

WOJCIECH CIEŚLA

ADAPTACJA METODY JACKSONA PRZYGOTOWANIA
PRÓBEK GLEBY DO CELÓW ANALIZY CHEMICZNEJ
I INNYCH BADAŃ GLEBOWYCH

Katedra Gleboznawstwa WSR Poznań

Uzyskanie całkowitej dyspersji gleby jest zabiegiem wymagającym stosowania szeregu środków. Spośród wielu metod służących do tego celu [1, 3] metoda Jacksona [2] wydaje się najbardziej nowoczesna, przydatna zarówno do preparowania próbek glebowych w celach dokonania sedymentacji, jak również do innych przeznaczeń analitycznych.

W badaniach gleboznawczych, prowadzonych w Katedrze Gleboznawstwa WSR Poznań, do preparowania gleby stosuje się metodę Jacksona, dostosowaną do istniejących warunków laboratoryjnych Katedry.

W celu pozbawienia próbki gleby węglanów wapnia i magnezu, soli rozpuszczalnych oraz kationów wymiennych (wapnia, magnezu i innych) traktuje się glebę 1n roztworem octanu sodu o pH 5 (82 g octanu sodu i 27 ml lodowatego kwasu octowego na 1 litr dostosowując do pH 5).

Próbkę świeżo pobranej, ale niezupełnie wysuszonej gleby, przesianej przez sito o oczkach 1 mm, w ilości 10 g (w przeliczeniu na masę glebową bez węglanów) przenosi się do zlewki o pojemności 400 ml¹ zalewając glebę 100 ml octanu sodu o pH 5, miesza pałeczką szklaną i stawia na rozgrzanej łaźni wodnej na 30 min mieszając zawartość zlewki kilka razy. Jeśli próbki zawierają większe ilości węglanów, lepiej pozostawić je dłużej na łaźni. Na wstępie należy dokonać próbných oznaczeń i sprawdzić, jaka ilość octanu sodu jest potrzebna dla pełnego rozkładu węglanów.

¹ Rozkład węglanów i usuwanie kationów wymiennych można przeprowadzić także w probówkach wirówkowych, co bardzo ułatwia postępowanie i skraca czas przygotowania próbek. Przy ogrzewaniu probówki czasem pękają. W wypadku użycia małych probówek wirówkowych można próbkę gleby dzielić umieszczając po 5 g do jednej probówki, a w dalszym postępowaniu dopiero łączyć je w jedną całość.

Płyn z nad gleby dekantuje się do probówki o pojemności 100 lub 200 ml i wiruje tak długo, aż będzie klarowny. Zwykle wystarcza wirowanie 2 do 5 min przy około 2000 obrotów na minutę.

Klarowny płyn zbiera się do kolby miarowej lub zlewki. Jest to materiał do ewentualnej analizy. Częstki glebowe przenosi się z powrotem do zlewki i powtórnie nalewa 1n octanu sodu o pH 5. Trzykrotne powtórzenie tego postępowania jest na ogół wystarczające.

Ostatecznie odwirowaną glebę bezwęglanową o odczynie kwaśnym przenosi się do zlewki o pojemności 600 ml najmniejszą ilością wody destylowanej. Jeśli do przeniesienia próbki trzeba było użyć więcej wody, nadmiar jej należy odparować na łaźni wodnej, tak by stosunek objętościowy gleby do wody wynosił 1:1².

W celu spalania substancji organicznej dodaje się do stojącej zlewki 5 ml 30% H₂O₂ i jeśli reakcja przebiega spokojnie, zlewkę przenosimy na łaźnię wodną strzegąc jednak pilnie początkowej fazy spalania próchnicy. Należy zawsze mieć przygotowaną tryskawkę z wodą, by w razie potrzeby silnym strumieniem wody spowodować odpadnięcie tworzącej się piany. Po ustaniu reakcji dodaje się następną porcję wody utlenionej z zachowaniem takich samych ostrożności oczyszczając jednocześnie ścianki zlewki bagietką. Po ustaniu reakcji dodaje się nową porcję H₂O₂ w ilości 10 ml i po ustaniu gwałtownej reakcji nakrywa zlewkę dobrze dopasowanym szkiełkiem zegarkowym i ogrzewa na łaźni wodnej od 2 do 4 godz. To trzykrotne zalanie gleby wodą utlenioną w zupełności wystarcza do rozkładu próchnicy w większości gleb. Wskazane jest stosowanie wody utlenionej do próbek nawet słabo próchnicznych.

Po spaleniu materii organicznej gleby próbkę przenosi się do probówek wirówkowych za pomocą 1n octanu sodu o pH 5 i przemywa glebę tym roztworem trzykrotnie w celu usunięcia uwolnionych składników. Jeśli zamierza się analizować składniki uwolnione przy spalaniu z wodą utlenioną, dekantuje się każdorazowo klarowny roztwór z nad gleby do kolby miarowej. Ostatecznie glebę w probówkach wirówkowych przemywa się jedną porcją 95-procentowego alkoholu metylowego o pH 3 (alkohol metylowy zakwasza się za pomocą HCl), a następnie jedną porcją 99-procentowego alkoholu metylowego.

Następnym zabiegiem stosowanym w przygotowaniu próbek glebowych jest usunięcie z gleby wolnych tlenków żelaza. Wielkość próbki przy tym postępowaniu jest regulowana ilością wolnego żelaza. W glebach, w których występuje do 5% wolnego żelaza, postępowanie dla

² Należy jednak pilnie przestrzegać, by próbka nie była zupełnie wysuszona podczas operacji związanych z dyspersją gleby, gdy już raz ten proces się rozpoczął. Wysuszenie powoduje bowiem wiele nieodwracalnych zmian, między innymi przejście z formy rozpuszczalnej do nierozpuszczalnej.

próbki 10 g jest następujące: po przemyciu alkoholem próbkę glebową w próbówce wirówkowej zadaje się 40 ml 0,3n roztworu cytrynianu sodu ($88 \text{ g Na}_3\text{C}_6\text{H}_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ do 1 l wody), do tego dodaje się 5 ml 1n NaHCO_3 (84 g NaCO_3 do 1 l wody), po czym podgrzewa się do temperatury 80°C i dodaje 1 g tzw. hydrosiarczynu sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) w proszku używając do tego celu łyżeczki porcelanowej. Całość intensywnie się miesza przez 5 min, a następnie ogrzewa przez 15 min. Przy końcu ogrzewania dodaje się do gleby 10 ml nasyconego roztworu NaCl i ogrzewa przez następne 5 min. Próbkę odwirowuje się aż do otrzymania klarownego roztworu nad glebą. Roztwór ten dekantuje się do kolby miarowej na 500 ml, a następnie całą operację powtarza od nowa, zlewając klarowny roztwór do kolby na 500 ml.

Próbkę gleby w próbówce wirówkowej przepłukuje się trzykrotnie roztworem cytrynianu sodu, za każdym razem odwirowując i zlewając roztwór do tej samej kolby miarowej. Kolbę miarową uzupełnia się do kreski i w roztworze oznacza żelazo, najlepiej kolorymetrycznie. Ze względu na łatwość pękania probówek redukcję wolnych tlenków żelaza można przeprowadzić w zlewkach o pojemności 150 ml, chociaż to utrudnia i przedłuża znacznie pracę. Należy również przestrzegać utrzymywania temperatury na poziomie $70\text{--}80^\circ\text{C}$, gdyż w temperaturze niższej i wyższej może się tworzyć FeS , co pociągałoby za sobą potrzebę usuwania siarki (zwykle usuwanie siarki nie jest konieczne). Po tym postępowaniu próbka wyraźnie traci kolor rdzawy, nie można jednak oczekiwać koloru białego.

W ten sposób przygotowaną próbkę przechowuje się w alkoholu metylowym, acetonie lub wodzie destylowanej. Jest ona gotowa do dalszych badań, np. do analizy elementarnej, oznaczania pojemności sorpcyjnej, przeprowadzania dyspersji, a następnie sedymentacji, badań rentgenowskich, badań w podczerwieni itp.

Dyspersję gleby przeprowadza się przez gotowanie próbki gleby w roztworze 2% Na_2CO_3 , poddając uprzednio glebę mechanicznemu dyspergowaniu. W tym celu próbkę przenosi się węglanem sodu w ilości około 250 ml do specjalnego pojemnika metalowego, do którego ścianek są przylutowane w trzech miejscach podwójne druty. Pojemnik taki według poddanego przez autora projektu wykonały Warsztaty Mechaniczne WSR w Poznaniu.

Glebę miesza się przez 5—10 min za pomocą szybkoobrotowego mieszadła. Do tego celu nadaje się mieszadło laboratoryjne, typ M1, Wytwórni Aparatów Termoelektrycznych „Horyzont” w Krakowie, w którym można regulować ilość obrotów. Końcówka mieszadła powinna być metalowa i mieć skrzydełka niewielkie i odpowiednio ustawione. Szybkość obrotów dobiera się tak, by zawiesina nie przyskała poza pojemnik.

Próbkę przenosi się następnie do garnka emaliowanego lub naczynia niklowego i gotuje od momentu wrzenia przez 5 minut. Ciepły roztwór (lub podgrzany tuż przed wirowaniem) poddaje się wirowaniu aż do otrzymania klarownego roztworu nad glebą, który dekantuje się do zlewki lub kolby. Płukanie gleby ciepłym węglanem sodu powtarza się 2 razy, zbierając każdorazowo klarowny roztwór węglanu sodu do zlewki. W roztworze tym oznacza się rozpuszczalny Si i Al.

Do gleby w próbówce dodaje się 50 ml wody destylowanej i po zmałceniu otrzymuje się trwałą zawiesinę glebową. Przenosi się ją do cylindrów sedymentacyjnych przez sito o średnicy oczek 0,1 lub 0,05 mm i dokładnie przemywa małymi porcjami wody destylowanej aż do zupełnego wymycia frakcji drobniejszych. Zdyspergowaną glebę w cylindrze uzupełnia się do kreski i przeprowadza sedymentację.

LITERATURA

- [1] Baver L. D.: Soil Physics, John Wiley, New York-London 1956.
 [2] Jackson M. L.: Soil chemical analysis. Advanced Course, Madison W., 1956.
 [3] Musierowicz A.: Skład mechaniczny gleb. Warszawa 1949.

В. ЦЕСЛЯ

АДАПТАЦИЯ МЕТОДА ДЖЕКСОНА О ПОДГОТОВКЕ ПОЧВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ АНАЛИЗА МЕХАНИЧЕСКОГО СОСТАВА И ДРУГИХ ПОЧВЕННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Кафедра Почвоведения Познаньской Сельскохозяйственной Академии

Резюме

Сообщение касается адаптации метода М. Л. Джексона по подготовке почвенных образцов для ряда почвенных анализов.

По методу Джексона карбонаты, растворимые соли и обменные катионы отмывают 1н. буферным раствором ацетата натрия с pH = 5; перегной сжигают 30% H₂O₂; свободные окиси железа удаляют по быстрому цитрат-гидросульфит-бикарбонатному методу; почву диспергируют кипячением в 2% карбонате натрия.

W. CIESŁA

ADAPTATION OF JACKSON'S METHOD OF SOIL SAMPLE PREPARATION TO MECHANICAL ANALYSIS AND OTHER SOIL TESTS

Department of Soil Science, College of Agriculture, Poznań

Summary

In the adapted M. L. Jackson method for preparation of soil samples the carbonates, soluble salts and exchangeable cations are removed with a 1n sodium acetate solution of pH 5. The humus is burned with 30% H₂O₂, the free iron oxides are removed by means of the rapid „citrate-hydrosulphite-bicarbonate” method. The soil is dispersed by cooking in 2% sodium carbonate.