany.
12. Cady, J.G. 1965. Petrographic microscope techniques. In C.A. Black, D.D. Evans, J.L. White, L.E. Ensminger, and F.E. Clark (eds.) Methods of Soil analysis. Part 1. Physical and mineralogical properties, including statistics of measurement and sampling. 1st ed. Agron. 9:604-631.

13. Cady, J.G., L.P. Wilding, and L.R. Drees. 1986. Petrographic microscope techniques. In A. Klute (ed.) Methods of soil analysis. Part 1. Physical and mineralogical properties. 2nd ed. Agron. 9:185-218.
14. Chadwick, O.A., and W.D. Nettleton. 1990. Micromorphologic evidence of adhesive and cohesive forces in soil cementation. P.207-212. In L.A. Douglas (ed.) Developments in Soil Sci. 19 Soil micromorphology: a basic and applied science. Elsevier Sci. Publ., NY.
15. Clark, B.R. 1970. Mechanical formation of preferred orientation in clays. Am. J. Sci. 269:250-266.
16. Delvigne, J.E. 1998. Atlas of micromorphology of mineral alteration and weathering. Canadian Miner Special Pub.3. Miner. Assoc. of Canada. Ontario.
17. Edil, T.B., and R.J. Krizek. 1976. Influence of fabric and soil suction on the mechanical behavior of a kaolinitic clay. Geoderma. 15:323-341.
18. Eswaran, H. 1983. Characterization of domains with the scanning electron microscope. Pedology 33:41-54.
19. FitzPatrick, E.A. 1984. Micromorphology of soils. Chapman and Hall, Ltd., London.
20. FitzPatrick, E.A. 1993. Soil microscopy and micromorphology. John Wiley and Sons, New York.
21. Flach, K.W. 1960. Soils bruns acides in the northeastern United States. Genesis, morphology, and relationships to associated soils. Unpubl. Ph.D. Thesis, Cornell, NY.
22. Fox, C.A., R.K. Guertin, E. Dickson, S. Sweeney, R. Protz, and A.R. Mermut. 1993. Micromorphology methodology for inorganic soils. P.683-709. In M.R. Carter (ed.) Soil sampling and methods of Analysis. Lewis Publishers., Boca Raton.
23. Fox, C.A., and L.E. Parent. 1993. Micromorphology methodology for organic soils. P. 473-485. In M.R. Carter (ed.) Soil sampling and methods of Analysis. Lewis publishers., Boca Raton.
24. Holzhey, C.S., W.D. Nettleton, and R.D. Yeck. 1974. Microfabric of some argillic horizons in udic, xeric, and torric soil environments of the United States. P.747-760. In G.K. Rutherford (ed.) Soil Microscopy. Proc. Of 4th Int. Working -meeting on Soil Micromorphology. Limestone Press, Kingston, Ontario, Canada.
25. Kubiena, W.L. 1938. Micropedology. Collegiate Press, Ames, IA.
26. Jim, C.Y. 1986. Experimental study of soil microfabrics induced by anisotropic stresses of confined swelling and shrinking. Geoderma. 37:91-112.
27. Lapham, M.H. 1932. Genesis and morphology of desert soils. Am. Soil Surv. Assoc. Bull. 13:34-52.

پیوست‌ها

۶-۱- اندازه‌گیری بافت خاک به روش پی‌پت (روش پیشنهادی لاکس) (P4TP-S روش)

۶-۱-۱- وسایل

- حمام بخار (بن‌ماری)
- اجاق برقی
- شیکر رفت و برگشتی
- الک ۵۳ میکرونی
- آون
- ظرف‌های چینی
- ظرف‌های مخصوص اندازه‌گیری رطوبت
- پی‌پت خودکار مخصوص
- استوانه‌های شیشه‌ای یک‌لیتری ویژه اندازه‌گیری بافت خاک

۶-۱-۲- مواد

- آب اکسیژنه ۳۰٪
- محلول بافر استات سدیم یک ملکول گرم در لیتر؛ ۱۳۶ گرم استات سدیم با ۳ ملکول آب $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ را در ۸۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل کرده و pH آن را با ۲۷ میلی‌لیتر اسید استیک با استفاده از pH متر به ۵ برسانید سپس حجم محلول را به یک لیتر برسانید.
- بافر سیترات بی‌کربنات سدیم (۰/۳ ملکول سیترات سدیم و ۰/۱ ملکول بی‌کربنات سدیم)؛ ۸۸ گرم سیترات سدیم با ۲ ملکول آب $\text{Na-Citrate} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ و ۸/۴ گرم NaHCO_3 را در یک ظرف یک لیتری ریخته و با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.
- پودر دی‌تیونات سدیم
- محلول دیسپرس کننده (محلول هگزا متافسفات سدیم ۴٪ و کربنات سدیم ۱٪)
- محلول اشباع کلرور سدیم
- کلرور سدیم یک ملکول گرم در لیتر

۶-۱-۳- روش کار

(الف) - اکسیداسیون مواد آلی

اکسیداسیون مواد آلی اولین مرحله در پراکنده کردن ذرات خاک می‌باشد و برای کلیه خاکها لازم و ضروری است. مواد مختلفی از جمله آب اکسیژنه (H_2O_2)، سدیم هاپیوکلرایت، سدیم هاپیوبرومایت و پرمنگنات پتاسیم جهت خارج کردن مواد آلی می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. لیکن، به صورت استاندارد جهت اکسیداسیون مواد آلی از آب اکسیژنه استفاده می‌شود.

۱. ۲۰ گرم خاک را توزین و در یک بشر یک لیتری بریزید.
۲. ۱۵ میلی‌لیتر آب مقطر و ۱۵ میلی‌لیتر آب اکسیژنه ۳۰٪ به آن اضافه کنید و یک شب به حال سکون بگذارید.
۳. اگر مقدار مواد آلی زیاد باشد برای جلوگیری از کف کردن و بیرون ریختن خاک، بشر را داخل طشتک آب سرد بگذارید و چند قطره الکل به خاک اضافه کنید تا از جوشش بیافتد.
۴. پس از یک شبانه روز، بشر را روی بن‌ماری در دمای $C^{\circ} 80$ بگذارید و تا تجزیه کامل مواد آلی، به طور مرتب و به مقدار خیلی کم آب اکسیژنه ۳۰٪ به آن اضافه کنید.
۵. ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید و به مدت یک ساعت روی اجاق برقی قرار دهید تا بجوشد و تمام آب اکسیژنه باقی‌مانده خارج شود. سپس بشر را از روی اجاق برقی بردارید و بگذارید تا سرد شود.
۶. سوسپانسیون را سانتریفوژ نموده، پس از رسوب مواد، محلول رویی را بیرون بریزید و یا سوسپانسیون را به حال سکون بگذارید و پس از رسوب مواد، محلول رویی را سیفون کنید.
۷. ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر اضافه کرده و دوباره به هم بزنید. ممکن است مراحل ۶ و ۷ چهار مرتبه و یا بیشتر تکرار شود. در این صورت چند میلی‌لیتر کلرورسدیم اشباع اضافه کنید تا انعقاد سریع انجام گیرد. گاهی برای خاک‌های گچی آهن دار شستشوی بیشتری لازم است تا تمام گچ‌ها حل شود.

(ب) - حذف کربنات‌ها

- حذف کربنات‌ها فقط در مورد خاک‌های آهکی با $pH < 8/6$ ضروری می‌باشد.
۸. ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول بافر استات سدیم یک ملکول گرم در لیتر به خاک اضافه کنید و سوسپانسیون را روی بن‌ماری در دمای $C^{\circ} 100$ حرارت دهید.
 ۹. بعد از این که از جوش افتاد، ۲۵ میلی‌لیتر بافر اضافه کنید و این عمل را تا پایان جوشش ادامه دهید.
 ۱۰. در صورتی که خاک دارای کربنات زیاد باشد، ۵ میلی‌لیتر اسید استیک به جای بافر اضافه کنید. در این صورت باید pH آن را با نوارهای pH متر (درجه‌بندی شده) اندازه گرفت.
 ۱۱. سوسپانسیون را سانتریفوژ کرده یا به حال سکون بگذارید و پس از رسوب مواد، محلول رویی را سیفون کنید.
 ۱۲. ۵۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به خاک اضافه کنید (در صورت استفاده از سانتریفوژ، ۲۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر به خاک اضافه کنید).
 ۱۳. سوسپانسیون را به حال سکون بگذارید تا مواد رسوب کند. پس از رسوب مواد، محلول رویی را سیفون کنید. این عمل تا سه مرتبه باید تکرار شود.
 ۱۴. در صورتی که رسوب نمودن خاک طولانی شد و یا انجام نگرفت، چند قطره محلول اشباع کلرورسدیم اضافه کنید تا عمل جداسازی خاک و محلول انجام گیرد سپس محلول رویی را سیفون کنید.

(ج) - حذف آهن

- حذف آهن فقط در مورد خاک‌هایی است که آهن وجود داشته باشد.
۱۵. ۲۰۰ میلی‌لیتر محلول بافر سیترات / بی‌کربنات سدیم به خاک اضافه کنید و روی بن‌ماری در دمای $C^{\circ} 75$ حرارت دهید. برای جلوگیری از رسوب عنصر گوگرد حرارت بن‌ماری نباید از $C^{\circ} 80$ تجاوز کند (علت استفاده از سدیم بی‌کربنات، رها سازی مقادیر قابل توجهی OH^- ناشی از ترکیب سدیم دی‌تیونات سیترات با اکسید آهن می‌باشد).

۱۶. یک گرم پودر دی‌تیونیت سدیم به سوسپانسیون اضافه کنید و به طور ثابت، ۱ تا ۵ دقیقه با همزن شیشه‌ای به هم بزنید و عمل اضافه کردن دی‌تیونیت سدیم را تا زمانی که رنگ خاک به سبزآبی نگراید، ادامه دهید.

۱۷. سوسپانسیون را سانتریفیوژ نموده، پس از رسوب مواد، محلول رویی را سیفون کنید. و یا به حالت سکون قرار دهید و پس از رسوب مواد، محلول رویی را سیفون کنید. (در مورد نمونه‌هایی که مقدار اکسید فرو قابل عصاره‌گیری از ۵ درصد بیشتر باشد و یا رنگ خاک قهوه‌ای یا قرمز باشد، لازم است عمل ۲ و ۳، یک یا دو مرتبه دیگر تکرار شود).

۱۸. خاک را یک یا دو بار با ۵۰۰-۲۵۰ میلی لیتر محلول یک ملکول گرم کلرورسدیم شستشو دهید.

(د) - دیسپرس کردن

۱۹. سوسپانسیون را به ظرف‌های پلی‌اتیلنی یک لیتری منتقل نموده، ۲۰ میلی‌لیتر محلول دیسپرس کننده ۵٪ (۴٪ هگزا متا فسفات سدیم + ۱٪ کربنات سدیم) به آن اضافه کنید و پس از افزودن آب مقطر تا حجم ۴۰۰ میلی‌لیتر، درب ظرف را ببندید.

۲۰. سوسپانسیون را به مدت ۱۶ ساعت در شیکر رفت و برگشتی با سرعت ۱۲۵ دور در دقیقه تکان دهید.

(ج) - اندازه‌گیری بافت خاک

۲۱. محتویات ظرف را از الک ۵۳ میکرونی که روی قیفی در بالای استوانه قرار گرفته، رد کرده و با برس‌های کوچک یا با همزن سراسری به آرامی بشوید (باید توجه داشت که قبلاً الک کاملاً با آب مقطر خیس شده باشد در غیر این صورت عبور محتویات استوانه با مشکل مواجه خواهد شد) و سیلندر را با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.

۲۲. ذرات باقی‌مانده روی الک را داخل ظرف‌های چینی مخصوص با جرم معلوم ریخته و روی بن‌ماری بگذارید تا آب آن تبخیر شود سپس در آن در 105°C خشک کنید و پس از سرد شدن ظرف، با ترازوی ۰/۰۱ گرم توزین نمایید (A).

۲۳. درب استوانه را با درب لاستیکی بسته و به مدت یک دقیقه خوب تکان دهید سپس درب استوانه را برداشته، بلافاصله ۲۰ میلی لیتر از سوسپانسیون داخل استوانه را به وسیله پی‌پت خودکار نمونه برداشته و داخل بشر توزین شده کوچک بریزید.

۲۴. بشر را روی بن‌ماری بگذارید تا محتویات ظرف کاملاً تبخیر شود سپس به مدت یک شب در آن در 105°C قرار دهید تا کاملاً خشک شود. بعد از خنک شدن نمونه‌ها در دسیکاتور، با ترازوی ۰/۰۰۱ گرمی توزین نمایید (B).

۲۵. درب استوانه را با درب لاستیکی بسته و خوب به هم بزنید و بعد از ۵ دقیقه با توجه به درجه حرارت سوسپانسیون با استفاده از پی‌پت خودکار از عمق تعیین شده در جدول شماره ۳ نمونه برداری نموده و محتویات پی‌پت را درون بشرهای کوچک با جرم مشخص بریزید.

۲۶. بشر را روی بن‌ماری بگذارید و پس از خشک شدن، به مدت یک شب در آن در 105°C قرار دهید. پس از خنک شدن در دسیکاتور با ترازوی دقیق ۰/۰۰۱ گرمی توزین نمایید (C).

۲۷. دوباره درب استوانه را گذاشته و خوب تکان دهید تا کاملاً محتویات استوانه به هم بخورد و بعد از ۵/۵ ساعت با استفاده از پی‌پت خودکار با توجه به درجه حرارت سوسپانسیون از عمق تعیین شده در جدول شماره ۶-۱ نمونه برداری نموده و محتویات پی‌پت را به بشرهای کوچک با جرم مشخص بریزید.

۲۸. بشر را روی بن‌ماری بگذارید و پس از خشک شدن، به مدت ۲۴ ساعت در آن در 105°C قرار دهید. بعد از خنک شدن نمونه‌ها در دسیکاتور، با ترازوی ۰/۰۰۱ گرمی توزین نمایید (D).

۲۹. برای تهیه شاهد، ۲۰ میلی‌لیتر از محلول دیسپرس کننده را به استوانه یک لیتری منتقل و با آب مقطر حجم آن را به یک لیتر برسانید. سپس با استفاده از پی‌پت خودکار نمونه‌برداری نموده و محتویات پی‌پت را به بشرهای کوچک با جرم مشخص بریزید.

۶-۱-۴- محاسبات

محاسبه بر اساس نمونه خاک خشک شده در آون به صورت زیر می‌باشد.

$$\text{Clay } (0-2 \mu m) = [(D \times 40) - \text{شاهد}] \quad (K)$$

$$\text{Silt } (2-20 \mu m) = [(C \times 40) - \text{شاهد} - K] \quad (L)$$

$$\text{Silt } (20-50 \mu m) = [(B \times 40) - \text{شاهد} - K - L] \quad (M)$$

$$\text{جرم نمونه خاک} = K + L + M + A$$

$$\% \text{Clay}(0-2 \mu m) = \frac{K}{W_s} \times 100$$

$$\% \text{Silt}(2-20 \mu m) = \frac{L}{W_s} \times 100$$

$$\% \text{Silt}(20-50 \mu m) = \frac{M}{W_s} \times 100$$

$$\% \text{Sand}(50-200 \mu m) = \frac{A}{W_s} \times 100$$

A: جرم ذرات شن

B: جرم ذرات کوچکتر از ۵۰ میکرون

C: جرم ذرات کوچکتر از ۲۰ میکرون

D: جرم ذرات با قطر کوچکتر از ۲ میکرون

WS: جرم نمونه خاک

جدول شماره ۶-۱- عمق (بر حسب cm) و زمان نمونه برداری برای ذرات کوچکتر از ۲ و ۲۰ میکرون نسبت به درجه حرارت در اندازه‌گیری بافت خاک به روش پی‌پت

درجه حرارت °C	۵ دقیقه ذرات کوچکتر از ۲۰ میکرون	۵/۵ ساعت ذرات کوچکتر از ۲ میکرون
۱۵	۹/۶	۶/۲
۱۶	۹/۸	۶/۴
۱۷	۱۰/۱	۶/۶
۱۸	۱۰/۳	۶/۷
۱۹	۱۰/۶	۶/۹
۲۰	۱۰/۹	۷/۱
۲۱	۱۱/۱	۷/۲
۲۲	۱۱/۴	۷/۴
۲۳	۱۱/۷	۷/۶
۲۴	۱۲/۰	۷/۸
۲۵	۱۲/۲	۸/۰
۲۶	۱۲/۴	۸/۲
۲۷	۱۲/۷	۸/۴
۲۸	۱۳/۰	۸/۶
۲۹	۱۳/۳	۸/۸
۳۰	۱۳/۶	۹/۰
۳۱	۱۳/۹	۹/۱
۳۲	۱۴/۲	۹/۳
۳۳	۱۴/۴	۹/۵
۳۴	۱۴/۸	۹/۷
۳۵	۱۵/۱	۹/۹
۳۶	۱۵/۴	۱۰/۱

۶-۲- اندازگیری کاتیونهای کلسیم، منیزیم محلول در عصاره خاک و آب با تیتراسیون (کد روش به ترتیب C2SCa-S و C2SMg-S، برای عصاره خاک و W3Ca-S و W3Mg-S برای آب)

۶-۲-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ± 0.1 میلی گرم
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری
- بورت اتوماتیک

۶-۲-۲- مواد

- اتیلن دی آمین تترااستیک اسید (EDTA) 0.02% نرمال؛ $3/7225$ گرم از نمک دی سدیک اتیلن دی آمین تترااستیک اسید را با دقت ± 0.1 میلی گرم توزین کرده و در بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم برسانید.
- محلول کربنات کلسیم 0.02% نرمال؛ یک گرم کربنات کلسیم را دقیقاً توزین کرده و در بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم برسانید. این دو محلول در همان شرایط تیتراسیون کلسیم و منیزیم باید به حجم مساوی یکدیگر را خنثی کنند.
- معرف اریوکروم بلک تی Erio Chrom Black T؛ 0.5 گرم از نمک خشک اریوکروم بلک تی را با $4/5$ گرم نمک هیدروکسیل آمین هیدروکلراید در صد میلی لیتر اتانول 95% حل کنید. این معرف باید هر ماه بصورت تازه تهیه و در جای تاریک نگهداری شود.
- معرف موراکسید Murexide یا (Amonium purpurate)؛ نیم گرم آمونیوم پورپورات را با صدگرم پودر پتاسیم سولفات در هاون خوب پودر کنید تا یکنواخت شود و سپس در ظرف سربسته و جای خشک نگهداری نمایید.
- محلول سود ۴ نرمال؛ 160 گرم سود سوزآور را توزین و به درون بالن ژوژه یک لیتری منتقل نمایید، پس از انحلال کامل در مقداری آب مقطر در دمای محیط با آب مقطر به حجم برسانید.
- آمونیاک غلیظ؛
- بافر آمونیاکی؛ $67/5$ گرم آمونیوم کلراید را در 570 میلی لیتر آمونیوم هیدروکسید غلیظ حل کرده و محلول را به بالن ژوژه یک لیتری منتقل نمایید، اجازه دهید محلول سرد شود و سپس آنرا با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.

۶-۲-۳- روش کار

(الف) - مجموع کلسیم و منیزیم

۱. پنج میلی لیتر از عصاره خاک و یا 20 میلی لیتر از نمونه آب مورد آزمایش را درون ارلن مایر 250 میلی لیتری پیپت نمایید.
۲. در مورد عصاره خاک با افزودن آب مقطر عاری از یون تا حجم 20 میلی لیتر رقیق نمایید.
۳. سه میلی لیتر محلول بافر آمونیاکی و چند قطره معرف اریوکروم بلک تی به آن بیافزایید.
۴. سپس ضمن همزدن مداوم ارلن، آنقدر از محلول EDTA بوسیله بورت به آن اضافه نمایید تا رنگ آبی پایداری تولید شود.

۵. همیشه یک شاهد نیز همراه با نمونه‌ها تهیه نمائید، به نحوی که ظرف شاهد همه محلولها را به غیر از عصاره خاک (آب) مجهول داشته باشد و دقیقاً مانند سایر نمونه‌ها با آن رفتار نمائید.
۶. قرائت تیتراسیون شاهد را از قرائتهای نمونه‌ها کم کنید.

(ب) - کلسیم

۱. پنج میلی لیتر از عصاره خاک یا ۲۰ میلی لیتر از نمونه آب مورد آزمایش را درون ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری به دقت پیپت نمائید.
۲. در مورد عصاره خاک با افزودن آب مقطر عاری از یون تا حجم ۲۰ میلی لیتر رقیق نمائید.
۳. دو میلی لیتر از محلول بافر آمونیایی و دو میلی لیتر سود چهار نرمال و در حدود ۰/۳ گرم (نوک اسپاتول) پودر موراکسید به آن بیافزائید.
۴. با محلول EDTA آنقدر تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ محلول به بنفش گراید (تقریباً از صورتی به ارغوانی).
۵. همیشه یک شاهد نیز همراه با نمونه‌ها تهیه نمائید، به نحوی که ظرف شاهد همه محلولها را به غیر از عصاره خاک (آب) مجهول داشته باشد و دقیقاً مانند سایر نمونه‌ها با آن رفتار نمائید.
۶. قرائت تیتراسیون شاهد را از قرائتهای نمونه‌ها کم کنید.

۶-۲-۴- محاسبات

$$\text{Ca+Mg یا Ca (meq/L)} = \frac{(V - B) * N * 1000}{C}$$

که در آن:

V = حجم EDTA مصرفی برای تیتراژ کردن نمونه (mL)

B = حجم EDTA مصرفی برای تیتراسیون شاهد (mL)

N = نرمالیت محلول EDTA

C = حجم عصاره و یا آب برداشته شده (mL)

$$\text{Mg (meq L}^{-1}\text{)} = \text{Ca+Mg (meq L}^{-1}\text{)} - \text{Ca (meq L}^{-1}\text{)}$$

۶-۲-۵- گزارش نتایج

غلظت‌های کاتیونهای کلسیم (Ca^{++})، منیزیم (Mg^{++}) و مجموع کلسیم و منیزیم ($\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$) به این روش برحسب میلی اکی والان در لیتر محلول خاک و یا آب (meq L^{-1}) و با دقت ۰/۱ قابل ارائه است.

۶-۲-۶- نکات

(الف) - نرمالیت EDTA را به روش زیر استاندارد نمائید:

۱۰ میلی لیتر محلول ۰/۰۲N کلسیم کلراید (CaCl₂) را به درون ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری پیبت کنید. مطابق روش های ذکر شده در بالا به کمک EDTA، بنظر اندازه گیری مقادیر Ca⁺⁺ و مجموع Ca⁺⁺+Mg⁺⁺ به ترتیب تیترا نمائید. نرمالیت EDTA از فرمول زیر قابل محاسبه خواهد بود:

$$N_{EDTA} = \frac{10 * N_{CaCl_2}}{V_{EDTA}}$$

که در آن:

$$N_{EDTA} = \text{نرمالیت محلول EDTA}$$

$$V_{EDTA} = \text{حجم مصرفی محلول EDTA (mL)}$$

$$N_{CaCl_2} = \text{نرمالیت محلول CaCl}_2$$

(ب) - غلظتهای کلسیم و منیزیم بر حسب میلی گرم در لیتر از معادلات زیر محاسبه می گردند:

$$Ca(\text{mg L}^{-1}) = Ca(\text{meq L}^{-1}) \times 20.04$$

$$Mg(\text{mg L}^{-1}) = Mg(\text{meq L}^{-1}) \times 12.16$$

۶-۳- اندازه‌گیری پتاسیم محلول در عصاره خاک و یا آب با فلیم فتومتری (کد روش C2SK-S برای عصاره خاک و W3K-S برای آب)

۶-۳-۱- وسایل

- دستگاه فلیم فتومتر
- پیبت کلاس A در حجم های مختلف

۶-۳-۲- مواد

- استاندارد مادر ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر پتاسیم؛ حدود ۳ گرم کلرید پتاسیم (KCl) را در آون در دمای C ۱۲۰° برای ۱ تا ۲ ساعت خشک و در دسیکاتور سرد و در ظرفی که درب آن محکم بسته شده است نگهداری نمائید.
- مقدار ۱/۹۰۷ گرم کلرید پتاسیم خشک شده را در مقداری آب مقطر عاری از یون حل کرده و با آب مقطر عاری از یون به حجم یک لیتر برسانید، این محلول محتوی ۱۰۰۰ میلی گرم پتاسیم در لیتر (۱۰۰۰ ppm) خواهد بود (محلول مادری).
- استاندارد ۱۰۰ میلی گرم در لیتر پتاسیم؛ ۵۰ میلی لیتر از استاندارد مادر ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر پتاسیم را با دقت به بالن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.
- سری استانداردهای ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ میلی گرم در لیتر پتاسیم؛ به ترتیب ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ میلی لیتر از استاندارد ۱۰۰ میلی گرم در لیتر پتاسیم را به بالن ژوژه های ۱۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.

۶-۳-۳- روش کار

۱. ابتدا لوله مکش دستگاه را در ظرف محتوی محلول زمینه (Bulk solution) که در اینجا آب مقطر است قرار دهید و ۰/۰ دستگاه را تنظیم نمایید.
۲. بالاترین استاندارد را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را روی ۱۰۰ تنظیم نمایید.
۳. مقادیر صفر و بالاترین استاندارد را چند بار کنترل کنید.
۴. سری استانداردها را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را برای هر استاندارد یادداشت نمایید.
۵. منحنی واسنجی را برای استانداردها رسم نمایید.
۶. نمونه‌های مجهول را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را یادداشت نمایید.
۷. بر اساس قرائت دستگاه از روی منحنی استاندارد، غلظت را بر حسب میلی گرم در لیتر محاسبه نمایید.

۶-۳-۴- محاسبات

در این روش غلظت پتاسیم در محلول بر حسب میلی گرم در لیتر از روی منحنی واسنجی قابل محاسبه خواهد بود. غلظت پتاسیم را بر حسب میلی اکی والان در لیتر از معادله زیر محاسبه نمایید.

$$K(\text{meq L}^{-1}) = K(\text{mg L}^{-1}) / 39.09$$

۶-۳-۵- گزارش نتایج

غلظت پتاسیم که بدین ترتیب بدست می آید بر حسب میلی اکی والان در لیتر محلول با تقریب ۰/۱ گزارش می گردد.

۶-۳-۶- نکات

- (الف) - محلول عصاره گیری شده محتوی پتاسیم بیش از ۲۴ ساعت قابل نگهداری نیست مگر در یخچال یا در شرایطی که از رشد باکتریها در آن جلوگیری شده باشد.
- (ب) - بمنظور اندازه گیری غلظت پتاسیم در محلول، تابش نشر شده در فلیپ فتومتر در طول موج ۷۶۷ نانومتر سنجیده می شود.
- (ج) - قبل از شروع به قرائت و پس از پایان آن دستگاه را به مدت ۱۵ دقیقه روشن بگذارید تا مسیرهای دستگاه با آب مقطر شسته شوند.

۶-۴- اندازه‌گیری سدیم محلول در عصاره خاک و یا آب با فلیم فتومتری (کد روش C2SNa-S برای عصاره خاک و W3Na-S برای آب)

۶-۴-۱- وسایل

- دستگاه فلیم فتومتر
- پیپت کلاس A در حجم های مختلف

۶-۴-۲- مواد

- استاندارد مادر ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر سدیم؛ حدود ۵ گرم کلرید سدیم (NaCl) را در آون در دمای C ۱۱۰° برای ۳ ساعت خشک و در دسیکاتور سرد و در ظرفی که درب آن محکم بسته شده است نگهداری نمائید.
- مقدار ۲/۵۴۱۸ گرم کلرید سدیم خشک شده را درمقداری آب مقطر عاری از یون حل کرده پس از انتقال به بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر عاری از یون به حجم یک لیتر برسانید، این محلول محتوی ۱۰۰۰ میلی گرم سدیم در لیتر (ppm ۱۰۰۰) خواهد بود (محلول مادری).
- استاندارد ۱۰۰ میلی گرم در لیتر سدیم؛ ۵۰ میلی لیتر از استاندارد مادر ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر سدیم را با دقت به بالن ۵۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.
- سری استانداردهای ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ میلی گرم در لیتر سدیم؛ به ترتیب ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ میلی لیتر از استاندارد ۱۰۰ میلی گرم در لیتر سدیم را به بالن ژوژه های ۱۰۰ میلی لیتری منتقل و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.

۶-۴-۳- روش کار

۱. ابتدا لوله مکش دستگاه را در ظرف محتوی محلول زمینه (Bulk solution) که در اینجا آب مقطر است قرار دهید و ۰/۰ دستگاه را تنظیم نمائید.
۲. بالاترین استاندارد را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را روی ۱۰۰ تنظیم نمائید.
۳. مقادیر صفر و بالاترین استاندارد را چند بار کنترل کنید.
۴. سری استانداردها را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را برای هر استاندارد یادداشت نمائید.
۵. منحنی واسنجی را برای استانداردها رسم نمائید.
۶. نمونه‌های مجهول را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را یادداشت نمائید.
۷. بر اساس قرائت دستگاه از روی منحنی استاندارد، غلظت را بر حسب میلی گرم در لیتر محاسبه نمائید.

۶-۴-۴- محاسبات

در این روش غلظت سدیم در محلول بر حسب میلی گرم در لیتر از روی منحنی واسنجی قابل محاسبه خواهد بود. غلظت پتاسیم را بر حسب میلی اکی والان در لیتر از معادله زیر محاسبه نمائید.

$$\text{Na}(\text{meq L}^{-1}) = \text{Na}(\text{mg L}^{-1}) / 22.98$$

۶-۴-۵- گزارش نتایج

غلظت سدیم که بدین ترتیب بدست می آید بر حسب میلی اکی والان در لیتر محلول با تقریب ۰/۱ گزارش می گردد.

۶-۴-۶- نکات

(الف) - محلول عصاره گیری شده محتوی سدیم بیش از ۲۴ ساعت قابل نگهداری نیست مگر در یخچال یا در شرایطی که از رشد باکتریها در آن جلوگیری شده باشد.

(ب) - بمنظور اندازه گیری غلظت سدیم در محلول، تابش نشر شده در فلیم فتومتر در طول موج ۵۸۹ نانومتر سنجیده می شود.

(ج) - قبل از شروع به قرائت و پس از پایان آن دستگاه را به مدت ۱۵ دقیقه روشن بگذارید تا مسیرهای دستگاه با آب مقطر شسته شوند.

۶-۵- اندازه گیری آنیون سولفات محلول در عصاره خاک و یا آب بوسیله تشکیل رسوب در استن (کد روش C2SSO4-S برای خاک و W4SO4-S برای آب)

در این روش محلول کلرور کلسیم به نمونه عصاره (یا آب) اضافه می گردد. تمام یونهای سولفات موجود در عصاره بصورت رسوب سولفات کلسیم در می آید. رسوب سولفات کلسیم بعد از جدا نمودن از عصاره در آب مقطر حل و هدایت الکتریکی آن با دستگاه هدایت سنج مورد سنجش قرار می گیرد و با استفاده از منحنی استانداردها مقدار یون سولفات در عصاره محاسبه می گردد.

۶-۵-۱- وسایل

- سانتریفوژ با لوله های ۵۰ میلی لیتری
- شیکر
- هدایت سنج

۶-۵-۲- مواد

- استن خالص
- محلول کلرور کلسیم تقریباً نرمال - مقدار ۷۴ گرم کلرور کلسیم (CaCl2.2H2O) را توزین کرده بعد از انحلال در آب مقطر عاری از یون در بالن ژوژه یک لیتری به حجم برسانید.

۶-۵-۳- روش کار

۱. مقداری از عصاره خاک و یا نمونه آب (با توجه به غلظت املاح محلول یا اختلاف آنیونها از کاتیونهای محلول در عصاره خاک) که شامل ۰/۵ تا ۰/۵ میلی اکی والان سولفات باشد در داخل لوله سانتیفریوژ پنجاه میلی لیتری بریزید.
۲. یک میلی لیتر از محلول کلرور کلسیم و ۲۰ میلی لیتر استن به آن بیافزائید و کاملاً مخلوط نمایید.
۳. بمدت ۵ تا ۱۰ دقیقه بحال خود بگذارید سپس نمونه‌ها را در سانتیفریوژ قرار داده و با سرعت هزار دور در دقیقه بمدت سه دقیقه سانتیفریوژ نمائید.
۴. مایع روئی نمونه را با دقت تخلیه نمائید بطوری که رسوب از لوله خارج نگردد .
۵. ده میلی لیتر استن را طوری به نمونه اضافه نمائید که اطراف لوله از داخل کاملاً شسته شود.
۶. بعد از مخلوط نمودن و سانتیفریوژ نمودن مجدد مایع روئی را به بیرون بریزید و نمونه را در آن در درجه حرارت ۵۰ درجه سانتی گراد (در آن باز باشد) قرار دهید تا تمامی استن تبخیر شود.
۷. دقیقاً مقدار ۴۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کرده و بهم بزنید تا رسوب کاملاً حل شود.
۸. هدایت الکتریکی نمونه شاهد و استانداردها و نمونه‌ها را با دستگاه هدایت سنج قرائت نمایید.
۹. با استفاده از منحنی استانداردها مقدار غلظت یون سولفات را محاسبه نمایید.

هدایت الکتریکی بر حسب دسی زیمنس بر متر	CaSO ₄ (meq L ⁻¹)
در ۲۵ درجه سانتیگراد	
۰/۱۲۱	۱
۰/۲۲۶	۲
۰/۵۰۰	۵
۰/۹۰۰	۱۰
۱/۵۸۴	۲۰
۲/۲۰۵	۳۰/۵

۶-۵-۴- محاسبات

$$\frac{40 \times (d - c)}{a} = \text{meq } \text{So}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$$

که در آن:

d = عدد بدست آمده از منحنی استاندارد برای نمونه

a = میلی لیتر عصاره یا آب انتخابی برای انجام آزمایش

c = مقدار قرائت برای شاهد

۶-۵-۵- گزارش نتایج

غلظت سولفات را بر حسب میلی اکی والان در لیتر محلول با دقت ۰/۱ گزارش کنید.

۶-۵-۶- نکات

(الف): غلظت سولفات همچنین بر حسب میلی گرم در لیتر بطریق زیر قابل محاسبه و گزارش خواهد بود.

$$\text{SO}_4^{--}(\text{mg L}^{-1}) = \text{SO}_4^{--}(\text{meq L}^{-1}) \times 48.01$$

۶-۶- اندازه‌گیری آنیون کلراید محلول در عصاره خاک و یا آب بوسیله نیترات نقره در مجاورت کرومات پتاسیم (کد روش C2SCI-S برای خاک و W4CI-S برای آب)

در این روش کلرور با نیترات نقره و در مجاورت معرف کرومات پتاسیم اندازه‌گیری می‌شود. این روش یکی از بهترین روشها برای تعیین مقدار کلر بوده و در نقطه تعادل کرومات، یک رسوب سخت حل شونده کرومات نقره با رنگ قرمز تشکیل می‌شود که خیلی مشخص است. باید در نظر داشت که شرایط عمل طوری تنظیم شود که قبل از اینکه رسوب کرومات نقره که قرمز رنگ است تشکیل شود اولاً کلر کاملاً بصورت کلرور نقره رسوب کند. و ثانیاً معرف بقدر کافی حساس باشد که با افزایش مقدار کمی اضافی نیترات نقره تغییر رنگ مشخصی دیده شود.

در عمل حساسیت معرف کمتر از محاسبات تئوری است چون کرومات نقره، به مقداری باید درست شود که بتوان رنگ آن را با چشم تشخیص داد. در عمل مشاهده شده که اگر محلول یکصدم نرمال نیترات نقره را به ۱۰۰ میلی لیتر از محلول ۰/۱ نرمال کرمات پتاسیم اضافه کنیم تشخیص رنگ با چشم زمانی محسوس است که غلظت یون Ag^+ در حدود 4×10^{-5} - $3/5 \times 10^{-5}$ نرمال باشد. در صورتی که رسوب سفید رنگ AgCl در نمونه وجود داشته باشد، حساسیت معرف باز هم کمتر می‌شود. مثلاً اگر صد میلی لیتر کلرور سدیم ۰/۱ نرمال را با نیترات نقره ۰/۱ نرمال تیترو کنیم موقعی رنگ مشخص می‌شود که غلظت یون Ag^+ برابر با 4×10^{-5} در حجم ۲۰۰ میلی لیتر باشد. با توجه به اینکه $0/08 \text{ mL} = (200 \times 4 \times 10^{-5}) / 0/1$ ، این بدین معنی است که نیترات نقره اضافی ۰/۰۸ درصد خواهد بود و برای محلولهای رقیق در صد اشتباه زیاده‌تر است.

۶-۶-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت ۰/۱ $\pm$ میلی گرم
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری
- بورت اتوماتیک ۲۵ میلی لیتری

۶-۶-۲- مواد

- معرف کرومات پتاسیم؛ ۰/۵ گرم از پودر کرمات پتاسیم خالص را وزن کرده و در ظرفی تمیز ریخته و حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر با آن افزوده و با آذیتاتور بهم بزنید تا حل شود سپس چند قطره نیترات نقره نرمال به آن بیافزایید تا حدی که با افزایش

- یک قطره تولید رنگ نارنجی مداوم شود و پس از چند ساعت آن را صاف کنید (برای رسوب دادن ناخالصی کلر در معرف) و سپس حجم آن را با آب مقطر به صد میلی لیتر برسانید.
- محلول استاندارد کلرور سدیم $0.02N$ $1/169.4$ گرم نمک کلرور سدیم خالص را با دقت 0.0001 گرم توزین، به بالن ژوژه یک لیتری منتقل و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید.
- استاندارد نیترات نقره $0.02N$ $3/397.8$ گرم نیترات نقره خالص را توزین کرده، به درون بالن ژوژه یک لیتری منتقل کرده، با آب مقطرعاری از یون به حجم برسانید.

۶-۳- روش کار

۱. مقدار ۵ میلی لیتر از عصاره خاک و یا ۲۰ میلی لیتر از نمونه آب مورد آزمایش را در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری به دقت پیپت نمایید.
۲. یک میلی لیتر از محلول معرف به آن افزوده و آن را روی سطح سفیدی قرار دهید.
۳. با استفاده از بورت، محلول نیترات نقره $0.02N$ را قطره قطره به آن بیافزایید و ارلن را مرتب تکان دهید.
۴. با اولین قطره‌ای که تولید رنگ ثابت کرومات نقره نماید تیتراسیون را خاتمه دهید.

۶-۴- محاسبات

$$CI \text{ (meq L}^{-1}\text{)} = \frac{(A - B) * N * 1000}{C}$$

که در آن:

A = حجم نیترات نقره مصرفی برای تیتراسیون نمونه (mL)

B = حجم نیترات نقره مصرفی برای تیتراسیون شاهد (mL)

N = نرمالیه محلول نیترات نقره

C = حجم عصاره یا آب برداشته شده (mL)

۶-۵- گزارش نتایج

غلظت کلر را بر حسب میلی اکی والان در لیتر محلول با دقت 0.1 گزارش کنید.

۶-۶- نکات

- (الف) - قبل از شروع تیتراسیون بهتر است ابتدا و تاسه قطره اندیکاتور فنل فتالین به محلول اضافه کنید. چنانچه رنگ قرمز ظاهر شد آن را با اسید سولفوریک $0.02N$ خنثی و اگر نمونه در حضور معرف متیل اورانژ اسیدی بود، آن را با بیکربنات سدیم $0.1N$ خنثی نمائید. چنانچه نمونه دارای H_2S بود آن را با اسیدسولفوریک اسیدی نموده و چند دقیقه بجوشانید. سپس سرد نموده و با بیکربنات سدیم خنثی نمائید. آنگاه باید حجم محلول را با آب مقطر دوباره به حجم اولیه برسانید.

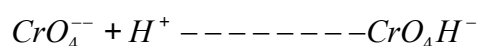
(ب) - اگر غلظت یون کلرور در محلول بیش از ۲۵ میلی گرم در لیتر باشد، بجای ۲۰ میلی لیتر مقدار کمتری از نمونه را باید استفاده و اگر کلرور موجود کمتر از ۱۰ میلی گرم در لیتر باشد باید مقدار معینی محلول استاندارد کلرور سدیم به نمونه افزوده و سپس مقدار محلول استاندارد اضافی را از نتیجه آزمایش کم نمود.

(ج) - کلرورهای کاتیون‌هایی را که هیدرولیز شده و محلول‌هایی با واکنش مشخص اسیدی تولید می‌نمایند مانند آلومینیوم، آهن، بیسموت، قلع، روی و غیره و املاح بازی که کلرور داشته باشند با این روش قابل سنجش نیستند زیرا وقتی pH محیط آنها را در حدود مورد نظر تنظیم کنیم رسوب خواهند داد. این روش را همچنین نمی‌توان در حضور آنیون‌هایی انجام داد که نمک‌های نقره کم حل شونده بدهند نظیر فسفات، سولفیت، کربنات و غیره. این تیتراسیون هم چنین در مورد آب‌ها و عصاره خاک‌هایی که رنگین باشند اندکی مشکل است.

(د) - برای محاسبه میزان کلر برحسب میلی گرم در لیتر باید بدین طریق عمل نمود:

$$\text{Cl}(\text{mg L}^{-1}) = \text{Cl}(\text{meq L}^{-1}) \times 35.451$$

(ح) - ثابت یونیزاسیون اسید کرمیک کم است از این جهت یون کرومات با یون هیدروژن باین ترتیب عمل می‌کند:



از این جهت نباید pH محلول بازی باشد چون هیدروکسید نقره قبل از کلرور نقره رسوب می‌دهد.

(و) - برای تعیین فاکتور نیترات نقره ۲۵۰ میلی لیتر از محلول کلرور سدیم ۰/۰۲N را با پی پت درون ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتر بریزید. یک میلی لیتر از معرف کرومات به آن بیافزائید و توسط بورت محلول نیترات نقره را ضمن همزدن مداوم ارلن و تحت شرایط مساعد از نظر نور و حرارت قطره قطره به آن اضافه کنید. با اولین قطره ای که رنگ ثابت کرومات نقره ایجاد شود، تیتراسیون را خاتمه دهید. این رنگ زمانی بوضوح مشخص است که رسوب کلرور نقره بصورت سوسپانسیون موجود باشد و این حالت زمانی ایجاد می‌شود که ۲۰ میلی لیتر از محلول نیترات نقره مصرف شود. برای تعیین رنگ معرف بهتر است یک میلی لیتر از معرف را به ۲۰ میلی لیتر آب مقطر در ارلن مایر افزوده و بعنوان شاهد از آن استفاده نمائید.

۶-۷- اندازه گیری کربنات و بی کربنات محلول در عصاره خاک و یا آب بوسیله تیتراسیون باتغییر

رنگ معرف (کد روش به ترتیب C2SCO3-S و C2SHCO3-S برای خاک و W5CO3-S و

W5HCO3-S برای آب)

واکنش اکثریت آب‌ها قلیائی است به این علت که از طرفی آب دارای مقداری کربنات و بیکربنات بصورت‌های کربنات سدیم و بیکربنات بصورت‌های بیکربنات سدیم و بیکربنات کلسیم و منیزیم می‌باشد و از طرف دیگر سیلیکات‌ها و فسفات‌ها که خاصیت اسیدی دارند بندرت در آب وجود دارند از این رو واکنش آب قلیائی است. قلیائی بودن برخی از آب‌ها نیز ممکن است بعلمت وجود هیدروکسیدها باشد. بنابراین با توجه به تشریح فوق قلیائیت آب می‌تواند از یکی از سه منبع زیر باشد:

- قلیائیت مربوط به بیکربنات‌ها
- قلیائیت مربوط به کربنات‌ها
- قلیائیت مربوط به هیدروکسیدها

این سه نوع قلیائیت را می‌توان بوسیله متیل ارانژ و فنل فتالئین و اسید سولفوریک تعیین کرد. فنل فتالئین فقط در مجاورت کربنات‌ها و هیدروکسیدها قرمز صورتی رنگ می‌شود پس اگر به محلولی که با فنل فتالئین صورتی شده آنقدر اسید سولفوریک بیافزاییم تا بیرنگ شود (تا $\text{pH} = 8/3$) قلیائیت مربوط به هیدروکسید و کربنات معلوم می‌شود. ولی متیل ارانژ در مجاورت هر کدام از سه نوع قلیائیت زرد و در مقابل اسید قرمز است و در pH حدود چهار تغییر رنگ می‌دهد. پس بیکربنات‌ها بوسیله آن تعیین می‌شوند ممکن است در آبی قلیائیت کربنات با قلیائیت هیدروکسید و یا قلیائیت کربنات با قلیائیت بیکربنات موجود باشد ولی طبق تحقیقاتی که تاکنون انجام شده قلیائیت هیدروکسید و قلیائیت بیکربنات با هم در آب یافت نمی‌شود.

۶-۷-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/0$ میلی گرم
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری
- بورت اتوماتیک برای تیتراسیون

۶-۷-۲- مواد

- اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال؛
- معرف فنل فتالئین ۱٪؛ یک گرم معرف فنل فتالئین را در ۱۰۰ میلی لیتر اتانول حل کنید.
- معرف متیل اورانژ ۰/۰۱٪؛ ۰/۰۱ گرم معرف متیل اورانژ را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.

۶-۷-۳- روش کار

۱. مقدار ۵ میلی لیتر از عصاره اشباع خاک و یا ۲۰ میلی لیتر از نمونه آب را درون ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری بدقت پیپت نمایید.
۲. حداقل یک شاهد داشته باشید که در آن معادل حجم نمونه را از آب مقطر درون ارلن ۲۵۰ میلی لیتری بریزید. کلیه مراحل را مانند نمونه مجهول برای شاهد هم انجام دهید.
۳. دو الی سه قطره معرف فنل فتالئین به آن بیافزایید.
۴. اگر رنگ صورتی تولید شد، آنقدر از محلول اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال از بورت به آن اضافه کنید تا بیرنگ شود.
۵. مقدار مصرفی اسید سولفوریک (T1) را برای محاسبه میزان کربنات محلول ثبت کنید. اگر رنگ قرمز تولید نشد آب کربنات ندارد.
۶. حال درون همان ارلن مایر دو الی سه قطره از معرف متیل اورانژ اضافه کنید.
۷. تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ از زردی به نارنجی (پوست پیازی) گراید.
۸. حجم اسید مصرفی در این مرحله (T2) را برای محاسبه میزان بیکربنات ثبت کنید.

۶-۷-۴- محاسبات

$$CO_3^{2-} (meq L^{-1}) = \frac{2T_1 \times N \times 1000}{V}$$

$$HCO_3^{-} (meq L^{-1}) = \frac{[(T_2 + T_1) - B - (2T_1)] \times N \times 1000}{V}$$

که در آن:

T_1 : حجم تیتروکننده کربنات (mL)

T_2 : حجم تیتروکننده بی‌کربنات (mL)

N : نرمالیتته اسید

B : میانگین حجم تیتروکننده مصرفی در نمونه‌های شاهد (mL)

V : حجم عصاره اشباع یا آب تیترو شده

1000؛ ضریب تبدیل

۶-۷-۵- گزارش نتایج

غلظت کربنات و بی‌کربنات در عصاره اشباع خاک و یا آب را با دقت $(mmol L^{-1})$ $0.1 meq L^{-1}$ گزارش کنید.

۶-۷-۶- نکات

الف- برای تعیین مقدار کربنات و بی‌کربنات برحسب میلی گرم در لیتر (ppm) از معادلات زیر استفاده نمائید.

$$CO_3^{2-} (mg L^{-1}) = CO_3^{2-} (meq L^{-1}) \times 30$$

$$HCO_3^{-} (mg L^{-1}) = HCO_3^{-} (meq L^{-1}) \times 61$$

۶-۸-۱- اندازه‌گیری کربن آلی به روش تیتراسیون با تغییر رنگ ارتوفنانترولین (کد روش C3OC-S)

روش مورد استفاده در این اندازه‌گیری روش والکی و بلاک می باشد که خاک را با اسید سولفوریک غلیظ و بی‌کرومات مجاور کرده بعد از اتمام واکنش اکسیداسیون و احیاء، زیادی بی‌کرومات باقیمانده با فروآمونیم سولفات تیترو می گردد.

۶-۸-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $1/10$ میلی گرم
- هود با تهویه مناسب
- بورت ۲۵ میلی لیتر با دقت 0.1 میلی لیتر
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری

- هاون چینی

۶-۸-۲- مواد

- بیکرومات پتاسیم یک نرمال؛ مقدار ۴۹/۰۴ گرم بیکرومات پتاسیم (اگر بیکرومات حاوی کلوخه باشد باید قبل از توزین خرد و در حرارت ۱۵۰-۲۰۰ درجه سانتی گراد بمدت سه ساعت خشک گردد) را دقیقاً با ترازوی حساس توزین و پس از انتقال به درون بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر عاری از یون حل کرده و به حجم برسانید.
- اسید سولفوریک غلیظ ۹۶ درصد؛
- فروآمونیم سولفات ۰/۵ نرمال $(FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O)$ ؛ مقدار ۱۹۶/۰۸ گرم فرو آمونیوم سولفات را توزین و در بالن یک لیتری در مقداری آب مقطر حل کنید. مقدار پانزده میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه و پس از سرد شدن به حجم یک لیتر برسانید.
- معرف ارتوفانترولین فرو ۰/۰۲۵ ملکول گرم در لیتر؛ مقدار ۱۴/۸۵ گرم ارتو فنانترولین منوهیدرات را وزن و ۶/۹۵ گرم سولفات فرو $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ به آن اضافه کنید. این مخلوط را در مقداری آب مقطر عاری از یون حل نموده و سپس به درون بالن ژوژه یک لیتری منتقل و با آب مقطر به حجم برسانید.

۶-۸-۳- روش کار

۱. مقدار پنج تا ده گرم خاک را با هاون چینی کاملاً بکوبید به نحوی که تمام خاک از الک نیم میلی متری رد شود (فقط ذرات شن درشت تر از نیم میلی متر روی الک بماند).
۲. یک گرم خاک را (اگر میزان کربن آلی از دو و نیم درصد بیشتر باشد خاک کمتری باید توزین شود) در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتر ریخته و به آن ده میلی لیتر بی کرومات پتاسیم یک نرمال اضافه و به آرامی تکان دهید تا ذرات در محلول پراکنده شود.
۳. بیست میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را خیلی سریع بطور مستقیم به محلول اضافه نموده و بلافاصله به آرامی تکان دهید تا خاک با مواد مخلوط شود.
۴. تکان دادن را به مدت یک دقیقه ادامه دهید و بگذارید بمدت نیم ساعت به حال خود بماند.
۵. صد میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه نمایید و بعد از سرد شدن ده قطره ارتوفانترولین اضافه و با فرو آمونیوم سولفات تیترو نمایید.
۶. در نزدیک به انتهای تیتراسیون رنگ نمونه سبز کدر می‌باشد که با چند قطره اضافی فرو آمونیوم سولفات در مجاورت معرف برنگ قرمز در می‌آید (با هر سری خاک یک نمونه شاهد تهیه گردد).

۶-۸-۴- محاسبات

$$\%OC = M \times 0.39 \times [(V1 - V2) / S]$$

M = نرمالیتة فرو آمونیوم سولفات

V1 = فرو آمونیوم سولفات مصرفی برای شاهد (mL)

V2 = فرو آمونیوم سولفات مصرفی برای نمونه مجهول (mL)

S = وزن خاک خشک شده در هوای آزاد

یادآوری می شود که در این روش ۷۷ درصد کربن آلی اکسید می گردد. این موضوع در فرمول محاسبه برای جبران کمبود اکسیداسیون در نظر گرفته شده است.

۶-۸-۵- گزارش نتایج

درصد کربن آلی را تا دو رقم اعشار (برای مثال ۰/۹۵٪ = OC)، بر اساس وزن آن خشک گزارش کنید.

۶-۸-۶- نکات

(الف) : تاثیر یون کلر؛ در خاکهای شور وجود کلر در این اندازه گیری ایجاد مزاحمت می نماید به این صورت که مقداری از بیکرومات صرف اکسیداسیون کلر شده در نتیجه میزان کربن آلی بیشتر از میزان واقعی بدست می آید. برای جلوگیری از این مزاحمت از سولفات نقره به میزان ۱۵ گرم در لیتر اسید سولفوریک استفاده می شود. یعنی اسید سولفوریک اضافه شده برای اندازه گیری کربن آلی در خاکهای شور باید حاوی مقدار ذکر شده سولفات نقره باشد.

(ب) : تاثیر آهن؛ وجود آهن دو ظرفیتی در تعیین میزان کربن آلی در خاک ایجاد مزاحمت می نماید البته در اکثر خاکها، مشکل وجود آهن دو ظرفیتی وجود ندارد فقط در خاکهای گلی (gley) یا خاکهائی که از نظر زهکشی مشکلاتی دارند ممکن است آهن بصورت دو ظرفیتی یافت شود در این حالت نیز چون خاک در مقال هوای آزاد خشک می گردد آهن دو به آهن سه ظرفیتی تبدیل و مشکلی در اندازه گیری ایجاد نمی نماید.

۶-۹-۶- کربنات کلسیم معادل به روش خنثی سازی با اسید و تیتراسیون (C4CCE-S_{<2mm} کد روش)

۶-۹-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری
- بورت ۲۵ میلی لیتری
- اجاق برقی
- هود مناسب

۶-۹-۲- مواد

- اسیدکلریدریک (HCl) نرمال؛ ۸۶ میلی لیتر اسیدکلریدریک غلیظ (این مقدار با توجه به وزن مخصوص و درصد خلوص اسید تغییر می کند) را در بالن ژوژه یک لیتری حاوی ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون منتقل کرده و بعد از خنک شدن به حجم برسانید.
- سود (NaOH) نرمال؛ ۴۰ گرم سود را با دقت ۰/۰۱ گرم توزین کرده و در بشر یک لیتری منتقل و با حدود ۷۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون حل نمایید سپس با دقت آن را به بالن یک لیتری انتقال دهید بشر را با دفعات با آب مقطر شستشو دهید و به بالن اضافه نمایید. بعد از خنک شدن به حجم یک لیتر برسانید.
- معرف فنل فتالین؛ مقدار یک گرم از معرف را با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و به بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. سپس اتانول (۶۰ درصد) اضافه کرده و بعد از انحلال کامل به حجم برسانید.

۶-۹-۳- روش کار

۱. دو گرم خاک هوا خشک کوبیده شده را که قبلاً از الک دو میلی متری رد شده است با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری بریزید.
۲. بیست و پنج میلی لیتر اسید کلریدریک نرمال با پی پت یا بورت با دقت به آن اضافه نموده و به آرامی تکان دهید.
۳. حداقل یک شاهد داشته باشید که در آن از نمونه خاک ریخته نشده اما کلیه مراحل از ریختن اسید تا آخر تیتراسیون را مانند نمونه مجهول برای شاهد هم انجام دهید.
۴. محتوای ارلن را روی اجاق برقی تا شروع جوشش حرارت دهید.
۵. بعد از سرد شدن حدود صد میلی لیتر آب مقطر و پنج قطره معرف فنل فتالین به آن اضافه کنید.
۶. نمونه را با سود نرمال تیترا نمایید. در هنگام تیتراسیون نزدیک خاتمه عمل وقتی که pH محیط از چهار گذشت هیدراکسیدهای آهن و آلومینیم شروع به رسوب می نمایند که با خود مواد معلق موجود در محیط را نیز به ته ظرف می برند که در نتیجه محلول روئی صاف و تغییر رنگ به صورتی کاملاً مشهود می باشد.
۷. برای اطمینان بعد از پایان تیتراسیون مدت بیست ثانیه ارلن را تکان دهید اگر رنگ صورتی از بین رفته باشد مجدداً سود اضافه نمایید تا رنگ صورتی ظاهر شود.

۶-۹-۴- محاسبات

$$\%CaCO_3 \quad equivalent = \frac{(a - b) \times M \times 5}{S}$$

که در آن:

M = نرمالیت سود مصرفی

a = مقدار سود مصرفی برای شاهد (mL)

b = مقدار سود مصرفی برای نمونه مجهول (mL)

S = وزن خاک توزین شده (g)

۶-۹-۵- گزارش نتایج

کربنات کلسیم معادل خاک را بر حسب درصد خاک آون-خشک با تقریب همه اعداد گزارش کنید.

۶-۹-۶- نکات

(الف) : نرمالیت سود و اسید باید دقیقاً تعیین شود (با استفاده از تیتراژول اسید کلریدریک).

(ب) : در این روش عدد بدست آمده معادل کربنات کلسیم می باشد چون تمام کربنات‌ها و مواد قلیایی خاک با اسید ترکیب می‌شوند، اکسیدهای آهن و آلومینیوم و غیره نیز در اسید حل می‌گردند ولی در مواقع تیتراژسیون همانطوری که اشاره گردید، دوباره رسوب می‌نمایند و معادل همان مقدار اسیدی که برای حل شدن آنها مصرف شود سود مصرف می‌گردد و اختلافی از نظر مقدار مواد خنثی شونده بوجود نمی‌آید، بطور کلی عدد بدست آمده در این روش کمی از مقدار واقعی کربنات کلسیم خاک بیشتر است.

(ج) : بعد از اتمام تیتراژسیون باید بورت را چندین بار با آب معدنی و سپس با آب مقطر شستشو داد تا مواد قلیائی روی بورت اثر نگذارد.

۶-۱۰- اندازه گیری ظرفیت تبادل کاتیونی (Cation Exchange Capacity) به روش باور (۱۹۵۲) کد روش C6CEC-8.2-S

۶-۱۰-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- سانتریفوژ با لوله های پنجاه میلی لیتری
- شیکر رفت و برگشت
- pH متر
- هدایت سنج

۶-۱۰-۲- مواد

- استات سدیم یک نرمال، $pH=8/2$ ؛ مقدار ۱۳۶ گرم استات سدیم $CH_3COONa.3H_2O$ را توزین نموده بعد از حل کردن در مقداری آب مقطر عاری از یون در بالن ژوژه یک لیتری به حجم برسانید. سپس pH آن را با کمک دستگاه pH متر به $8/2$ برسانید (با اضافه کردن اسید استیک یا سود).
- اتانول ۹۵ درصد

- استات آمونیوم یک نرمال، $pH=7/0$ ؛ مقدار ۷۷ گرم استات آمونیوم CH_3COONH_4 را وزن کرده بعد از حل کردن در مقداری آب مقطر عاری از یون به بالن ژوژه یک لیتری منتقل و به حجم برسانید. سپس pH آن را با کمک pH متر روی $7/0$ تنظیم نمائید (با افزودن اسید استیک و یا آمونیاک). محلول استات آمونیوم را به روش دیگری نیز می‌توان تهیه نمود، بدین ترتیب که ۷۰۰ الی ۸۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون را درون بالن ژوژه یک لیتری ریخته، ۵۷ میلی لیتر اسیداستیک غلیظ اضافه به آن اضافه نموده و بهم بزنید. سپس ۶۸ میلی لیتر آمونیاک به آن افزوده و با آب مقطر عاری از یون به حجم برسانید و pH آن را با pH متر روی $7/0$ تنظیم نمائید (با اسید استیک و یا آمونیاک).
- استاندارد مادر ۱۰۰ میلی اکی والان سدیم در لیتر؛
- مقدار ۵/۸۴۵ گرم کلرور سدیم (اگر کلرور سدیم بصورت کلوخه است آن را پودر نمائید، ترجیحاً در حرارت ۴۰۰ الی ۵۰۰ درجه سانتی گراد بمدت حداقل ۸ ساعت یا بمدت ۲۴ ساعت در حرارت ۲۰۰ درجه سانتی گراد آن را حرارت دهید) را دقیقاً توزین و در بالن ژوژه یک لیتری با آب مقطر حل کرده و به حجم برسانید.
- از محلول استاندارد اولیه محلولهای ثانویه را با دقت کامل تهیه نمائید. بدین صورت که با استفاده از پیپت مقادیر ۲/۵، ۵، ۷/۵، ۱۰، ۱۲/۵، ۱۵، ۱۷/۵ و ۲۰ میلی لیتر از محلول صد میلی اکی والان در لیتر را در بالن ژوژه یک لیتری بریزید و با محلول استات آمونیوم یک نرمال به حجم برسانید. این محلولها شامل ۰/۲۵، ۰/۵، ۰/۷۵، ۱، ۱/۲۵، ۱/۵، ۱/۷۵ و ۲ میلی اکی والان در لیتر سدیم می‌باشند.

۶-۱۰-۳- روش کار

۱. مقدار پنج گرم خاک خشک شده که از الک دو میلی متری رد شده باشد را با ترازوی دقیق (دقت $\pm 0/01$ گرم) توزین نموده و در لوله سانتریفوژ بریزید.
۲. ۳۳ میلی لیتر استات سدیم یک نرمال به آن بیفزائید و در آن را محکم ببندید.
۳. بمدت ده دقیقه با سرعت ۱۸۰ دور در دقیقه شیکر نمائید.
۴. لوله های محتوی سوسپانسیون را در سانتریفوژ با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه بمدت پنج دقیقه قرار دهید تا مایع روئی شفاف شود.
۵. مایع روئی را بیرون بریزید.
۶. مراحل ۲، ۳، ۴ و ۵ را سه بار تکرار کنید.
۷. بعد از هر سانتریفوژ و اضافه نمودن محلول جدید باید با ضربه زدن ذرات خاک چسبیده به ته تیوپ کاملاً جدا شود.
۸. پس از پایان سه بار شستشو، به نمونه خاک داخل لوله مقدار ۳۳ میلی لیتر الکل اتیلیک اضافه نموده و بعد از اینکه ذرات کاملاً از ته تیوپ جدا شد، آن را به مدت ده دقیقه در شیکر رفت و برگشت با سرعت ۱۸۰ دور در دقیقه قرار دهید.
۹. لوله ها را در سانتریفوژ بمدت پنج دقیقه با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه قرار دهید تا مایع روئی شفاف شود.
۱۰. مایع روئی را بیرون بریزید.
۱۱. مراحل ۸، ۹ و ۱۰ را سه بار تکرار کنید.

۱۲. در انتهای دور سوم، هدایت الکتریکی الکلی را با دستگاه هدایت سنج اندازه گیری کنید. اگر هدایت الکتریکی آن کمتر از ۴۰ میکروزیمنس بر سانتی متر بود شستشوی نمونه کافی است. ولی اگر بیشتر از ۴۰ میکروزیمنس بر سانتی متر باشد شستشوی نمونه با الکلی (مراحل ۸ تا ۱۰) ادامه می یابد و بعد از هر شستشو هدایت الکتریکی الکلی باید کنترل گردد.
۱۳. بعد از اتمام مراحل شستشو با الکلی، مقدار ۳۳ میلی لیتر محلول استات آمونیوم یک نرمال، $pH=7/0$ به نمونه خاک درون لوله سانتریفوژ اضافه نمایید.
۱۴. بعد از جدا شدن ذرات از ته تیوپ آن را بمدت پنج دقیقه با سرعت ۲۵۰۰ دور در دقیقه سانتریفوژ نمایید.
۱۵. مایع روئی را به کمک کاغذ صافی واتمن ۲ در بالن ژوژه صد میلی لیتری صاف کنید.
۱۶. عمل اضافه نمودن ۳۳ میلی لیتر استات آمونیوم و شیکر و سانتریفوژ را دوبار دیگر هم انجام دهید و مایع روئی درون لوله سانتریفوژ را مجدداً به درون بالن ژوژه صد میلی لیتری صاف کنید.
۱۷. محتوای بالن را با محلول استات آمونیوم یک نرمال به حجم برسانید.
۱۸. مقدار سدیم آزاد شده در محیط که معادل با ظرفیت تبادل کاتیونی خاک است با دستگاه فلیم فتومتر مورد سنجش قرار می گیرد.
۱۹. صفر دستگاه فلیم فتومتر را با محلول استات آمونیوم زمینه تنظیم کنید.
۲۰. بالاترین استاندارد را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را روی ۱۰۰ تنظیم نمایید.
۲۱. مقادیر صفر و بالاترین استاندارد را چند بار کنترل کنید.
۲۲. سری استانداردها را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را برای هر استاندارد یادداشت نمایید.
۲۳. منحنی واسنجی را برای استانداردها رسم نمایید.
۲۴. نمونه‌های مجهول را به دستگاه داده و قرائت دستگاه را یادداشت نمایید.
۲۵. بر اساس قرائت دستگاه از روی منحنی استاندارد، (۲۵) اگر قرائت نمونه از حداکثر استاندارد بیشتر بود باید نمونه را رقیق نماید.

۶-۱۰-۴- محاسبات

$$(a - b) \times 3 = CEC \quad cmol(+)kg^{-1}$$

a = عدد بدست آمده از منحنی برای نمونه

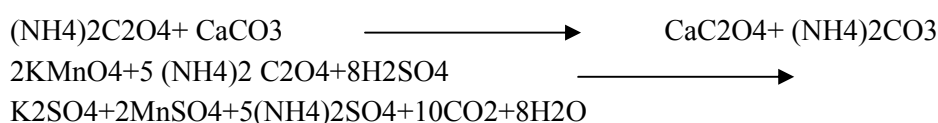
b = عدد بدست آمده از منحنی برای شاهد

۶-۱۰-۵- گزارش نتایج

مقدار ظرفیت تبادل کاتیونی خاک در $pH=8/2$ (CEC) با دقت $(cmol(+)kg^{-1})$ 0.1 meq 100g⁻¹ گزارش می‌شود.

۶-۱۱- کربنات کلسیم فعال در خاک (کد روش C Act. CaCO₃-S)

اگزالات آمونیوم با کربنات کلسیم ترکیب شده و تولید اگزالات کلسیم نامحلول می نماید. اگزالات کلسیم تولید شده به صورت قشر نازکی سطح ذرات کربنات کلسیم را پوشانیده و از تاثیر اگزالات آمونیوم روی بقیه کربنات کلسیم جلوگیری می نماید. بنابراین در این روش کربنات کلسیم فعال موجود در سطح خارجی ذرات درشت و همچنین ذرات بسیار ریز و پراکنده کربنات کلسیم اندازه گیری می شود. برای این منظور مقدار معینی از محلول اگزالات آمونیوم را بر روی مقدار مشخصی خاک ریخته و پس از انجام فعل و انفعالات لازم مقدار اضافی اگزالات آمونیوم به کمک پرمنگنات پتاسیم تیترا می گردد. اگزالات آمونیوم مصرف شده معادل با کربنات کلسیم فعال موجود در خاک می باشد.



۶-۱۱-۱- وسایل

- ترازوی الکترونیکی با دقت $\pm 1/10$ میلی گرم
- بورت
- ارلن ۲۵۰ میلی لیتری

۶-۱۱-۲- مواد

- اگزالات آمونیوم ۰/۲ نرمال؛ مقدار ۱۴/۲ گرم اگزالات آمونیوم متبلور $\text{C}_2\text{O}_4 \text{(NH}_4\text{)}_2, \text{H}_2\text{O}$ را در کمی آب مقطر عاری از یون حل نمائید سپس در بالن ژوژه یک لیتری به حجم برسانید.
- پرمنگنات پتاسیم ۰/۲ نرمال؛ مقدار ۶/۳۲ گرم پرمنگنات پتاسیم را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون بریزید. بعد از حرارت دادن و حل شدن (آن را از روی پشم شیشه عبور دهید تا صاف شود) در بالن ژوژه یک لیتری به حجم برسانید.
 - اسید سولفوریک غلیظ

۶-۱۱-۳- روش کار

۱. مقدار ۲/۵ گرم خاک که از الک دو میلیمتری رد شده باشد وزن کرده در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتر بریزید.
۲. صد میلی لیتر اگزالات آمونیوم به آن بیفزائید و به مدت دو ساعت آن را با شیکر بهم بزنید و سپس صاف نمائید.
۳. مقدار ۲۵ میلی لیتر از عصاره را در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری بریزید و یک میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ خالص به آن بیفزائید سپس آن را به آرامی حرارت دهید (از جوشیدن نمونه خودداری شود).
۴. در حالتی که نمونه گرم است آن را با پرمنگنات پتاسیم تیترا نمائید.
۵. نمونه شاهد با نمونه ها تهیه گردد (۲۵ میلی لیتر اگزالات آمونیوم).
۶. فاکتور محلول پر مگنات پتاسیم را از روی اگزالات آمونیوم (نمونه شاهد) محاسبه نمائید.

۶-۱۱-۴- محاسبات

$$\text{کربنات کلسیم فعال (\%)} = (B-T) \times N \times 8$$

B = حجم پرمنگنات پتاسیم مصرفی برای شاهد (ml)

T = حجم پرمنگنات پتاسیم مصرفی برای نمونه مجهول (ml)

N = فاکتور پرمنگنات پتاسیم

۶-۱۱-۵- گزارش نتایج

میزان کربنات کلسیم فعال خاک را بر حسب درصد و با تقریب ۰/۱ گزارش نمائید.

۶-۱۲- اندازه گیری نیتروژن کل خاک بروش کج‌دال (C11N_{tot}-S کد روش)

در روش کج‌دال ازت آلی در اثر حرارت و اسید سولفوریک و کاتالیزور تبدیل به NH₄-N میشود. اضافه نمودن املاحی مثل سولفات پتاسیم یا سولفات سدیم برای بالا بردن درجه حرارت در حین هضم نمونه، و اضافه نمودن Se و Hg یا Cu برای تسریع در اکسیداسیون مواد آلی می‌باشد. برای اینکه در این اندازه گیری ازت معدنی (نیترات) نیز به همراه ازت آلی مورد سنجش قرار گیرد باید نمونه خاک را قبل از هضم، با اسید سالیسیلیک (حل شده در اسید سولفوریک) مجاور نموده بعد از مدتی در اثر واکنش بین اسید سالیسیلیک و یون نیترات ترکیبات نیترو در محیط اسیدی ایجاد میگردد که این ترکیبات در اثر پودر روی با تیوسولفات سدیم احیاء شده و ترکیبات آمینو در اثر حرارت ایجاد می‌شود. این عملیات قبل از هضم نمونه برای اندازه گیری ازت کل انجام می‌پذیرد.

۶-۱۲-۱- وسایل

- ترازوی الکتریکی با دقت ۱/۰ ± میلی گرم
- هود با تهویه مناسب
- لوله هضم صد میلی لیتری
- اجاق هضم چهل خانه مخصوص
- دستگاه اتوماتیک تقطیر ازت
- هاون چینی

۶-۱۲-۲- مواد

- اسید سولفوریک غلیظ ۹۶ درصد
- مخلوط اسید سالیسیلیک و اسید سولفوریک -۲/۵ گرم اسید سالیسیلیک درصد میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ حل نمائید
- مخلوط کاتالیست سولفات پتاسیم؛ صد گرم سولفات پتاسیم (K₂SO₄) و ۱۰ گرم سولفات مس (CuSO₄, 5H₂O) و یک گرم سلنیوم را جداگانه توزین و بصورت پودر درآورید سپس مخلوط کنید و در هاون بکوبید تا کاملاً نرم شود.
- تیو سولفات سدیم (Na₂S₂O₃, H₂O)؛ پودر کریستال تیو سولفات سدیم از الک ۶۰ مش عبور دهید.

- سود (NaOH) ده نرمال؛ مقدار ۴۰۰ گرم سود را توزین و در بشر یک لیتری بریزید، سپس بشر را زیر هود قرار داده به آن ۸۰۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه و با بهم زن شیشه ای بهم بزینید تا کاملاً حل شود بعد از سرد شدن آنرا به بالن یک لیتری انتقال و با شستشوی کامل بشر حجم بالن را به یک لیتر برسانید این محلول باید در ظرف پلاستیکی دربسته و حتی الامکان دور از CO₂ هوا نگهداری شود.
- معرف بروموکروزول گرین؛ صد میلی گرم بروموکروزول گرین را توزین کرده و به بالن ژوژه صد میلی لیتری منتقل و در متانول یا اتانول ۹۵ درصد حل و به حجم برسانید.
- معرف متیل رد؛ صد میلی گرم متیل رد را توزین کرده و به بالن ژوژه صد میلی لیتری منتقل و در متانول یا اتانول ۹۵ درصد حل و به حجم برسانید.
- مخلوط اسید بوریک و معرف : مقدار صد گرم اسید بوریک را توزین و در ده لیتر آب مقطر عاری از یون حل نمائید. سپس صد میلی لیتر معرف بروموکروزول گرین و ۷۵ میلی لیتر معرف متیل رد را به اسید بوریک اضافه و کاملاً مخلوط نمائید.
- استاندارد اسید سولفوریک یا کلرئیدریک ۰/۰۱ نرمال
- سولفات آمونیوم ۰/۰۱ نرمال .

۶-۱۲-۳- روش کار

۱. یک گرم خاک کوبیده و عبور داده از الک ۰/۵ میلی متر را در لوله های هضم صد میلی لیتری پیرکس بریزید.
۲. چهار میلی لیتر از مخلوط اسید سالیسیلیک و اسید سولفوریک به آن اضافه و به آرامی تکان دهید تا خاک و اسید کاملاً مخلوط شوند
۳. نمونه را بمدت چند ساعت یا یک شبانه روز بحال خود بگذارید سپس نیم گرم تیوسولفات سدیم را با قیف دم بلند خشک طوری اضافه کنید که تمام تیوسولفات به ته لوله برسد
۴. لوله‌ها را به اجاق نمونه منتقل و به آرامی حرارت دهید تا کف کردن نمونه متوقف شود. (۵) نمونه را خنک نمائید سپس ۱/۱ گرم مخلوط کاتالیز به آن اضافه کرده و حرارت را تا ۳۳۰ درجه سانتیگراد تدریجاً افزایش دهید تا نمونه شفاف شود.
۵. سپس ۳۰ دقیقه اضافه بر حرارت دادن قبلی نمونه‌ها را حرارت دهید. عمل هضم ۴۵ دقیقه بطول می انجامد.
۶. نمونه‌ها را از روی اجاق بردارید بعد از سرد شدن مقدار سی میلی لیتر آب مقطر اضافه نمائید سپس طبق دستورالعمل زیر سنجش میزان ازت کل را با استفاده از دستگاه کجالتک ادامه دهید.

روش تقطیر :

۱. در ابتدا باید دستگاه تقطیر در شرایط ایتیم باشد و مطمئن باشید که لاستیک مخصوص لوله هضم در جای مناسب قرار داشته باشد.
۲. ژنراتور جریان بخار را کنترل نمائید که خالی باشد و سطح آب خروجی زیر الکتروود قرار گیرد و دریچه خروجی در عقب دستگاه بسته باشد (روی کلوز (Close) باشد) .
۳. دستگاه را روشن نمائید قرائت دستگاه باید Help را نشان دهد. اگر لامپ مربوط به مخازن روشن گردد باید تانک مخصوص پرگردد.

۴. محفظه مخصوص تیتراسیون را کنترل نموده که پر باشد و داخل بورت‌ها، هوا نباشد .
۵. دکمه (REC-SOL) را فشار داده و جریان محلول را در لوله‌ها کنترل و جریان آب سرد را برقرار نمائید. اگر درجه حرارت آب زیاد گرم یا سرد باشد جریان بخار بسته می‌گردد (چراغ زیر کندانسور روشن خواهد شد) تا اینکه سویچ درجه حرارت پائین بیاید.
۶. توجه کنید برای پائین آوردن سریع درجه حرارت لوله هضم را در جای خود قرار داده، درب ایمنی را بسته STEAM را روشن نموده (این عمل باعث می‌گردد که جریان آب در محفظه حرارتی عبور کند).
۷. جریان آب را در لوله‌ها کنترل نمائید در صورت لزوم تانک را از آب پر کنید (حدود ۰/۵ گرم دی سدیم سولفات در ده لیتر آب) ، دستگاه پس از دو دقیقه گرم گردیده آنوقت دکمه STEAM را خاموش نموده و دکمه AUTO را به طرف پائین فشار دهید.
۸. برنامه مناسب (کج‌لداال - DD) را انتخاب نموده قبل از شروع نمونه دو تا سه بلانک اندازه گرفته شود.
- BLANK=0.0 B=1.0 AA=0.0
۹. توجه داشته باشید که اعداد مناسب را انتخاب کنید مخصوصاً در مدت تقطیر عدد بلانک در نظر گرفته شود.
۱۰. لوله دایجست را در جای خود قرار داده و بعد از روشن شدن چراغ CYCLE OVER، درب ایمنی را بسته مقدار ثابت B را عدد صحیح قرار دهید. در اینجا B=1 قرار داده می‌شود بعلا اینک جواب بر حسب میلی لیتر می‌باشد.
۱۱. وقتی که کار دستگاه تمام شد چراغ روشن می‌گردد نتیجه را کنترل و سپس درب ایمنی دستگاه را باز نموده و لوله دایجست را از دستگاه خارج نمائید

۶-۱۲-۴- محاسبات

$$\%N = [(a-b)/S] \times M \times 1.4 \times mcf$$

a = میلی لیتر اسید سولفوریک مصرفی برای نمونه

b = میلی لیتر اسید سولفوریک مصرفی برای نمونه شاهد

وزن خاک

= S

خشک شده در هوای آزاد

M = نرمالیت اسید سولفوریک

mcf = moisture correction factor = $(100 + (\% \text{ رطوبت} \times 100))$

خواننده گرامی

دفتر نظام فنی اجرایی معاونت برنامه‌ریزی و نظارت راهبردی رییس جمهور، با گذشت بیش از سی سال فعالیت تحقیقاتی و مطالعاتی خود، افزون بر چهارصد عنوان نشریه تخصصی- فنی، در قالب آیین‌نامه، ضابطه، معیار، دستورالعمل، مشخصات فنی عمومی و مقاله، به صورت تالیف و ترجمه، تهیه و ابلاغ کرده است. نشریه حاضر در راستای موارد یاد شده تهیه شده، تا در راه نیل به توسعه و گسترش علوم در کشور و بهبود فعالیت‌های عمرانی به کار برده شود. فهرست نشریات منتشر شده در سال‌های اخیر در سایت اینترنتی <http://tec.mporg.ir> قابل دستیابی می‌باشد.

دفتر نظام فنی اجرایی

Islamic Republic of Iran
Vice Presidency for Planning and Supervision

**Guidelines for Laboratory Analysis of Soil and
Water Samples**
No.467

Office of Deputy for Strategic Supervision
Bureau of Technical Execution System
<http://tec.mporg.ir>

Jihad-e- Agriculture Ministry
Water & Soil Research Institute
<http://www.swri.i>

این نشریه

با عنوان دستورالعمل تجزیه های آزمایشگاهی نمونه های خاک و آب با هدف ارائه مناسب ترین روش های ارزیابی خصوصیات مختلف فیزیکی، شیمیایی و کانی شناسی نمونه های خاک و آب برای کاربرد در مطالعات خاکشناسی و ایجاد هماهنگی در انتخاب روش های استاندارد، کنترل کیفیت و تضمین کیفیت، صحت و دقت داده ها و سهولت اندازه گیری ها در آزمایشگاه های خاک و آب بخش دولتی و آزمایشگاه های بخش خصوصی تهیه گردیده است.