


آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
1 از 5	صفحه		
اندازه‌گیری کربن آلی خاک			

اندازه گیری کربن آلی در خاک

1- اصول و دامنه کاربرد

- در این روش کربن آلی خاک توسط محلول دی کرومات پتاسیم در حضور اسید سولفوریک اکسید می‌شود. گرمای حاصل از این واکنش انرژی لازم برای اکسیداسیون کربن آلی را فراهم می‌کند. مقدار دی کرومات باقیمانده در محیط واکنش توسط تیتراسیون برگشتی بوسیله فرسولفات آمونیوم با اضافه کردن معرف دی فنیل آمین یا ارتوفنانترویلین-فرو تعیین می‌شود. روش فوق برای استفاده در خاک‌های خنثی و آهکی توصیه شده است.

2- وسایل مورد نیاز

- ترازوی الکتریکی با دقت $\pm 0/0001$ گرم.
- بورت 50 میلی لیتری با دقت $\pm 0/02$ میلی لیتر.
- پی پیت 10 میلی لیتری با دقت $\pm 0/01$ میلی لیتر.
- دیسپنسر، تنظیم شده در 20 میلی لیتر.
- ارلن مایر 500 میلی لیتری دهانه گشاد.
- همزن مغناطیسی و میله شیشه‌ای.
- آون با قابلیت تنظیم دما بر روی 105 درجه سانتی‌گراد.
- بالن حجمی 1000 میلی لیتری.
- بشر، 100 و 250 میلی لیتری.
- هود آزمایشگاهی.

3- مواد / واکنشگرها

- آب دو بار تقطیر / آب مقطر، با قابلیت هدایت الکتریکی کمتر از $1/5 \times 10^{-3} \text{ dS m}^{-1}$.
- دی کرومات پتاسیم ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)، 0/167 مولار (1 نرمال): 49/04 گرم (خشک شده در دمای 105°C به مدت 2 ساعت) دی کرومات پتاسیم را در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید.
- اسید سولفوریک غلیظ (H_2SO_4): توجه شود درصد خلوص اسید کمتر از 96 درصد نباشد. در صورت وجود Cl^- در خاک، با نسبت 15 گرم در لیتر به اسید Ag_2SO_4 اضافه شود.

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب SWRI Soil & Water Research Institute 1982
2 از 5	صفحه	
اندازه‌گیری کربن آلی خاک		

- ارتوفنانترویلین¹، 0/025 مولار: 14/85 گرم از ارتوفنانترویلین مونوهیدرات و 6/95 گرم سولفات آهن فرو (FeSO₄. 7H₂O) را در آب حل کرده و به حجم 1000 میلی‌لیتر برسانی

توجه: باریم دی فنیل آمین سولفونات، 0/16 درصد تهیه شده در محیط آبی می‌تواند به‌عنوان جایگزین برای این بند در نظر گرفته شود.

- محلول فروآمونیم سولفات 0/5 مولار (NH₄)₂Fe(SO₄)₂. 6H₂O: 196 گرم از پودر فروآمونیم سولفات را در 700 میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید، 20 میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ اضافه کرده، اجازه دهید تا محلول سرد شود، سپس با آب مقطر به حجم یک لیتر رسانده شود.

توجه: Fe²⁺ در هر دو محلول با قرار گرفتن در معرض هوا اکسید می‌شود بنابراین نرمالیتته دقیق این محلول‌ها باید به صورت روزانه از طریق تیتراسیون 10 میلی‌لیتر دی کرومات پتاسیم 0/167 مولار (1 نرمال) تعیین شود. هر 30 روز این محلول باید تازه آماده شود. به کمک معادله 1 می‌توان نرمالیتته دقیق فرسولفات را محاسبه نمود:

$$N_{\text{FeSO}_4} = \left(\frac{\text{mL}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{\text{mL}_{\text{FeSO}_4}} \right) \quad \text{معادله 1}$$

mL_{K₂Cr₂O₇}: حجم دی کرومات پتاسیم مصرفی (10 میلی‌لیتر).

N_{K₂Cr₂O₇}: نرمالیتته دی کرومات پتاسیم (1 نرمال).

mL_{FeSO₄}: حجم فرسولفات مصرفی برای شاهد (میلی‌لیتر).

mL_{FeSO₄}: نرمالیتته فرسولفات.


4- روش کار

- خاک را کوبیده و از الک 0/5 میلی‌متری عبور دهید، از هاون آهنی یا استیل برای این کار استفاده نکنید.

- مقداری از نمونه خاک را که حاوی 10 تا 25 میلی‌گرم کربن آلی باشد، توزین و به ارلن مایر 500 میلی‌لیتری منتقل کنید، دقت نمائید که مقدار خاک از 10 گرم بیشتر نشود.

- 10 میلی‌لیتر از محلول دی کرومات پتاسیم 1 نرمال به نمونه اضافه کرده و ارلن را به آرامی بچرخانید تا خاک بوسیله محلول پراکنده و به خوبی با آن مخلوط شود.

¹o-Phenanthroline-ferrous

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
3 از 5	صفحه		
اندازه‌گیری کربن آلی خاک			

- سریعاً 20 میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ به مخلوط فوق اضافه کنید و بلافاصله بعد از اضافه کردن ارلن را به آرامی بچرخانید تا خاک با واکنش‌گرها به خوبی مخلوط شود، سپس به مدت یک دقیقه مخلوط کردن را با شدت بیشتر تکرار کنید.
- اجازه دهید نمونه به مدت 30 دقیقه در دمای آزمایشگاه بماند.
- 200 میلی‌لیتر آب مقطر به ارلن اضافه کنید (تجربه نشان داده است که اگر در فرآیند تیتراسیون تشخیص نقطه پایان به سختی انجام شود، می‌توان محلول را توسط کاغذ صافی مقاوم به اسید (برای مثال واتمن 540 صاف کرد).
- 3 تا 4 قطره معرف ارتوفنانتروپین به نمونه اضافه کرده و با محلول فروآمونیم سولفات 0/5 مولار تیتراسیون کنید.
- تغییر رنگ در طول فرآیند تیتراسیون از سبز کم‌رنگ به سبز تیره می‌باشد. ظهور رنگ جگری نشان‌دهنده نقطه پایان تیتراسیون است.
- یک نمونه شاهد (بدون نمونه خاک) در هر سری نمونه برای استاندارد کردن دی‌کرومات پتاسیم گذاشته شود.
- اگر در نمونه‌ای بیش از 75 درصد دی‌کرومات پتاسیم صرف اکسیداسیون کربن آلی شود، عبارت دیگر در صورتیکه حجم مصرفی فروآمونیم سولفات کمتر از 5 میلی‌لیتر باشد، اندازه‌گیری را با مقدار کمتری خاک تکرار کنید.

5- محاسبات

محاسبه با استفاده از معادله 2 انجام می‌شود.

$$\%OC = \frac{(V_{FeSO_4} \text{ Blank} - V_{FeSO_4} \text{ Sample}) \times N_{FeSO_4} \times 0.003 \times 100 \times f}{W_{soil}} \quad \text{معادله 2}$$


که در آن:

$V_{FeSO_4} \text{ Blank}$: حجم فروسولفات مصرفی برای نمونه شاهد برحسب میلی‌لیتر.

$V_{FeSO_4} \text{ Sample}$: حجم فروسولفات مصرفی برای نمونه برحسب میلی‌لیتر.

N_{FeSO_4} : نرمالیت فروسولفات.

W_{soil} : وزن خاک خشک برحسب گرم.

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
4 از 5	صفحه		
اندازه‌گیری کربن آلی خاک			

0/003: وزن اکی‌والان کربن اکسید شده می‌باشد که مانند معادله 3 از تقسیم جرم اتمی کربن بر ظرفیت آن بدست می‌آید.

$$\frac{12}{4} = 3 \text{ mg/eq} = 0.003 \text{ gr/eq} \quad \text{معادله 3}$$

f: ضریب تصحیح است که برابر 1/3 در نظر گرفته می‌شود و یا باید مقدار مناسب آن برای آزمایش محاسبه گردد.

نکته: استفاده از ضریب تصحیح 1/3 ضروری است، زیرا به طور میانگین تنها 77 درصد کربن آلی خاک با این روش قابل بازیابی است. نکته‌ای که باید مورد توجه قرار گیرد این است که ضریب فوق بسته به نوع خاک و ماهیت ماده آلی تغییر می‌کند، در صورت امکان بسته به شرایط آزمایشگاه و نوع خاک می‌توان آنرا تعیین کرد.


6- نکات

- از آنجائیکه وجود کلر در خاک‌های شور مطابق با واکنش زیر باعث می‌شود که مقداری از دی‌کرومات پتاسیم صرف اکسید شدن کلر شود، بیش برآورد در مقدار کربن آلی را به دنبال دارد. لذا به منظور رفع مزاحمت کلر، به اسید سولفوریک مورد استفاده مقدار 15 گرم در لیتر Ag_2SO_4 اضافه می‌شود. بدین ترتیب تشکیل رسوب AgCl از مزاحمت کلر جلوگیری می‌کند.



- وجود آهن دو ظرفیتی (Fe^{2+}) یکی دیگر از عوامل مزاحم در تعیین میزان کربن آلی خاک می‌باشد. در صورت وجود آهن دو ظرفیتی مقداری از دی‌کرومات پتاسیم صرف اکسید شدن آهن فرو می‌شود. لازم به ذکر است که در اکثر خاک‌ها، مقادیر بالای آهن دو ظرفیتی گزارش نشده است. تنها در مواردی مانند خاک‌های گلی (gley) یا خاک‌هایی که از نظر زهکشی با مشکل مواجه هستند ممکن است آهن دو ظرفیتی در نمونه خاک وجود داشته باشد. مزاحمت آهن فرو در حالتی اتفاق می‌افتد که خاک به صورت مرطوب آنالیز گردد و با هوا خشک کردن نمونه، آهن فرو به آهن فریک اکسید شده و مشکل مزاحمت آهن فرو رفع خواهد شد.

- حضور اکسید منگنر (MnO_2) در خاک باعث اکسیداسیون ماده آلی می‌شود. در نتیجه کربن آلی خاک کم برآورد می‌گردد. اگر مقدار زیادی MnO_2 در خاک وجود داشته باشد، مرحله پیش تیمار با FeSO_4 برای حذف مزاحمت آن ضروری است.

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
5 از 5	صفحه		
اندازه‌گیری کربن آلی خاک			

7- منابع مورد استفاده

1. Walkley, A., 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 science 37, 29-38.
2. Nelson, D.W., and Sommer, L.E. 1982. Total carbon, organic carbon, and organic matter, P 539-579. In: A.L. Page (Ed.), Methods of Soil Analysis. 2nd Ed. ASA Monogr. 9 (2). Am. Soc. Agron. Madison, WI.
3. Ehyaei, M., A. Behbahanizadeh. 1993. Chemical methods of soil and analysis. Soil and Water Research Institute. (In Persian).