Republic of Iraq
Ministry of Agriculture
Directorate of Agriculture in Al-Najaf Al-Ashraf
Laboratory Assemble

جمهورية العراق
وزارة الزراعة
مديرية الزراعة في محافظة النجف الاشرف
مجمع المختبرات

دليل مختبري

Laboratory Guide

ترجمة وإعداد
سؤدد جواد عبد الله
رئيس كيميائيين اقدم

المقدمة :-

للكيمياء دور أساسي في مجالات الأسمدة والأعلاف والمبيدات وتنقية مياه الري والحفاظ على علاقات متوازنة بين الإنتاج الزراعي والبيئة والصناعات الغذائية والكيمياء الحيوية الزراعية وعلم البكتريا ، وغيرها.
يعدّ الأستاذ الجامعي يوستوس فون ليبيغ Justus von Liebig مؤسس علم الكيمياء الزراعية ، فقد كان أول من قام بدراسة حاجة المحاصيل الزراعية إلى التسميد بعناصر النتروجين والفسفور والبوتاسيوم لرفع الإنتاجية الزراعية وطرح فكرة التنظيم الواعي لدورة المواد في الزراعة.
والكيمياء الزراعية Agricultural Chemistry فرع من علوم الزراعة التي تشتمل على أساليب لتخصيب التربة وتغذية النبات ووقاية المزروعات لتحسين نوعياتها وزيادة إنتاجها بتكاليف اقتصادية مناسبة. ويدرس تأثير التفاعلات الكيمياوية في المنتجات الزراعية النباتية والحيوانية والعلفية. ويهتم بالتركيب الكيمياوي وتغيراته في المنتجات الزراعية بهدف استبعاد الملوثات الخارجية مثل المبيدات، وحماية البيئة الزراعية، ومراقبة جودة مياه الري والحصول على غذاء جيد، وتسهم في تطوير علم التقنيات الحيوية الزراعية. ويساعد أيضاً على استخدام الموارد الطبيعية الزراعية ومخلفاتها المفيدة في التصنيع الزراعي الكيمياوي والدوائي.

حيث ساعدت الكيمياء الزراعية على تطوير قطاع الإنتاج الزراعي ، ولاسيما في دراسات الخصوبة وتحسين الأصناف والسلالات النباتية والعروق الحيوانية، والاقتصاد في تكاليف الإنتاج ، ورفع الإنتاجية الزراعية كماً ونوعاً، واستصلاح التربة كيمياوياً لتحسين خواصها . فمثلا إن استخدام غاز الإيثيلين النقي يسرّع نمو النباتات وإزهارها. كما أمكن الحصول على سلالات بكترية تفكك العناصر الكيمياوية الغذائية المثبتة بالتربة وتجعلها قابلة للإفادة من قبل النبات، وأخرى تثبت النتروجين الجوي مما يساعد على الحد من استخدام الأسمدة النتروجينية الكيمياوية والتخلص من ملوحة التربة. وكان لتدوير (إعادة تصنيع Recycling) المخلفات الزراعية وإعادة استخدامها بالأساليب الحقلية الحديثة أن أُدخلت أراض جديدة شاسعة إلى الإنتاج الزراعي.

يهتم الكيميائي الزراعي باختبارات خصوبة التربة وحاجتها من السماد ، فمثلاً، وُجد أنّ نقص عنصر الحديد في التربة يؤدي إلى اصفرار الأوراق الخضراء بسبب نقص كمية اليخضور فيها ، فاستعملت الشلات لمعالجتها ، وهي مركبات عضوية معدنية معقدة تتكون من جزيئات تحوي أكثر من زوج إلكتروني حر يمكن أن ترتبط بروابط عدة مشتركة وتساندية مع الحديد وتسمى لواقط أو مخالب، ومثل هذه المعقدات المنحلة في الماء يمكن أن تُمتص من قبل الأوراق. كما يمكن للمواد الهيومية في التربة أن تكوّن مع الحديد أو الألمنيوم شلات طبيعية تفيد النبات.

ويهتم الكيميائي الزراعي أيضاً بدراسة حماية البيئة وكيفية تدوير المخلفات النباتية والحيوانية ، والحد من تلوث المحيطات وتدهور الغابات وطرائق عدم الإضرار بطبقة الأوزون المفيدة الناجم عن تصاعد غاز ثاني أكسيد الكربون .
وتجدر الإشارة إلى أن غالبية تفاعلات الكيمياء الحيوية الزراعية تحدث في المحاليل المائية في الخلايا النباتية والحيوانية مما يحتّم الاهتمام بتفهم المبادئ الأساسية للمحاليل المائية وحركيتها وعمليات الاستقلابين النباتي والحيواني فيها.

كما ووفرت التقنيات الكيمياوية الحديثة إمكانات عدة للاستفادة من الموارد الطبيعية والمخلفات الزراعية موادّ خاماً يعاد تدويرها في الصناعات الكيمياوية المختلفة، مما يستوجب استعمال الموارد الطبيعية بحكمة وتنظيم واعتدال وذلك للمحافظة على البيئة، ومنع تلوث الأنهار بأسمدة النترات والمنظفات، والمحيطات بفضلات المواد المشعة التي تؤدي إلى القضاء على الثروة السمكية. كما يجب التقيد بقوانين حماية البيئة وأنظمة الصيد والمياه، وعدم استعمال الفوسفات إلا بكميات ضرورية، واستخدام التقنيات الجديدة لمحطات تنقية المياه للإقلال من استعمال الأسمدة الكيمياوية الصناعية والمبيدات والتركيز على السماد العضوي والمكافحة الحيوية .

يكون التركيز المحوري لهذا الدليل بشكل أساسي على تقديم منهجية سهلة الاستخدام لتحاليل التربة , النبات والمياه ومعالجتها لذلك يعتبر الحصول على عينة ممثلة للتربة من الحقل من الخطوات المهمة جداً للحصول على تحليل مجدي للتربة .
وتكون هذه المنهجية اقل سهولة بالنسبة لتحليل النبات التي يتخللها تقدير العناصر الغذائية في أجزاء النبات وفقاً لمراحل نموه وكذلك تبعاً لنوع المحصول . إن تركيز العناصر المغذية في النبات ربما يكون قليل بحيث يمنع النبات من الوصول إلى النمو الأمثل وبعكس هذه الحالة يمكن إن يكون تركيز مغذيات أخرى أكثر من حاجة النبات الفعلية وقد تكون بدرجة سامة للنبات .
نتيجة لسنوات عديدة من البحث والدراسة وخاصة في مجال الخصوبة وتغذية النبات أنتجت طرق متعددة وجديرة بالثقة من حيث تحديد الأجزاء الواجب أخذها للتحليل ولأغلب المحاصيل الزراعية وخاصة التجارية منها .

ويعتبر تحليل المياه من ابسط طرق العمل في أي مختبر تحليل تربة – نبات من اجل معرفة تركيب المواد الصلبة الذائبة فيه كما انه بسيط نظراً لعدم الحاجة لإذابة الايونات أو المعادن الداخلة فيه أو استخلاصها وتؤخذ القياسات بشكل مباشر .
لقد تضمن هذا الدليل شرحاً لأنواع المواد العلفية ومواصفاتها وطرق قياس القيمة الغذائية لها والعوامل المؤثرة على هذه القيم . كما تضمن شرحاً عاماً للأعلاف ومواصفات أهم المواد العلفية المعروفة في القطر العراقي .
إن معرفة التركيب الكيمياوي للمواد العلفية تعتبر من الأمور المهمة في تغذية الحيوان . لأنها إحدى وسائل تقييم المواد العلفية وذلك بهدف معرفة محتويات المادة من المركبات والعناصر الغذائية المختلفة . كما إن معرفة القيمة الغذائية للمادة العلفية من الأمور الضرورية في موازنة علائق الحيوانات.إذ يجب لهذه الموازنة معرفة كمية المركبات أو العناصر الغذائية التي تجهزها تلك المادة العلفية المقدمة للحيوان , وبمعرفة تلك القيم الغذائية للمواد العلفية المختلفة نستطيع عندئذ إعداد برنامج تغذوي مناسب للحيوانات وحسب طبيعة كل برنامج (تسمين , حليب , صوف ..... الخ) لفترات معينة عادة ما تكون سنوية . ولمعرفة التركيب الكيمياوي لأية مادة علفية يتطلب إجراء التحليل الكيمياوي لتلك المادة بحيث يمكن بواسطته معرفة القيمة الغذائية للمادة العلفية إذ يتم في هذا المختبر فحص عينات مواد العلف وخلطات الأعلاف المحضرة ووضع برامج علمية محددة الأهداف لرفع كفاءة الإنتاج الحيواني والحصول على منتج غذائي امن .

وفي الختام أود إن أقدم جزيل الشكر إلى مديرية الزراعة في محافظة النجف الاشرف على الدعم المتواصل وإتاحة الفرصة لانجاز هذا العمل عسى إن يكون ملبياً لاحتياجات وحدة المختبرات من حيث العمل والكفاءة .

سؤدد جواد عبد الله سلطان
رئيس كيميائيين اقدم
ماجستير علوم كيمياء
مجمع المختبرات /مديرية الزراعة في
محافظة النجف الاشرف

المحتويات

اسم الموضوع	الصفحة
مختبر التربة والمياه	1
التحاليل الكيميائية والفيزيائية للتربة والنبات والمياه	1
جمع وتهيئة نماذج التربة .	1
1- مرحلة اخذ العينات (النمذجة) Sampling	1
2- وقت اخذ العينات	3
3- عمق العينات	3
4- أدوات اخذ العينات	3
5- المعالجة الحقلية (Field Processing)	3
6- تهيئة النماذج (Samples Preparing)	3
7- إجراءات المختبر Laboratory Processing	4
العجينة المشبعة	4
التحليلات الخاصة بالتربة	5
1- قياس ملوحة التربة EC .	5
2- قياس درجة حموضة التربة PH .	7
3- التوزيع الحجمي لمكونات التربة (التحليل الميكانيكي)، او النسجة (Texture).	8
4- تقدير كاربونات الكالسيوم $CaCO_3$ (اللايم) .	11
5- تعيين العناصر الغذائية الرئيسية N , P , K (النتروجين , الفسفور , البوتاسيوم) .	13
أ- النايتروجين N	13
تقدير النايتروجين بطريقة الكلدال Kjeldahl	14
تقدير النتروجين الكلي (Total Nitrogen) في التربة والنبات :	18
تقدير النتروجين المعدني (غير العضوي) في التربة(Nitrogen Inorganic Form)	21
تقدير النتروجين النتراتي NO_3-N بطريقة حامض الكروموتروبيك	23
ب – الفسفور P	25
تقدير الفسفور باستخدام جهاز المطياف الضوئي Spectrophotometer	25
- الفسفور القابل للاستخلاص	27
- الفسفور الكلي	29
ج- البوتاسيوم K	30
- البوتاسيوم K القابل للاستخلاص (Extractable – K)	31
- البوتاسيوم الذائب	32
- البوتاسيوم المتبادل	33
- تقدير الصوديوم Na	33
- تقدير الكبريتات SO4-S	34
1- طريقة العكارة	34
2- طريقة الترسيب	36
تقدير كبريتات الكالسيوم المائية (CaSO4.2H2O) أو مادة (الجبس)	37
تقدير الكلوريد Cl.	39
تقدير البورون B .	40
أ- طريقة الماء الساخن :	40
ب- طريقة حامض الهيدروكلوريك المخفف	41
التحليلات الخاصة بالنبات .	42
اخذ عينات النبات .	42
المعالجة المختبرية .	43
تقدير النتروجين .	45
تقدير النتروجين بطريقة كلداهل kjeldahl	45
النتروجين النتراتي	47
النتروجين الكلي	48
تقدير الفسفور .	50
التحليلات الخاصة بالمياه .	51
طرق تحليل مياه الري Methods of Analysis of Irrigation Water :	51

1- جمع نماذج المياه Collection of Irrigtion Water Samples :	51
2- تهيئة النماذج Records , Reports , and Expression of Results :	52
التحليلات الكيميائية للمياه Water Analysis Procedures :	52
قياس الملوحة (EC) Electrical Conductivity :	52
ملوحة مياه الري	53
تحديد جودة مياه الري .	55
المبادئ الأساسية لتربية الأسماك في الأحواض وإدارتها .	55
تقويم نتائج التحليل Evaluation of Analytical Data :	56
الدقة والصحة لنتائج التجارب Precision and Accuracy For Experimental Data	57
تحديد وتصحيح الخطأ المحدد Detection and Correction of Determinate Error	58
الأخطاء الكلية Cross Mistakes :	58
مختبر الإنتاج الحيواني	61
المواد العلفية – تصنيفها ومواصفاتها :	61
المواد العلفية المركزة	61
المواد العلفية الخشنة	64
الصفات المرغوبة في الأعلاف :	65
العوامل المؤثرة على قيمة المواد الغذائية .	66
طريقة اخذ العينات .	68
حفظ العينات Preseving Samples	69
استلام العينات .	69
التحليلات الخاصة بمختبر الإنتاج الحيواني :	70
تقدير المادة الجافة (فحص الرطوبة) Dry Matter determination .	70
تقدير الرماد Ash determination .	71
قياس نسبة الكالسيوم Ca .	72
تقدير الفسفور بالطريقة الطيفية أو اللونية .	73
تقدير محتوى النتروجين وحساب محتوى البروتين الخام بطريقة كلدال .	77
قياس اليوريا .	81
المصادر	82

دليل مختبري Laboratory Guide
مختبر التربة والمياه
التحاليل الكيميائية والفيزيائية للتربة والنبات والمياه

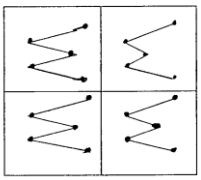
جمع وتهيئة نماذج التربة :
1- مرحلة اخذ العينات (النمذجة) Sampling :

قبل البدء بأخذ نماذج التربة يجب معرفة الهدف من اخذ هذه النماذج , هل هو مسح عام لعمل خرائط المسح والتصنيف للترب أم لمعرفة ما تحتويه هذه النماذج من عناصر غذائية أو لتقدير النسجة أو لمعرفة ملوحتها .... الخ .
حيث يتوجب على الخطة الجيدة لأخذ العينات تأمين قياس لمعدل مستوى خصوبة الحقل وقياس مدى تنوعه . إذا كانت العينة غير ممثلة للحقل أو تم أخذها بشكل خاطئ , فان نتيجة البيانات التحليلية تصبح عديمة الجدوى أو في أحسن الأحوال صعبة التفسير . إن ارتكاب الخطأ في اخذ العينات حقلياً عموماً ما يكون أكثر جسامة من الخطأ الناجم عن التحليل الكيميائي , لذلك يعتبر الحصول على عينة ممثلة للتربة من الحقل من الخطوات المهمة جداً للحصول على تحليل مجدي للتربة .
يجب إن تتألف عينة التربة المركبة Composed Samples من عينات فرعية Sub-Samples عديدة ممثلة منطقة أو حقلاً متجانسين حيث يمكن إن تستخدم النقاط التالية كخطوط إرشادية :
1- اخذ العينات المركبة :

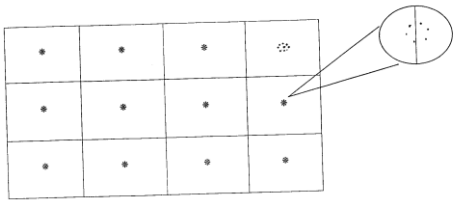
- تؤخذ في ايكاردا , ثماني نماذج فرعية لكل هكتار (10000 م^2) بنموذج قطري diagonal pattern للحصول على عينة مركبة واحدة .
- يمكن إن تحوي بعض المخططات بين(5-25) حفرة أو نموذج فرعي في كل عينة مركبة مع وحدة عينات تتفاوت من 2-8 هكتار .
- هنالك حاجة اقل إلى نماذج فرعية في مناطق يكون استخدام الأسمدة فيها محدوداً أو غائباً بشكل كامل . وغالباً ما تمتد مناطق اخذ العينات عبر نموذج متعرج zig-zag pattern لتأمين توزع متماثل لمواقع اخذ العينات كما موضح في أدناه .
- بصورة عامة نحتاج إلى نماذج فرعية أكثر في حالة وجود تباين الخصوبة نتيجة نثر السماد يدوياً أو مع إضافة المخلفات العضوية (نباتية أو حيوانية) أو مع كليهما معاً وفي الواقع يطرح تسطير السماد مشاكل خطيرة تتعلق بأخذ عينات معتمد عليها .
- يجب إن يكون عدد العينات الفرعية التي يأخذها المزارعون واقعياً مع الأخذ بعين الاعتبار الوضع الخاص للحقل .

بعض الإشكال المعتمدة لأخذ نماذج التربة Sampling Pattern:

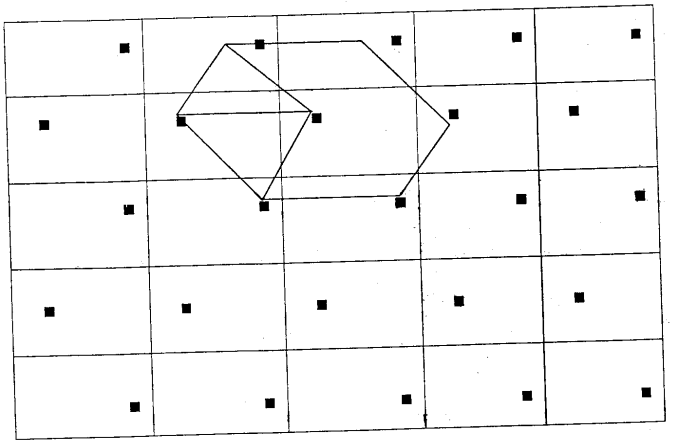
1- Zig – Zag :
هنا يقسم الحقل إلى مساحات بحدود 2.5 – 5.0 ايكر (acre) وتؤخذ خمسة نماذج Sub – Sample ومن ثم تجمع في نموذج واحد .

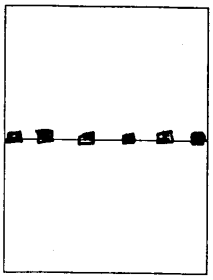


2- Grid Pattern :
يقسم الحقل إلى مساحات متساوية ويؤخذ بحدود 5-8 نماذج من كل مساحة على شكل دائرة لتكون بعد النماذج المحيطة بالمركز بحدود 3 متر .

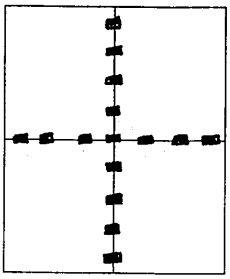


: Stratified Systematic Sampling -3
. (Ttiangle , Diamond , or Hexagon)

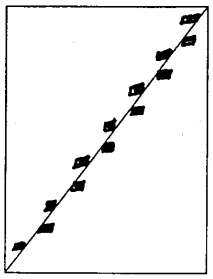




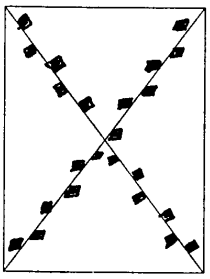
Cross- strip in
Uniform field



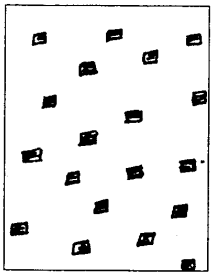
Two- way cross strip
in Uniform field



Diagonal in
Uniform field



Two- way, Diagonal
in Uniform field



Ideal way of field
Sampling
(Random method)

بعض الطرق لكيفية اخذ نماذج التربة

2- وقت اخذ العينات :

- يمكن اخذ العينات في أي وقت تسمح فيه ظروف التربة , إلا انه يجب تجنب اخذ العينات بعد التسميد أو إضافة المحسنات مباشرة .
- سيساعد اخذ العينات خلال فترة نمو المحصول في معرفة وضع العناصر الغذائية في التربة والتي تقوم النباتات بسحبها .
- ينصح بأخذ العينات في الخريف (قبل الزراعة) إذا كان التسميد مقرراً عند الزراعة .
- تجنب اخذ النماذج في منتصف الصيف خصوصاً في الترب الرملية حيث إن الجفاف والرطوبة عاملان مهمان لحركة الأملاح صعوداً ونزولاً .
- تجنب اخذ النماذج للترب في وقت متأخر من الشتاء للترب ثقيلة النسجة .
- من المهم اخذ العينات في نفس الموعد من كل عام وذلك لمقارنة نتائج التحاليل في فترات زمنية منتظمة إن كان هناك نية لمقارنة النتائج للتحليل مع بعضها للسنة اللاحقة .

3- عمق العينات :

- تؤخذ عينات التربة بالنسبة لمعظم الإغراض حتى عمق (20-25) سم وهو عمق المجموعة الجذرية لأغلب النباتات , حيث أظهرت البحوث إن الفسفور والنتروجين النتراتي , ووجود العناصر الغذائية الصغرى في عينات كهذه مرتبط بنمو النبات وامتصاص العناصر الغذائية.
- يفضل اخذ العينات في بعض الحالات , ولاسيما في المناطق المروية (Irrigated areas) يكون العمق بحدود (60-100) سم وخاصة لمراقبة عملية غسل النترات (NO_3-N) وكذلك لدراسات الملوحة .
- كما يجب اخذ عينات أيضا من عمق مماثل في حالة دراسة سمية البورون .

4- أدوات اخذ العينات :

- يجب إن تحقق أدوات اخذ العينات مطلبين هامين : أولهما اخذ شريحة متجانسة من السطح وحتى العمق الذي تصله الأداة , وثانيهما , الحصول على نفس الحجم من التربة في كل نموذج فرعي .
- يلبي المسبار augers (الاوكر) عموماً هذين المطلبين وهو عبارة عن حفار معدني مقسم إلى تدريجات يستخدم للحصول على نماذج الترب في الأعماق المختلفة . وفي المناطق حيث يكون سطح التربة جافاً , أي في فصل الصيف يمكن اخذ عينة من سطح التربة بواسطة حلقة معدنية metal ring وذلك بوضع الحلقة داخل التربة لان اخذ عينة من سطح التربة بواسطة المسبار يعد مسالة أشبه بالمستحيل .
- يجب اخذ عينات التربة لإجراء تحليل العناصر الغذائية الصغرى باستخدام مسبار من الفولاذ الذي لا يصدأ (Stainless steel) , أو على الأقل باستخدام مسبار مكلفن Un galvanized (لأنه مطلي بمادة أكسيد الزنك وهذا يؤدي إلى تلوث النماذج بالزنك) .
- يستخدم الباحثون عموماً المسبار لأخذ عينات من الحقل . ويمكن للمزارعين أو لموظفي الإرشاد الزراعي استخدام المجاريف shovels أو المقاحف trowels لتحقيق نفس النتيجة.

5- المعالجة الحقلية (Field Processing) :

- يجب وضع عينات التربة في أكياس بلاستيكية (بولي اثلين) وتثبت عليها كافة المعلومات المتوفرة عن النموذج وموقعه :

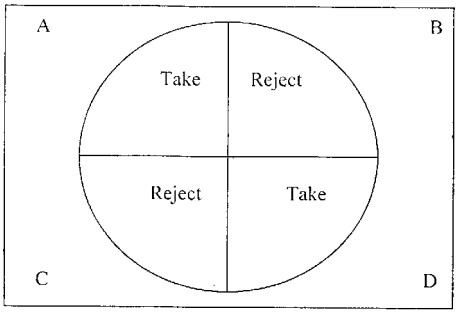
1- تاريخ اخذ النموذج .
2- موقع النموذج .
3- النقاط الدالة .
4- القائم بالعمل .

- يمكن نقل عينات التربة في صناديق من الورق المقوى أو في أكياس .

6- تهيئة النماذج (Samples Preparing) :

تؤخذ النماذج الفرعية Sub – Samples المحددة لكل منطقة وتخلط مع بعضها البعض بشكل جيد جداً بعد إن تكون جففت هوائياً Air Dry (أو بالفرن (مضغوط الهواء) عند درجة حرارة 30 م °) على ورقة ناعمة نظيفة أو لوح زجاجي , بعد ذلك تقسم إلى أربعة أقسام يؤخذ منها قسمان وبهمل القسمان الآخران وهذه العملية تسمى (Quartering)

ما تبقى من النموذج يكون بحدود (0.5-1.0) كغم يطحن كامل النموذج بعد إزالة بقايا المواد العضوية الظاهرة وكذلك الحصى والمواد الغريبة الأخرى بشكل جيد بواسطة طاحونة كهربائية استناليس استيل أو بلاستيك صلب جداً أو بواسطة مطرقة أو رولة خشبية ثم يمرر من منخل قطر فتحاته 2 ملم (وهناك بعض التحاليل تتطلب استخدام مناخل قياس فتحاتها اقل من 1 ملم مثلاً تحليل محتوى التربة من المادة العضوية يتطلب إمرار الترب من خلال منخل قطر فتحاته 0.5 ملم) . تجمع التربة المنخولة وتحفظ في حاويات (قوارير) بلاستيكية أو أكياس بولي اثلين ويثبت عليها كافة المعلومات المتوفرة عن النموذج ويرسل إلى المختبر لإجراء التحاليل المطلوبة .



7- إجراءات المختبر Laboratory Processing :

1- تسجيل جميع المعلومات عن كل نموذج (Compost) وإعطاءه رقماً مختبرياً خاصاً به وفقاً لمخطط اخذ النماذج المتوفر مع النماذج وتشمل المعلومات مايلي :
   - المنطقة / اقرب نقطة دالة / اسم صاحب الحقل .
   - التاريخ .
   - عمق النموذج المأخوذ .
   - الملاحظات العامة عن الحقل كالنبات الطبيعي والدورة الزراعية المستخدمة .
   - اسم الفني الذي اخذ النموذج .
2- عند البدء بإجراء التحاليل تؤخذ الأوزان الخاصة المطلوبة لكل تحليل بواسطة سباجولا Spatula أو ملعقة Stainless steel spoon على ورق وزن خاص ناعم وبواسطة موازيين خاصة حساسة ذات مراتب من 2-4 مرتبة بعد الفارزة وحسب نوع التحليل المطلوب .

العجينة المشبعة :

يعد استخدام مستخلص من عجينة مشبعة على قدر كبير من الفائدة لوصف الترب المالحة لأنه يكشف عن الأملاح التي تؤثر في نمو النبات . كما يمكن الحصول بهذه الطريقة على الكاتيونات والانيونات الذائبة وتقدير قياسات مهمة أخرى كنسبة الصوديوم المدمص (Sodium Adsorption Ratio (SAR .
إن الكاتيونات التي تحلل في مستخلص العجينة المشبعة هي Ca^{++} , Mg^{++} , K^{+} , Na^{+} إما الانيونات فهي , HCO_3^{-} , Cl^{-} SO_4^{--} , CO_3^{--} . وغالباً ما يقاس البورون في المستخلصات المشبعة عند توقع السمية .

الأجهزة:

جفنات من البورسلين .
المبسط (سباتولا) Spatula أو ملاعق لمزج التربة mixing spoons .
جهاز تفريغ .Vacuum Filtration System

طريقة العمل:

1- زن 300-200 غم تربة جافة هوائياً (اقل من 2 ملم) في جفنة من البورسلين .
2- أضف ببطء الماء المقطر وامزج بالمبسط (Spatula) حتى يبدأ سطح العجينة بالمعان وتصبح قابلة للسيلان قليلاً إذا مال الوعاء المحتوي عليها كما يجب إن يمرر المبسط بالعجينة دون إن يتلوث وإلا يتجمع على سطح العجينة أي ماء حر.
3- اترك العجينة المحضرة لمدة ساعة ثم اعد فحص معايير التشبع السابقة وذلك بإضافة مزيد من الماء أو التربة حسب الحاجة .
4- اترك العجينة لمدة 6-16 ساعة ومن ثم رشح بواسطة جهاز التفريغ مستخدماً قمع بوخنر buchner funnel مركب على دورق ذي فتحة جانبية بعد وضع ورقة ترشيح whatman No.42 .
5- اجمع الراشح في قارورة صغيرة وأحفظها من اجل القياسات اللاحقة وإذا كان الراشح عكراً اعد الترشيح .

التحليلات الخاصة بالتربة هي :

1- قياس ملوحة التربة (EC) :

ترجع ملوحة التربة إلى تركيز الأملاح اللاعضوية الذائبة في التربة . وتقاس الملوحة عادة باستخلاص عينة تربة مع الماء (النسبة 1:1 أو 1:5 تربة : الماء , وزن / حجم) أو في مستخلص عجينة مشبعة . حيث إن نسبة 1:1 (تربة : الماء) أكثر ملائمة عندما تكون عينة التربة محدودة وتقاس مثل هذه المستخلصات خلال وقت قصير .
تعتبر الملوحة احد القياسات المختبرية المهمة على اعتبار أنها تعكس مدى ملائمة التربة لزراعة المحاصيل فعلى أساس مستخلص مشبع تعتبر قيم 2-0 ds/m مناسبة لكل المحاصيل علماً إن خلال المحاصيل الحساسة تتأثر عندما تكون القيم بين 4-2 ds/m بينما لا تنمو فوق هذا المستوى سوى المحاصيل المقاومة للملوحة .

الأجهزة :

مضخة تفريغ هوائية Vacuum filtration system.
جهاز قياس الناقلية الكهربائية مع القطب conductivity bridge .

طريقة العمل :

1- حضر معلقاً بنسبة 1:1 (التربة : الماء) .
2- رشح المعلق باستخدام مضخة التفريغ الهوائية , الإجراءات :
اولاً : ضع ورقة ترشيح مستديرة whatman No.42 في قمع بوخنر Buchner funnel .
ثانياً : رطب ورقة الترشيح بالماء المقطر وتأكد أنها ملتصقة بقاعدة القمع على نحو يغطي جميع الثقوب .
3- شغل مضخة التفريغ الهوائية .
4- افتح صنبور المضخة ثم أضف المعلق إلى قمع بوخنر .
5- استمر بالترشيح حتى تبدأ التربة الموجودة في القمع بالتشقق . في حالة كان الراشح عكراً أعد الترشيح ثانية.
6- نضع الراشح في دورق سعته 50 مل ثم اغمس خلية الناقلية conductivity cell في المحلول ونسجل النتيجة الظاهرة في الجهاز .
7- نتخلص من الراشح ثم نغسل القطب أو الخلية جيداً بالماء المقطر .

مع ملاحظة الوحدات كما يلي :

تركيز الأملاح		التركيز
ديسيسمنس	ds	(ملليغرام من المذاب في اللتر) mg / L
ملليسيمنس	ms	(مللي مكافئ من المذاب في اللتر) meq / L
ميكروسيمنس	µg	

حيث إن :

$$ms/cm = ds/m = S/m \times 10$$
$$ms/cm \times 0.1 = S/m$$

معايرة قطب جهاز EC :

المحاليل :

محلول كلوريد البوتاسيوم (KCL) القياسي 0.010 N و 0.100 N :

- يجفف KCL طوال الليل في فرن درجة حرارته 110 م° .
- لتحضير محلول 0.010 N (الذي يعطي قراءة = 1.412 ds/m عند درجة حرارة 25 م°) هذا المحلول يتكون من إذابة 0.7456 g من KCL في الماء المقطر ويكمل الحجم إلى 1 لتر عند درجة حرارة 25 م° (يمكن وضع المحلول المحضر في حمام مائي بدرجة 25 م°) .
- لتحضير محلول 0.100 N (يعطي قراءة = 12.900 ds/m عند درجة حرارة 25 م°) هذا المحلول يتكون من إذابة 7.4560 g من KCL في الماء المقطر ويكمل الحجم إلى 1 لتر عند درجة حرارة 25 م° .

طريقة العمل :

- اغمر القطب بمحلول KCL القياسي (بعمق ≈ 2.5 cm) .
- عدل جهاز التوصيلية EC لقراءة التوصيلية القياسية واسمح للقراءة بالثبات ثم اقرأ وسجل قياس EC .
- اغسل بالماء المقطر واغمر القطب بمستخلص التربة أو عينة الماء (النموذج) واقرأ التوصيلية مع تصحيح درجة الحرارة عند 25 م° مباشرة من الشاشة الرقمية .

جدول بالحدود النسبية لمقاومة المحاصيل للملوحة :

المحصول	Ece[1] – ds/m-	المحصول	Ece[1] –ds/m-
محاصيل علفية			
حشيشة السودان Sorghum sudanense	14.4	حشيشة كارال Leptochloa fusca	22.0
فصة Medicago sativa	9.9	حشيشة برمودية Cynodon dacrylon	15.0
برسيم Trifolium alexndrium	10.3	دريس , الشعير Hordeum vuigare	13.5
لوبياء Vigna unguiculata	7.0	خردل Brassia campestris Glauca group	14.0
محاصيل حقلية			
سيسبان شوكي Sesbania aculeata	9.0	حب الشعير Hordeeum vulgare	18.0
قصب السكر Saccharum officnarum	10.0	شوندر سكري Bwta vuigaris	15.0
ارز غير مقشور Oryza sativa	8.0	قطن Gossypium hirsutum	16.0
ذرة Zea mays	6.0	عصفر Carthamus tinctorius	12.0
كتان	6.5	عباد الشمس Heliamhus annus	14.0
لوبياء	9.1	قمح	13.0
الفول السوداني	4.9	ذرة	10.0
		فول الصويا	8.0
محاصيل نباتية			
خس	5.0	شوندر سكري	9.6
فلفل احمر	5.0	سبانخ	8.0
بصل	4.0	طماطم (بندورة)	8.0
جزر	4.5	ملفوف	7.0
فاصوليا خضراء أو فرنسية	3.5	قرنبيط	6.0
فجل	5.0	بطاطا	6.0
خيار	6.3	ذرة حلوة	6.0
لفت	6.5	بطاطا حلوة	6.0
محاصيل ثمرية			
زيتون	8.4	بلح	18.0
ليمون	4.8	عنب	6.7
تفاح	4.8	جريب فروت(كريفون)	4.9
اجاص	4.8	برتقال	4.8
فريز	2.5	دراق	4.1
رمان	8.4	مشمش	3.7
جوز	4.8	خوخ , خوخ مجفف	4.3
		لوز	4.1

ECe^1 ما يعادل أو ما يسبب 50 % انخفاض في إنتاج المحصول .

المصدر : California Fertilizer Association (1980) . Ayers and Westcot (1985)

2- قياس درجة حموضة التربة (PH):

تتراوح قيم PH التربة الموجودة بشكل طبيعي بين 3-9 . ويمكن تصنيفها إلى :
شديدة الحموضة (PH اقل من 5.0) , معتدلة إلى قليلة الحموضة (6.5-5.0) , حيادية (7.5-6.5) , متعادلة القلوية -8.5 (7.5) , وشديدة القلوية (PH اكبر من 8.5) .
تكمن أهمية درجة PH التربة في تأثيرها على وفرة العناصر الغذائية في التربة , قابلية ذوبان العناصر الغذائية السامة في التربة . والانحلال الطبيعي لخلايا الجذور , والسعة التبادلية للكاتيونات في الترب التي تتوقف PH على موادها الغروية (الطين / الدبال) colloids (clay / humus) , والنشاط البيولوجي . وعند القيم العالية لدرجة PH تميل كميات الفسفور ومعظم العناصر الغذائية الصغرى إلى التناقص باستثناء البورون (B) والموليبدنوم (Mo) .
ترب المناطق الأكثر جفافاً تكون عموماً قلوية إي تتجاوز قيمة PH = 7 نتيجة وجود كاربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) حيث يلاحظ فوران واضح عندما نضيف إلى التربة قطرات من حامض الهيدروكلوريك % 10 . وتكون قيم PH التربة أدنى بقليل من (8.5-8.0) في الترب الكلسية المحتوية على الجبس , وترتفع إلى أكثر من 8.5 في الترب التي تحتوي على كمية زائدة من الصوديوم (الترب الصودية) .
لذلك يعتبر قياس PH التربة من أكثر القياسات شيوعاً في مختبرات التربة فهو يعكس فيما إذا كانت التربة حامضية , حيادية , قاعدية أو قلوية .

الأجهزة :

جهاز PH مع القطب المشترك PH meter with combined electrode.
محرك زجاجي glass rod .
كأس بيكر زجاجي glass beaker .

المحاليل :

1- الماء المقطر .
2- محلول قياسي منظم PH 7.0
3- محلول قياسي منظم PH 4.0

طريقة العمل :

1- وزن 50 غم تربة جافة هوائياً (اقل من 2 ملم) في كأس زجاجي سعة 100 مل .
2- أضف 50 مل من الماء المقطر مستخدماً اسطوانة مدرجة أو دورق حجمي سعة 50 مل .
3- امزج جيداً مستخدماً قضيباً زجاجياً ثم اترك المعلق لمدة 30 دقيقة .
4- رج المعلق كل 10 دقائق إثناء هذه الفترة .
5- ضع القطب المشترك combined electrode في المعلق (بعمق حوالي 3 سم) خذ القراءة بعد 30 ثانية .
6- اخرج القطب المشترك من المعلق , واغسله جيداً بالماء المقطر في كأس أخر وبعناية نشف الماء الزائد بمنديل ورقي ناعم (لأجل الخزن) .

ملاحظة :

1- تأكد إن القطب المشترك يحتوي على محلول من KCL المشبع وكمية من KCL الخام .
2- اضبط جهاز PH مستخدماً على الأقل محلولين قياسيين منظمين مختلفي القيم , عادة 4.0 و7.0 :
أ- قس درجة حرارة المحلول , عدل مؤشر درجة الحرارة temperature knob .
ب- اغمس القطب المشترك في المحلول القياسي المنظم PH 7.0 ثم قارن مع القيمة الفعلية عند درجة الحرارة المقاسة , عدل مؤشر المحلول القياسي المنظم buffer knob .
ت- اغمس القطب المشترك في المحلول القياسي المنظم PH 4.0 , عدل مؤشر المحلول القياسي للحساسية sensitivity knob كرر الخطوات السابقة حتى يعطي كلا المحلولين قراءات صحيحة .
3- في ايكاردا , يتم قياس درجة PH التربة في معلق 1:1 (تربة : ماء) ولغايات معينة يمكن قياس PH في عجينة مشبعة من التربة أو في معلقات مخففة بشكل اكبر . في بعض المختبرات , يمكن قياس PH في معلقات تربة و 1N KCL أو 0.01 M $CaCL_2$. تتجلى الميزة الرئيسية لقياس PH تربة في محلول ملحي في محاولة للتخلص من التأثيرات السلبية الناجمة عن المعلق والمحتويات المتباينة من الملح مثل بقايا الأسمدة .
4- يمكن حفظ عينات التربة الجافة هوائياً في أوعية مغلقة لعدة شهور دون إن يؤثر ذلك في قيم PH .
5- في حالة عدم استخدام جهاز PH والقطب المشترك لفترات طويلة , ينبغي الالتزام بالتعليمات المرفقة لجهاز الشركة الصانعة بصدد طريقة الحفظ .
6- إذا كانت العينات غنية بالمواد العضوية استخدم نسبة 2:1 أو 5:1 (تربة : ماء) .

جدول لمستويات PH التربة والظروف المقترنة بها :

PH التربة (Soil PH)	الظروف المقترنة(Associated Conditions)	الدلائل (Indications)
اقل من 5.5	نمو ضعيف للمحاصيل ناجم عن تدني CEC وسمية Al^{3-} الممكنة ومن المتوقع حدوث نقص في P	تعاني التربة من نقص في Ca أو Mg أو كليهما معاً ويجب إن يضاف لها الكلس .
6.5-5.5	مرضية بالنسبة لمعظم المحاصيل .	التربة خالية من الكلس ويجب مراقبتها عن كثب .
7.5-6.5	السعة التبادلية للتربة حوالي 100% من درجة التشبع القاعدي .	المدى المثالي لإنتاج المحاصيل .
8.4-7.5	هناك عادة ترشيح وتسرب على نحو ممتاز نظراً للمحتوى العالي من Ca في الترب الطينية . إن الفسفور والعناصر الغذائية الصغرى متوفران بشكل اقل .	تواجد الكلس الحر ($CaCO_3$) في التربة .
اكبر من 8.4	ظروف فيزيائية سيئة للغاية , ترشيح وتسرب مياه التربة بطيء . إمكانية تلف الجذور وانحلال المادة العضوية .	تشير بشكل ثابت تقريباً إلى تربة صودية .

المصدر : Hach Company . USA (1992)

3- التوزيع الحجمي لمكونات التربة (التحليل الميكانيكي) , أو النسجة (Texture):

تتباين حجوم حبيبات التربة الفردية في إي نوع من أنواع الترب تبايناً واسعاً .كما تتنوع إشكال التجمعات وحجوم الترب عند تجمع هذه الحبيبات معاً بوجود مواد لاصقة , وبالنسبة لتحديد حجوم الحبيبات الأولية تحلل حبيبات التربة التي يمكن إن تنحل بمنخل 2 ملم . وتحدد طرائق تحليل التربة بشكل عام النسبة المئوية لجزيئات الرمل (2.0-0.05) ملم , السلت (0.05 - 0.002) ملم , والطين (اصغر من 0.002) في التربة . التوزيع ألحجمي لمكونات التربة عامل مهم في تصنيف التربة ومعرفة ما تتضمنه التربة من الماء ونسبة التشبع بالهواء والعناصر الغذائية المتاحة للنبات .
ولان هذه الحبيبات الأولية عادة تتلاصق معاً بوجود مادة عضوية كان لابد من إزالة هذه المادة بمعاملة تلك الحبيبات بمحلول بيروكسيد الهيدروجين (H_2O_2) ومن ناحية ثانية إذا وجدت كميات كبيرة من كاربونات الكالسيوم $CaCO_3$, عندها لا يمكن تحديد النسب المئوية الفعلية للرمل , والسلت , والطين إلا بعد إزالة $CaCO_3$ من التربة . إن الطريقتين الشائعتين لتحليل التوزيع ألحجمي لمكونات التربة particle size analysis أو التحليل الميكانيكي mechanical analysis هما طريقة الهيدروميتر hydrometer (Bouyoucos. 1962 : Day. 1965 : FAO. 1974) أو طريقة الماصة – Pipette gravimetric method .تعتمد طريقة الهيدروميتر في قياس السلت والطين على تأثير حجم الحبيبة على سرعات سقوط الحبيبات المختلفة ضمن عمود الماء . نظرياً يفترض إن تكون الحبيبات كروية الشكل وذات كثافة نوعية تقدر 2.65 غرام / سم^3 فإذا كانت جميع العوامل الأخرى ثابتة عندها تتناسب سرعة ترسب حبيبات التربة الفردية طردياً مع مربع إنصاف أقطارها حسب قانون ستوكس (Stoke's Law) . وايضاً تعتبر سرعة سقوط حبيبات التربة الفردية مؤشراً على درجة حرارة السائل واللزوجة والكثافة النوعية للحبيبات المترسبة . إما من الناحية العملية , فيجب إن نعرف درجة حرارة السائل ومن ثم ندخل التصحيحات المناسبة . إذ تؤدي درجات الحرارة الأكثر ارتفاعاً إلى تخفيض اللزوجة نتيجة لتمدد السائل وترسيب أسرع للحبيبات المتساقطة .

الأجهزة :

خلاط لتفكيك التربة : خلاط كهربائي عالي السرعة مع كأس الخلاط .
هيدروميتر ذو مقياس بيوكس Boyoucose غرام / لتر (ASTM 152H) .

المحاليل :

1- المحلول المفرق :
أذب 40 غم من صوديوم ميتا فوسفات ($(NaPO_{13})$) و 10 غم من كاربونات الصوديوم $NaCO_3$ في الماء المقطر أكمل الحجم إلى لتر بإضافة الماء المقطر . إن هذا المحلول يفسد مع مرور الوقت لذا يجب إن لا يحفظ لأكثر من أسبوع أو أسبوعين .
2- الكحول الاميلي .

طريقة العمل :

1- زن 40 غم تربة جافة هوائياً (2 ملم) في كأس بيكر سعة 600 مل .
2- أضف 60 مل من المحلول المفرق.
3- غط الكأس بزجاجة ساعة watch glass واتركه طوال الليل .
4- انقل محتويات الكأس كلياً إلى كأس خلاط التربة وأملا حوالي ثلاثة أرباعه بالماء.
5- حرك المعلق بسرعة عالية باستخدام الخلاط الكهربائي ولمدة 3 دقائق أو رج المعلق طوال الليل في حالة عدم وجود خلاط كهربائي.
6- اغسل بلطف محرك الخلاط إلى الكأس واتركه لمدة دقيقة .
7- انقل المعلق كلياً إلى اسطوانة هيدروميترية hydrometer jar وأكمل الحجم المطلوب بإضافة الماء .

أ- تقدير الشاهد (Blank) :

- خفف 60 مل من المحلول المفرق إلى لتر في اسطوانة هيدروميترية بإضافة الماء .
- امزج المعلق جيداً ضع مقياس الهيدروميتر وخذ القراءة Rb .
- يجب اخذ قراءة الشاهد عند التغيرات في درجة الحرارة لأكثر من درجتين مئويتين ابتداً من 20 م° .

ب- تقدير السلت والطين :

- امزج المعلق في اسطوانة الهيدروميتر بعناية مستخدماً محرك خاص اسحب المحرك واغمس مباشرة مقياس الهيدروميتر .
- أزل أي رغوة عند الضرورة بإضافة نقطة من الكحول الاميلي وخذ قراءة الهيدروميتر بعد 40 ثانية وذلك بعد سحب المحرك ستعطي هذه القراءة Rsc .

الحسابات :

النسبة المئوية للسلت والطين :

% (الطين + السلت) (W/W) = (Rb -Rsc) x { 100 / التربة الجافة بالفرن (غم) }

- تقدير الطين:

امزج المعلق في اسطوانة الهيدروميتر بالمحرك اسحب المحرك وبعناية كبيرة دع المعلق يهدأ . بعد 4 ساعات ضع مقياس الهيدروميتر ثم خذ قراءة الهيدروميتر Rc .

النسبة المئوية للطين :

% الطين (W/W) = (Rb - Rc) x { 100/ التربة الجافة بالفرن (غم) }

النسبة المئوية للسلت :

% السلت (W/W) = { % الطين + السلت (W/W)) _ (% الطين (W/W) }

- **تقدير الرمل :**

- بعد اخذ القراءات المطلوبة للطين والسلت . اسكب المعلق عبر منخل 50 ميكروملليتر (µm).
- اغسل المنخل حتى يصبح الماء المار عبره نظيفاً.
- انقل الرمل بالكامل من المنخل إلى 50 مل كأس بيكر معروف الوزن .
- اترك الرمل يترسب في كأس البيكر , ثم اسكب الماء الزائد .
- جفف كأس البيكر مع الرمل طوال الليل عند درجة حرارة 105 م° .
- برد الكأس في المجفف ومن ثم اعد وزنه مع الرمل .

النسبة المئوية للرمل :

% رمل (W/W) = وزن الرمل x { 100 / التربة الجافة بالفرن (غم) }

حيث إن : وزن الرمل يحسب كالتالي :

وزن الرمل (غ) = { رمل + كأس بيكر (غ) } _ { كأس بيكر (غم) }

ملاحظات:

1- إذا أمكن وضع كل اسطوانات الهيدروميتر في حمام مائي بدرجة حرارة ثابتة 20 م° عندها ليس من الضروري تصحيح درجة الحرارة .
2- من اجل تصحيح درجة الحرارة استخدم القيمة 0.4 لكل درجة حرارة مختلفة عن 20 م° أضف أو اطرح هذا العامل إذا كانت درجة الحرارة أعلى أو أدنى من 20 م° على التوالي .
3- يجب إن يعبر عن جميع نتائج التحليل الميكانيكي على أساس تربة جافة بالفرن(24 ساعة على درجة حرارة 105 م°) .
4- في الطريقة المذكورة أعلاه لا يمكن إزالة الكاربونات والمادة العضوية من التربة .
5- لا يمكن تطبيق طريقة الهيدروميتر الموصوفة في هذا القسم على الترب التي تحتوي على جبس حر(الترب الجبسية)
6- يجب إن يكون مجموع السلت والطين بالإضافة إلى الرمل يساوي 100 % وان أي انحراف عن 100 يعد مؤشراً على عدم الدقة.

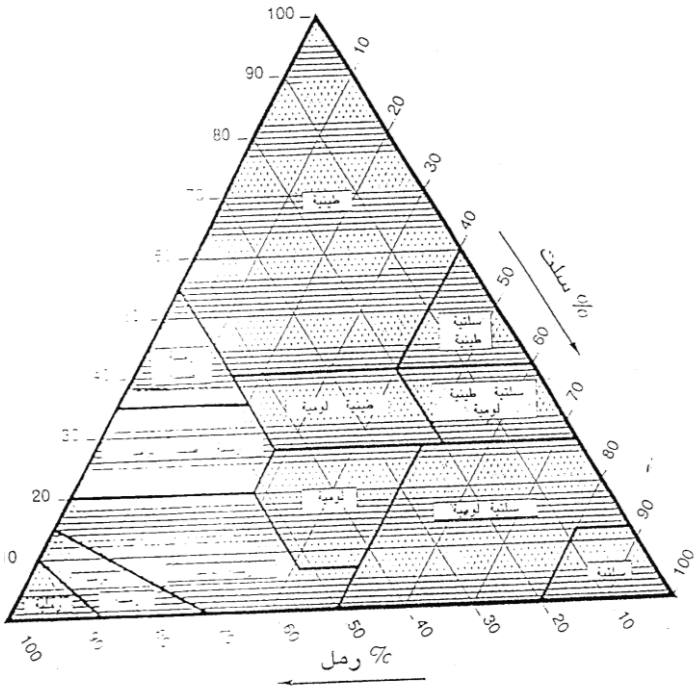
تحديد قوام التربة :

بعد قياس ومعرفة نسب الرمل , السلت والطين يتم تحديد قوام التربة بناءً على مثلث القوام Textural triangle (كما في الشكل) . ومن خلال مثلث القوام يمكن معرفة أنواع الترب المتنوعة بناءً على النسب الموجودة من الحبيبات الترابية .

جدول لتصنيف ملوحة التربة مقارنة مع قوام التربة :

قوام التربة	درجة الملوحة (الناقلية الكهربائية EC في معلق 1:1 تربة : ماء) dm/m				
	خالية	خفيفة	متوسطة	قوية	قوية جداً
رملية خشنة إلى لومية رملية	1.2 >	2.4-1.2	4.4-2.5	8.9-4.5	9.0<
لومية رملية ناعمة إلى رملية	1.3>	2.4-1.3	4.7-2.5	9.4-4.8	9.5<
لومية سلتية إلى لومية ناعمة	1.4>	2.5-1.4	5.0-2.6	10.0-5.1	10.1<
لومية سلتية طينية إلى طينية	1.5>	2.8-1.5	5.7-2.9	11.4-5.8	11.5<

المصدر : Hach Company (1992)



مثلث قوم التربة

(المصدر :USDA Agriculture Handbook 60. Washington DC)

4- تقدير كاربونات الكالسيوم $CaCO_3$ (اللايم) :

تتواجد الكاربونات اللاعضوية في التربة إما على شكل كاربونات الكالسيوم (كالسيت) أو كاربونات المغنيزيوم (دولوميت) أو مزيج من كليهما . كنتيجة للعوامل الجوية أو لكونها موروثة من المادة الام . معظم الترب السائدة في المناطق الجافة أو شبه الجافة هي ترب كلسية , كما هو الحال مع درجة PH القلوي , تتسم الترب ذات الكاربونات الحرة بكميات متدنية من الفسفور ومن كاتيونات العناصر الغذائية الصغرى .

تقوم بعض المختبرات بتقدير كاربونات الكالسيوم الفعالة Active "$CaCO_3$ " ايضاً , وهي اقل شيوعاً من تقدير كاربونات الكالسيوم الكلية total"$CaCO_3$ " . وقد طورت هذه الطريقة إذ تعكس بشكل أساسي المساحة السطحية أو تفاعل حبيبات كاربونات الكالسيوم ذات القياس المتماثل مع قياس حبيبات التربة ويعتمد القياس على أساس تفاعلها مع اوكزالات الامونيوم الزائدة , ثم يتبع ذلك معايرتها بمحلول البرمنغنات في وسط حامضي .

المبدأ :

يتفاعل وزن محدد من التربة مع كمية وافرة من الحامض في هذا التفاعل ينطلق غاز ثاني اوكسيد الكاربون CO_2 ومن ثم تعاد معايرة الحامض الزائد الذي لم يستخدم بمحلول هيدروكسيد الصوديوم .

تعتمد بعض طرق تقدير الكاربونات في الترب على تجميع غاز CO_2 وقياس ضغطه الذي ينشأ عند إضافة الحامض إلى التربة الكلسية في دورق مخروطي مغلق . إما طريقة المعايرة يفترض إن يتفاعل مكافئان من الحامض مع جزيء واحد من $CaCO_3$ لذلك يفترض في مكافئ واحد من الحامض إن يعادل نصف جزيء من $CaCO_3$.

الأجهزة :

سخان كهربائي hot plate .
سحاحة burette
دورق ارلنماير Erlenmeyer flask .
ماصة حجمية volumetric pipette .

المحاليل :

1- محلول حامض الهيدروكلوريك (1N (HCL .
خفف 82.8 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز (37 %) في الماء المقطر , وامزجه جيداً , دعه يبرد , ثم أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

2- محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) 1N.
أذب 40 غم من هيدروكسيد الصوديوم في الماء المقطر , انقل إلى دورق حجمي سعة لتر , دعه يبرد , ثم أكمل إلى الحجم بالماء المقطر .
3- دليل فينول فثالين (($C_6H_4COOC(C_6H_4$-4-$OH_2)$)
أذب 0.5 غم من دليل فينول فثالين في 100 مل ايثانول (كحول اثيلي) .
4- دليل برتقالي المثيل (4-$NaOSO_2C_6H_4N$:NC_6H_4/-4-$N(CH_3)_2$) .
أذب 0.1 غم من دليل برتقالي المثيل في 100 مل من الماء المقطر .
4- ايثانول (C_2H_5OH) 95%
5- محلول كاربونات الصوديوم ($NaCO_3$) 1N
أذب 53 غم من كاربونات الصوديوم اللامائية في الماء المقطر , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

طريقة العمل :

1- زن 1 غم تربة جافة هوائياً (0.15 ملم) في دورق ارلنماير سعة 250 مل .
2- أضف 10 مل من محلول حامض الهيدروكلوريك 1N إلى الدورق بواسطة ماصة حجمية .
3- حرك المزيج ثم اترك الدورق طوال الليل , أو سخنه على درجة حرارة 50-60 م ° دع الدورق يبرد .
4- أضف 50-100 مل من الماء المقطر مستخدماً اسطوانة مدرجة , ثم أضف 2-3 قطرات من دليل فينول نفثالين .
5- عاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم مع تحريك الدورق , استمر بالمعايرة حتى يظهر لون زهري خفيف خذ القراءة R.

الحساب :

النسبة المئوية لكاربونات الكالسيوم في التربة :

$$\%CaCO_3 = [\ (10 \times N_{HCl}) _ (R \times N_{NaOH})] \times 0.05 \times \frac{100}{Wt}$$

حيث إن : N_{HCl} = نظامية محلول HCl
R = حجم محلول NaOH المستخدم في المعايرة (مل) .
N_{NaOH} = نظامية محلول NaOH .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .

تقدير نظامية المحاليل القياسية:

1- حامض الهيدروكلوريك (HCL) 1N :
- اسحب بواسطة الماصة 10مل من محلول كاربونات الصوديوم 1N وضعها في دورق الالنماير سعة 100 مل أضف نقطتين من دليل برتقالي المثيل عاير محلول حامض الهيدروكلوريك 1N (في السحاحة) يتغير اللون من برتقالي كاشف إلى برتقالي غامق .

نظامية HCL هي :

$$\%\ N_{HCL} = \frac{10 x N NaCO3}{VHCL}$$

حيث إن : N_{HCL} = نظامية محلول HCL
V_{HCL} = حجم محلول HCL المستخدم في المعايرة (مل) .
N_{NaCO3} = نظامية محلول $NaCO_3$.

2- تقدير نظامية هيدروكسيد الصوديوم NaOH (1N) :

- اسحب بواسطة الماصة 10 مل من محلول حامض الهيدروكلوريك المحدد نظاميته بالضبط ضعها في دورق ارلنماير سعة 100 مل , أضف نقطتين من دليل فينول فثالين , عاير المحلول بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم (1N) حيث يتغير لون المحلول من عديم اللون إلى لون زهري .

نظامية NaOH هي :

$$N_{NaOH} = \frac{10 x NHCL}{VNaOH}$$

حيث إن :

N_{NaOH} = نظامية محلول NaOH
V_{NaOH} = حجم محلول NaOH المستخدم في المعايرة (مل)
N_{HCL} = نظامية محلول HCL

ملاحظة :

1- تتطلب هذه الطريقة بعض الخبرة في تحديد تغير لون المعلق من عديم اللون إلى اللون الزهري على نحو دقيق .
2- إن 10 مل من HCL 1 N ستذيب حتى 0.5 غ من $CaCO_3$ ذلك انه في حالة احتواء الترب على % 50 من $CaCO_3$ أو أكثر , وبالتالي 10 مل من HCL 1 N لن تكفي وفي هذه الحالة يجب إضافة 15 أو 20 مل .
3- عندما يتم التفاعل بين التربة والحامض لإذابة الكاربونات , قد يستهلك الحامض ايضاً من قبل بعض مكونات أخرى للتربة ويفترض إن معظم التفاعلات الأخيرة معكوسة أو ذات حركة عكسية إي إذا أعيدت معايرة المعلق يتحرر الحامض مرة ثانية ولذا السبب لا ينصح بترشيح المعلق ومعايرة الراشح الصافي . علماً إن تغير اللون يمكن تحديده بسهولة بالغة في الراشح الصافي لكن قيمة المعايرة قد تكون زائدة عن القيمة الفعلية لمحتوى $CaCO_3$.
4- لا يمكن اعتبار جميع التفاعلات بين الحامض ومكونات التربة عكسية الحركة على نحو كامل , ولذلك فان طريقة المعايرة بالحامض لمعلق التربة قد تزيد القيمة ايضاً والى حد ما من محتوى التربة الحقيقي من الكاربونات , كما يمكن إجراء طريقة المعايرة بالحامض بواسطة طريقة الكالسيمتر . إذا طلب إجراءها , ومع ذلك فهي نادرة الاستخدام في الوقت الحالي .

5- تعيين العناصر الغذائية الرئيسية N,P,K (النتروجين , الفسفور , البوتاسيوم) :

ان احتواء الترب الزراعية على العناصر الثلاثة الاساسية (النتروجين ، الفسفور ، البوتاسيوم) يؤدي الى تحسين الانتاج كماً ونوعاً ، حيث يعمل النتروجين على زيادة النمو الخضري للنبات وكثرة تفرعاته كما انه يجعل اوراقه كبيرة وطرية ويعطي الفسفور للنبات قوة على الدفع والتفرع ويزيد من عدد الازهار ويجعل البذور ممتلئة والثمار جيدة اما البوتاسيوم فيعمل على زيادة كفاءة النبتة على صنع الغذاء ويساعدها على استغلال رطوبة التربة ويعمل على تكوين النشويات والسكريات .

أ- النتروجين :

يعتبر النتروجين من أكثر العناصر الغذائية أهمية في الزراعة كما يعد رصد دينامية نتروجين السماد امراً مهماً من وجهة النظر البيئية .
يوجد النتروجين في التربة بإشكال عديدة منها العضوي organic ومنها اللاعضوي inorganic . إن النتروجين العضوي في التربة المكونة في الغالب من بقايا النبات والبكتريا . متباينة التركيب , فقد تكون أساسية في ترب المناطق ذات الحرارة المعتدلة . ومع تزايد الجفاف , تميل كميات النتروجين في محتوى التربة الكلي total soil N إلى الانخفاض .
بينما يتواجد النتروجين اللاعضوي في التربة بإشكال الامونيوم (NH_4^+) , والنترات (NO_3^-) , والنتريت (NO_2^-) . تؤثر عوامل البيئة (درجة الحرارة والرطوبة) والإدارة (التسميد , الزراعة , الخ ...) في العلاقة بين الإشكال العضوية , وكذلك بين الإشكال اللاعضوية .
تقدير النتروجين الامونياكي NH_4 – N والنتراتي NO_3 –N روتينياً في مختبرات التربة , لأنهما يمثلان عملية التمعدن mineralization وهما شكلا النتروجين اللذين يمتصهما النبات . ولقد اثبت إن محتوى النتروجين النتراتي nitrate – N في الترب يعد مؤشراً جيداً للتنبؤ بكمية النتروجين الكافي للمحاصيل . ويقاس شكل النتروجين العضوي organic – N كأحد

المقاييس لاحتياطي الترب من خلال قدرته على تحرير النتروجين لتلبية احتياجات المحصول من خلال عملية التمعدن لذلك تتباين طرائق تقديره اعتماداً على جزيئات النتروجين أو الإشكال العضوية المختلفة له .
يقاس شكل نتروجين التربة الكلي (الشكل العضوي بشكل رئيسي) بعد عملية الهضم الرطب wet digestion باستخدام طريقة كلدال kjeldahl المعتمدة . وتقدر عادة الإشكال غير العضوية للنتروجين ($NH_4^+ + NO_3^- + NO_2^-$) باستخدام طريقة التقطير distillation بعد عملية استخلاص التربة بمحلول حامض البوريك 2 M . وبالإضافة إلى عملية التقطير يمكن تحديد $NO_3 - N$ بطريقة حامض الكروموتروبيك chromotropic acid .

- تقدير النتروجين بطريقة kjeldahl :

اخترع جهاز الكلدال من قبل العالم الدنماركي الصيدلاني Johan Kjeldahl, 1846 – 1900 ومن استخدامته :
- يستخدم في تحاليل المياه لقياس الامونيا والنترات والنتريت والنتروجين الكلي .
- يستخدم في تقدير نسبة البروتين في اللحوم والاعلاف والحبوب والحليب وغيرها من المواد .
- يستخدم في تقدير نسبة النترات والنتريت والنتروجين الكلي والامونيا في التربة .
- يستخدم في قياس Total Volatile Based Nitrogen في الاسماك .

مبدأ عمل الجهاز :

يتألف الجهاز من ثلاث مراحل رئيسية هي :
1- الهضم Digestion .
2- التقطير Distillation .
3- التسحيح Titration .

تختلف كل مرحلة من هذه المراحل حسب العينة المفحوصة من حيث المواد الكيميائية المستخدمة او المتغيرات الاخرى من درجات حرارة وغيرها .

مرحلة الهضم Digestion :

- وزن العينة اما بالغرام او بالمليلتر Sample amount: ( ) g or ( ) ml .
- حجم الحامض المضاف H_2SO_4 Volume: ( ) ml .
- أضافة عامل مساعد Salt / Catalysts: ( ) Kjel. Tabs .
- درجات الحرارة °C ( ) Digestion temperature: .
- وقت الهضم Digestion time: ( ) minutes .

تختلف هذه المتغيرات تبعا لنوعية المادة المراد الكشف عنها حيث تحتاج بعض النماذج الى كمية قليلة من النموذج اذا كانت نسبة النتروجين فيها عالي كما ان لنسبة الرطوبة في النموذج تأثير كبير على الوزن المأخوذ (يفضل وزن العينة وهي جافة).
الهدف من عملية الهضم هو لكسر كل أواصر النتروجين الى ايونات الامونيا ولهذا استخدم العالم Johan Kjeldahl حامض الكبريتيك وما زال يستخدم الى الان وذلك لان درجة غليان هذا الحامض تصل الى 338 °C وان درجة الحرارة الحرجة لتحلله تصل الى 373 °C أي اننا بالامكان الاحتفاظ بفعالية هذا الحامض طوال عملية الهضم . لكن عملية هضم النموذج وتكسير اواصر النتروجين لاتعتمد على نوعية الحامض (يمكن استخدام حامض salicylic acid في بعض الفحوصات مع حامض الكبريتيك) فقط وانما على درجة الحرارة المستخدمة في عملية الهضم ، لاكمال عملية الهضم يجب زيادة درجة الحرارة ولان درجة حرارة الهضم تعتمد على درجة غليان الحامض المستخدم في عملية الهضم تم الاستعانة بعوامل مساعدة لزيادة سرعة التفاعل دون زيادة درجة الحرارة (كما ان زيادة درجة الحارة قد يؤدي الى فقدان كمية من النايتروجين) .
يمكن زيادة سرعة الهضم بأضافة عوامل مساعدة وهي عبارة عن (حبوب) مكونة من املاح معينة (يمكن تحضير هذه الحبوب داخل المختبر) وعادة تستخدم كبريتات البوتاسيوم K_2SO_4 ، ان سبب استخدام هذا الملح قابليته العالية على الذوبان في حامض الكبريتيك (قسم من الحامض المستخدم سوف يستهلك مع هذا الملح) لذا فأن هناك نسبة بين حجم الحامض وكمية الملح ، ان سبب استخدام هذا الملح قابليته العالية على الذوبان في حامض الكبريتيك (قسم من الحامض المستخدم سوف يستهلك مع هذا الملح) لذا فأن هناك نسبة بين حجم الحامض وكمية الملح تعتمد هذه النسبة على مكونات المادة المراد فحصها [حجم الحامض / كمية الملح = (1.4 To 2)]ولكن في حالة وجود دهون بنسب عالية فأن هذه النسب تزيد (2.5 To 2.8)
كما ان هذا الملح سوف يعمل على رفع درجة غليان الحامض وبذلك نتمكن من زيادة درجة حرارة الهضم ولو بنسبة قليلة احيانا وبذلك سوف نختصر الوقت المستخدم في عملية الهضم .
ولزيادة كفاءة عملية الهضم يتم أضافة عوامل مساعدة اخرى مثل الزئبق او السلينيوم او النحاس وقد اثبتت التجارب ان اضافة السلينيوم يعطي كفاءة اكثر من بقية العناصر رغم ان الزئبق له كفاءة أعلى من السيلينيوم الا انه قد يشكل معقد قوي مع الامونيا يمنع تقطير الامونيا في مرحلة التقطير كما ان لخطورة الزئبق على البيئة يوجب علينا الاستغناء عنه .
خلال عملية الهضم سوف تتكون مجموعة من الابخرة والغازات نتيجة لاكسدة المواد العضوية ، لذلك يجب التخلص من هذه الابخرة والغازات وقد استعملت طريقة سحب هذه الغازات (CO_2, SO_2 وغيرها) بواسطة الماء لقابلية هذه الغازات على الذوبان في الماء .

مرحلة التقطير Distillation :

ان مبدأ عملية التقطير هو :-

بعد اتمام عملية الهضم سيتحول النيتروجين الموجود في النموذج (النتروجين بجميع اشكاله بروتينات او غيرها) الى كبريتات الامونيوم $(NH_4)_2SO_4$ الذائبة في السائل المتكون ، وفي مرحلة التقطير تبدأ عملية تحويل كبريتات الامونيوم الى امونيا عن طريق اضافة قاعدة (هيدروكسيد الصوديوم NaOH) التي تكون طبقة منفصلة فوق حامض الكبريتيك المركز ثم يوصل انبوب التقطير بجهاز التقطير ويحرك لتختلط الطبقتان ويتفاعل هيدروكسيد الصوديوم فيتعادل الحامض كما يتفاعل مع كبريتات الامونيوم الهيدروجيني ويتصاعد غاز الامونيا :

$$NH_4HSO_4 + NaOH \longrightarrow NH_3(gas) + H_2O + SO_4^{-2}$$

يسخن انبوب التقطير (ببخار الماء الحار) ليتطاير غاز الامونيا مع بخار الماء ويجمع المقطر في دورق الاستقبال الذي يحوي على حجم معين من حامض البوريك .

مرحلة التسحيح Titration :

- يتم مسك الامونيا بواسطة حامض البوريك مكونا بورات الامونيوم الهيدروجينية .
- يسمى هذا النوع من التسحيح Back Titration حيث يتم التسحيح لحامض البوريك (وليس للامونيا) الذي تفاعل مع الامونيا (هو حامض ضعيف له قابلية فقدان واكتساب ذرات الهيدروجين بسهولة) حيث يعطي ذرة هيدروجين الى الامونيا محولاً اياها الى ايونات الامونيوم :-

$$H_3BO_3 + NH_3^- \longrightarrow NH_4^- + H_2BO_3$$

ان مقدار ما يفقده حامض البوريك من ايونات الهيدروجين يمثل كمية الامونيا المتحررة وكما موضح في المعادلة اعلاه . وعلى هذا الاساس يتم معايرة الحامض (الذي فقد هيدروجين) وبوجود كاشف لوني حيث يتم التسحيح باضافة ذرات هيدروجين (اضافة حامض HCL) ، اما عمل الكاشف اللوني فهو اعطاء الدلالة اللونية على اكتفاء الحاجة من ذرات الهيدروجين (HCL) :-

$$H^+ + H_2BO^{-2} \longrightarrow H_3BO_3$$

- بالنسبة لتحليل النتروجين في التربة ، اذ تهضم التربة في H_2SO_4 المركز بوجود خليط محفز catalyst mixture لرفع درجة حرارة الغليان ولتشجيع التحول من النتروجين العضوي organic–N إلى النتروجين الامونياكي ammonium–N . ومن ثم يقدر النتروجين الامونياكي في المحلول المهضوم بواسطة عملية التقطير البخاري , مستخدمين الفائض من هيدروكسيد الصوديوم (excess NaOH) لرفع درجة PH . ثم يجمع السائل المقطر في حامض البوريك المشبع (saturated H_3BO_3) ومن ثم تتم معايرته بواسطة حامض الكبريتيك المخفف (dilute H_2SO_4) إلى درجة PH = 5.0 .

تقدر هذه الطريقة النتروجين الامونياكي , ومعظم إشكال النتروجين العضوي , وإشكال مختلفة من النتروجين النتراتي في التربة . وبالنسبة لأغلبية الترب تعتبر طريقة كلدال مناسبة جداً لتقدير محتوى نتروجين التربة الكلي .

الاجهزة :

جهاز هضم block – digester .
جهاز تقطير distillation unit .
جهاز المعايرة الآلي موصول إلى جهاز automatic titrator PH .
جهاز تحريك دوراني vortrx tube stirrer .

المحاليل :

1- خليط مساعد { $K_2SO_4 – CuSO_4.5H_2O – Se$ } النسبة catalyst mixture 1 : 10 : 100 w/w :
جفف المواد الكيميائية النقية كل على حده ومن ثم امزجها , وإذا أصبح المزيج كتلة متراصة , اطحن بواسطة الهاون porcelain pestle and mortar بحيث تمر المواد المجروشة في منخل قطر فتحاته (0.250) ملم , مع اخذ الحيطة من استنشاق غبار السلينيوم (Se) أو ملامسته للجلد .
2- حامض الكبريتيك (H_2SO_4) , (98 %) المركز .
3- هيدروكسيد الصوديوم 10 N (NaOH) :
أذب 1.6 كغم من هيدروكسيد الصوديوم في الماء المقطر , وانقله إلى دورق بايروكس pyrex سميك الجدران سعة 5 لتر ودعه يبرد , وأكمل إلى الحجم بالماء المقطر .
4- محلول حامض البوريك (H_3BO_3) المشبع :
أذب 50 غم من حامض البوريك إلى دورق حجمي سعة 5 لتر . أضف 3 لتر من الماء المقطر , حركه جيداً .
اتركه طوال الليل , ثم أكمل الحجم بالماء المقطر , يجب إن يتواجد على الدوام H_3BO_3 خام في أسفل الدورق ألحجمي

5- محلول Tris [هيدروكسي مثيل امينوميتان 0.01 N ($C_4H_{11}NO_3$)]

- جفف المادة الكيميائية النقية من Tris بالفرن على درجة حرارة 80 م ° لمدة 3 ساعات , ثم بردها في المجفف Desiccator وأحفظها في زجاج محكمة الإغلاق .
- أذب 1.2114 غم من Tris في الماء المقطر , انقل إلى دورق حجمي سعة لتر ثم أكمل إلى الحجم بالماء المقطر .

6- محلول حامض الكبريتيك المخفف (H_2SO_4) 0.01 N :

- ضع حوالي 600-800 مل من الماء المقطر في دورق حجمي سعة لتر , أضف 28 مل من حامض الكبريتيك المركز وامزج جيداً , دعه يبرد , أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر نحصل على محلول H_2SO_4 1 N .
- ثم خفف 100 مرة (ضع 10 مل في دورق حجمي سعة لتر) للحصول على محلول H_2SO_4 0.01 N .

7- محلول إلام القياسي :

- جفف المادة الكيميائية النقية من كبريتات الامونيوم $(NH_4)_2SO_4$ بالفرن على درجة حرارة 100 م° لمدة ساعتين , برد بالمجفف Desiccator وأحفظها في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 5.6605 غم من كبريتات الامونيوم المجففة في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر . هذا المحلول يحتوي على 1.2 غم $NH_4 - N$ في اللتر (محلول إلام) .

طريقة العمل :

أ- الهضم :-

1- زن 1 غم تربة جافة هوائياً (0.15 ملم) إلى أنبوب هضم معاير سعة 100 مل .
2- أضف حوالي 5.0-5.5 غ من الخليط المحفز , وعدة قطع من حجر الخفان لتنظيم الغليان granules pumice boiling , 15 مل من حامض الكبريتيك المركز (يضاف في حجرة شفط الأبخرة) , رج بعناية , ضع قمعاً زجاجياً في أعلى الأنبوب بعدها ضع الأنبوب الحامل the rack , واتركه طوال الليل .
3- ضع حامل الأنابيب rack tubes في جهاز الهضم block – digester ومن ثم ارفع درجة الحرارة حتى درجة 370 م° تقريباً . عندها سيتكاثف H_2SO_4 حتى منتصف عنق الأنبوب وبعد إن يصبح محلول الهضم رائقاً تماماً , تابع التسخين بعد ذلك تقريباً لمدة 3 ساعات .
4- ارفع حامل الأنابيب من جهاز الهضم , وبحذر شديد ضعه على ماسك الحامل rack holder ثم دع الانابيب تبرد حتى تصل إلى درجة حرارة الغرفة .
5- أضف ببطء حوالي 15 مل من الماء المقطر إلى الأنابيب , برد , ثم أكمل الحجم بالماء المقطر . إذا تصلبت محتويات الأنبوب ولم تنحل سخن الأنابيب مرة ثانية حتى ذوبان الترسبات (الجبس) . ثم برد بواسطة استخدام صنبور الماء .
6- يجب إن تحوي كل مجموعة Bach من العينات المهضومة على أنبوب (blank) للمحاليل reagent blank وأنبوب قياسي يحوي تركيزاً معيناً من المحلول إلام chemical standard (بدون تربة , من المحلول إلام) .

ب- التقطير :

تكون عملية التقطير للعينات المهضومة في كل مجموعة , اضبط جهاز PH مستخدماً محلولين منظمين buffer solution أحداهما المنظم "buffer " at PH 7.0 , والأخر لحساسية القطب " sensitivity " عند PH 4.0 . وذلك بعد قياس درجة حرارة احد المحلولين وتعديل المؤشر على الجهاز ثم قدر بالضبط نظامية H_2SO_4 0.01 N باستخدام جهاز المعايرة الآلي Automatic titrator PH . وذلك بأخذ ثلاثة محاليل منفصلة بحجم 10 مل من محلول Tris 0.01 N القياسي المعامل بالحامض حتى درجة PH 5.0 . ويجب إن تتفق المعايرات ضمن 0.03 مل وإذا لم يتم ذلك نقوم بمعايرة محاليل قياسية جديدة حتى التوصل إلى القيم المتوافقة .

نظامية H_2SO_4 :

$$N_{H2SO4} = \frac{10xNTris}{VH2SO4}$$

تجرى عمليات التقطير كالتالي (انظر المخطط البياني لوحدة التقطير كما في الشكل) :

- ضع 1 مل من محلول حامض البوريك المشبع و 1 مل من الماء المقطر في طبق التبخير dish evaporating سعة 100 مل , ثم ضع الطبق تحت رأس أنبوب المكثف condenser tip على نحو يلامس فيه الرأس سطح المحلول .
- اسحب بواسطة الماصة 10 مل من العينة المهضومة وضعها في دورق تقطير distillation flask سعة 100 مل , أضف 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 10 N .
- صل دورق التقطير مباشرة مع المحلول إلى وحدة التقطير بواسطة ملاقط خاصة clamp , ثم ابدأ عملية التقطير لمدة 3 دقائق . ثم اخفض الطبق بالتدريج كي تسمح للمادة المقطرة بالنزول بشكل حر إلى الطبق .
- بعد 4 دقائق , عندما يتم جمع حوالي 35 مل من المادة المقطرة , أوقف عملية التقطير ثم اغسل رأس المكثف بكمية قليلة من الماء المقطر إلى طبق التبخير .
- عاير المادة المقطرة إلى درجة 5.0 PH بمحلول H_2SO_4 0.01 N مستخدماً جهاز المعايرة الآلي .
- بعد الانتهاء من المعايرة , اغسل كلاً من قضيب التحريك المغناطيسي المغطى بالتيفلون Teflon ورأس السحاحة والقطب المشترك إلى طبق الغسيل .
- يجب تبخير وحدة التقطير , بين عينات التقطير المختلفة , وذلك بعد فصل دوارق التقطير المحتوية على العينة المهضومة ومحلول هيدروكسيد الصوديوم كما يلي : صل دورق تقطير فارغ سعة 100 مل إلى وحدة التقطير , ضع كأس فارغ سعة 100 مل تحت رأس المكثف , أوقف المياه المتدفقة إلى المكثف (صرف المياه من غلاف المكثف condenser jacket) ومن ثم بخر لمدة 90 ثانية .
- يجب إن تحتوي كل عملية تقطير على محلولين قياسيين standards وشاهدين blanks (شواهد المحاليل) كحد أدنى .

الحساب :

النسبة المئوية لاسترداد Recovery النتروجين (النشادري) القياسي :

$$\% \text{ Recovery} = (V-B) \times N \times 14.01 \times \frac{100}{CxD}$$

النسبة المئوية للنتروجين في التربة :

$$\% N = (V-B) \times N \times R \times 14.01 \times 100 / Wt \times 1000$$

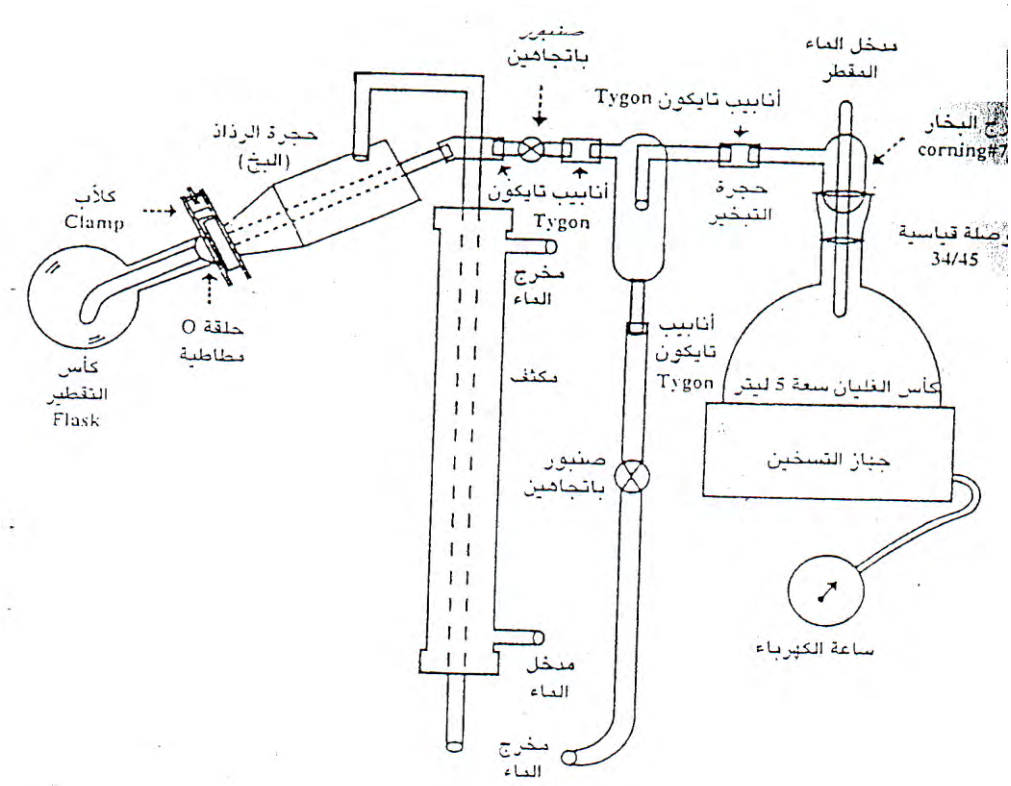
حيث إن :

V	=	حجم محلول H_2SO_4 0.01 N المستهلك في معايرة العينة (مل) .
B	=	حجم معايرة الشاهد (blank) المهضوم (مل) .
N	=	نظامية محلول H_2SO_4 .
14.01	=	الوزن الذري للنتروجين .
R	=	النسبة بين الحجم الكلي للعينة المهضومة وبين الحجم المأخوذ للتقطير .
Wt	=	وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .
C	=	حجم محلول $NH_4 - N$ القياسي (مل) .
D	=	تركيز محلول $NH_4 - N$ القياسي (ميكروغرام / مل) .

ملاحظة :

4- قد يحتاج جهاز الهضم العزل بمادة واقية من الحرير الصخري asbestor للحصول على توزيع متناسق من درجات الحرارة .

5- تجنب إضافة من H_2SO_4 المركز إلى الماء المقطر الموجود في دورق التسخين heating mantle من الأنبوب الواصل لأسفل الدورق لمنع تشكل أية كمية من NH_3 . كما يجب إضافة بعض حبيبات الغليان المغطاة بالتفلون Teflon boiling chips لتنظيم الغليان بشكل لطيف .



رسم تخطيطي لجهاز وحدة التقطير

- تقدير النتروجين الكلي (Total Nitrogen) في التربة والنبات :

- **تهيئة النموذج :**

إن نماذج التربة المطلوب تحليل النتروجين الكلي لها عادة يتم تجفيفها , وطحنها , وتمرر من منخل وتخزن لغرض التحليل في حقائب ورقية (مصنوعة من الورق) أو في حاويات أخرى غير محكمة الغلق .
ينصح بان يتم إمرار نماذج الترب من خلال منخل قطر فتحاته تتراوح مابين (0.15 – 0.05) ملي متر وبحسب نوع التربة وتركيز النتروجين الكلي المتوقع وجوده في النموذج .

- **هضم النموذج :**

يتم استخدام حامض الكبريتيك النقي والمركز (H_2SO_4) مع التسخين لغرض هضم النموذج بطريقة كلدال وذلك بتحويل النتروجين العضوي إلى (NH_4^+ - N) . ووجد بان العامل الأكثر أهمية في هضم النماذج بطريقة كلدال هو درجة حرارة المعاملة مع حامض الكبريتيك المركز (H_2SO_4) والتي يتم التحكم بها بشكل كبير بكمية مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4 المستعملة) . فإذا كان تركيز مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) منخفضاً (إي مثلاً : 0.3 غرام لكل واحد ملي لتر من حامض الكبريتيك المركز H_2SO_4) فسوف يكون من الضروري هضم النموذج لعدة ساعات للتأكد من دقة النتائج , إما إذا كان تركيز مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) عالياً (إي مثلاً : واحد غرام لكل ملي لتر واحد من حامض الكبريتيك المركز H_2SO_4) فسوف يكون من الكافي إن يتم الهضم في فترات قصيرة .
هذا ويحصل فقدان للنتروجين عندما تزداد درجة حرارة الهضم بحدود 400 م° وان درجة الحرارة هذه تتحقق عندما يكون تركيز مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) بحدود (1.3 – 1.4) غرام لكل واحد ملي لتر من حامض الكبريتيك المركز (H_2SO_4) .

- **تحضير الكواشف (المواد الكيميائية المطلوبة) :**

1- خليط كبريتات البوتاسيوم (عامل التحفيز) :

هيئ خليط مكون من وزن كلاً من [200 غرام من مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) ، و 20 غم من كبريتات النحاس المائية (خماسية جزيئات الماء) ($CuSO_4 .5H_2O$) ، و 2 غم من مادة السلينيوم (Se)] ، إي إن النسبة تكون :
[10 من مادة (K_2SO_4) : 1 مادة ($CuSO_4 .5H_2O$) : 0.1 من مادة السلينيوم (Se)] .
ويتم طحن المواد الكيمياوية على هيئة مسحوق وبشكل منفصل (إي كلاً على حدة) قبل إن يتم القيام بعملية الخلط النهائي لها .
2- حامض الكبريتيك النقي والمركز (H_2SO_4).
3- محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) ، ما يقارب 10 عياري (Normality) :
يحضر لأخذ وزن 1.6 كيلوغرام من مادة هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) النقي وضعه في دورق حجمي زجاجي مصنوع من مادة البايركس سعة 5 لتر (إي ذو خاصية تحمل الحرارة) . ثم يضاف إليه 4 لتر من الماء المقطر الخالي من غاز ثاني اوكسيد الكاربون (CO_2) واعمل على رج المحلول لحين ذوبان القاعدة (NaOH). بعد الذوبان التام اترك الدورق ألحجمي ليبرد ، بعدها أكمل بالماء المقطر إلى حد العلامة (إي أضف الماء المقطر إلى الدورق ألحجمي إلى حد العلامة المؤشرة على الدورق ألحجمي) ثم جانس المحلول النهائي .
4- محلول كاشف حامض البوريك (H_3BO_3) :
خذ وزن 80 غم من حامض البوريك (H_3BO_3) النقي ، وضعه في دورق حجمي سعة 5 لتر وأضف إليه 3800 ملي لتر من الماء ثم سخن المحلول مع الرج لحين ذوبان حامض البوريك (H_3BO_3). بعدها برد المحلول وأضف إليه 80 ملي لتر من محلول كاشف (محضر مسبقاً) مكون من{ إذابة 0.099 من دليل (كاشف) (Bromocresol green) مع 0.066 غرام من دليل (كاشف) المثيل الأحمر (Methyl Red) في 100 ملي لتر من الكحول الاثيلي (Ethanol)} . ثم أضف إليه وبحذر 0.1 عياري (Normality) من محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى إن يصل المحلول إلى اللون الأرجواني المحمر الباهت إي عند درجة حموضة المحلول (PH 5.0) ، ثم أكمل الدورق ألحجمي (سعة 5 لتر) إلى حد العلامة بالماء المقطر .
5- محلول قياسي من حامض الكبريتيك (H_2SO_4) أو حامض الهيدروكلوريك (HCl) ذو تركيز N 0.01 عياري .

- **<u>طريقة العمل</u> (الإجراءات العملية) :**

1. خذ وزن (0.5) غرام من تربة جافة ، والذي يحتوي على ما يقارب واحد ملي غرام نتروجين ، وضعه في أنبوبة كلدال الخاصة بهضم النتروجين .
2. أضف إليه (6.0) غرام من خليط المادة المحفزة للتفاعل (K_2SO_4 catalyst mixture) مع (10.0) ملي لتر من حامض الكبريتيك المركز النقي (H_2SO_4).
3. سخن على درجة حرارة (350 - 375) م ° ولمدة (1.30) ساعة ونصف لحين الحصول على محلول هضم رائق ، مع تجنب الوصول إلى درجة حرارة تزيد عن 400 ° م لان ذلك يؤدي إلى فقدان النتروجين من محلول الهضم . نظم (أعمل على تعيير) درجة حرارة الغليان خلال عملية الهضم ويتم ذلك من خلال ملاحظة كون حامض الكبريتيك يتكاثف إلى ما يقارب في طريق الثلث العلوي من أنبوبة الهضم (أنبوب كلدال) .
4. بعد انتهاء عملية الهضم اترك المحلول ليبرد في أنبوبة هضم النتروجين (أنبوب كلدال) .
5. انقل وثبت بإحكام أنبوبة هضم النتروجين مع ما تحتويه من محلول الهضم إلى جهاز تقطير النتروجين (Nitrogen distillation unit) مع مراعاة تعليمات وشروط السلامة في استخدام هذه الأجهزة.
6. أضف (10) ملي لتر من محلول كاشف حامض البوريك في دورق مخروطي نوع (Erlenmeyer Flask) سعة 100 ملي لتر ، وضع الدورق المخروطي تحت أنبوب تكثيف جهاز تقطير النتروجين .
7. أضف ما يقارب (25) ملي لتر من الماء المقطر ، بواسطة جهاز تقطير النتروجين ، إلى محلول الهضم الموجود في داخل أنبوبة كلدال الخاصة بهضم النتروجين.
8. أضف (40) ملي لتر من N 10 (عياري) لمحلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) إلى محلول نموذج الهضم في أنبوبة الهضم ، حيث تتم الإضافة من خلال جهاز تقطير النتروجين .
9. ابدأ بالحصول على تدفق للبخار الحار ، وذلك من خلال الضغط على زر تشغيل البخار الساخن (Steam) الموجود في جهاز تقطير النتروجين .
10. عندما يصل المحلول المقطر في دورق الاستلام المخروطي و الحاوي على (2%) حامض البوريك ، إلى (70) ملي لتر ، فاعمل على إيقاف التقطير من خلال إطفاء زر البخار الساخن (Stream) والموجود على جهاز التقطير

ملاحظة :
إن 5 ملي لتر من محلول 2 حامض البوريك (H_3BO_3) يجب ان يمتص وبشكل فعال بحدود 5 ملي غرام نتروجين بصيغة (NH_4^+-N) .

11. قدر قيمة النتروجين (NH_4^+-N) من خلال التسحيح مع 0.01 عياري من حامض الكبريتيك (H_2SO_4) القياسي باستعمال سحاحة سعة 1 ملي لتر بتدريجات 0.01 ملي لتر ، { إن واحد ملي لتر من 0.01 عياري (H_2SO_4) = 0.14 غرام من (NH_4^+-N)}. يتغير اللون عند نهاية التفاعل من اللون الأخضر إلى اللون الوردي .

- **الحسابات :**

يتم احتساب نسبة النتروجين الكلي في نموذج التربة أو النبات كما يأتي :

$$\% \text{ N in Soil or plant tissue} = (T - B) \times N \times \frac{1.4}{S}$$

حيث إن :

- **N %** : تمثل النسبة المئوية للنتروجين الكلي في نماذج (التربة أو النبات او السماد المعدني أو السماد العضوي أو المخلفات الصلبة لمياه المجاري .....) معبراً عنها (%) .
- **T** : يمثل حجم الحامض القياسي إي (حامض الكبريتيك H_2SO_4 أو الهيدروكلوريك HCl) معبراً عنه (بالملي لتر) أو المستهلك بعملية التسحيح للنموذج (التربة أو النبات).
- **B** : مثل حجم الحامض القياسي (حامض الكبريتيك H_2SO_4 أو الهيدروكلوريك HCl) معبراً عنه (بالملي لتر) والمستهلك بعملية التسحيح للبلانك (Blank).
- **N** : يمثل عيارية الحامض القياسي إي (حامض الكبريتيك H_2SO_4 أو الهيدروكلوريك HCl) معبراً بال (عياري)والمستعمل في عملية التسحيح .
- **S** : يمثل وزن النموذج إي (نموذج التربة أو النبات) معبراً عنه بالغرام والمستخدم لغرض تقدير نسبة النتروجين الكلي فيه .

تحويل النسبة المئوية للنتروجين إلى النسبة المئوية للبروتين :

يمكن إن يتم تحويل قسم النتروجين الكلي ، المستحصل عليها بطريقة الهضم (كلدال) والمعبر عنها كنسبة مئوية للنتروجين الكلي للنموذج كـ (%N) ، إلى قسم معبر عنها كنسبة مئوية للروتين (% بروتين) وذلك بعد ضرب قيمة النتروجين الكلية بمعامل التحويل للنتروجين ، حيث إن كل معامل تحويل يختلف بحسب نوع المادة النباتية أو الحيوانية .

كمية البروتين % = كمية النتروجين (%) × معامل البروتين للغذاء

ملاحظة :

أخذت معاملات التحويل للنتروجين من (كتاب تحليل الأغذية) تأليف د. باسل كامل دلالي و د. صادق حسن الحكيم. جامعة الموصل وزارة التعليم العالي والبحث العلمي .

وفيما يأتي بعضاً من معاملات تحويل النسبة المئوية للنتروجين إلى النسبة المئوية للبروتين :

معامل البروتين العام	= 6.25
معامل البروتين للحبوب	= 5.70
معامل البروتين للحليب	= 6.38
معامل البروتين للبيض	= 6.68
معامل البروتين للجيلاتين	= 5.55

- تقدير النتروجين المعدني (غير العضوي) في التربة (Nitrogen – Inorganic Form)

استخلاص الامونيوم , النترات والنتريت المتبادل (Extraction of Exchangeable Ammonium , Nitrate , and Nitrite)

- **أساسيات :**

فيما يأتي جدولاً يبين طرق عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنسيوم وسبيكة ديفاردا (Magnesium oxide – Devarda alloy steam distillation methods)

إشكال (صيغ) النتروجين	الطريقة
NH_4^+	عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنسيوم MgO .
NO_3^-	عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنيسيوم MgO ومع سبيكة ديفاردا Devarda alloy بعد إجراء تحطيم NO_2^- باستعمال حامض السلفاميك Sulfamic acid وإزالة NH_4^+ بعملية التقطير بالبخار مع MgO .
$NH_4^+ + NO_3^-$	عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنيسيوم MgO وبسبيكة ديفاردا Devarda alloy بعد إزالة NO_2^- باستعمال حامض السلفاميك Sulfamic acid .
$NO_3^- + NO_2^-$	عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنيسيوم MgO وبسبيكة ديفاردا Devarda alloy بعد إزالة NH_4^+ بعملية التقطير بالبخار مع MgO .
$NH_4^+ + NO_3^- + NO_2^-$	عملية التقطير بالبخار مع اوكسيد المغنيسيوم MgO ومع سبيكة ديفاردا Devarda alloy .

- **<u>الكواشف المستعملة</u> في تقدير النتروجين في مستخلص التربة – كلوريد البوتاسيوم :**

1- محلول (حامض البوريك – والكاشف) :

اعمل على إذابة 20 غم من حامض البوريك النقي (H_3BO_3) مع ما يقارب من 700 مل من الماء الحار وانقل المحلول بعد التبريد إلى دورق حجمي سعة لتر واحد محتوياً على 200 مل من كحول الايثانول Ethanol وعلى 20 مل من محلول كاشف الخليط mixed indicator solution والمحضر بإذابة 0.300 غم من كاشف برومو كريسول الأخضر bromocresol green و 0.165 غم من المثيل الأحمر methyl red في 500 مل من كحول الايثانول Ethanol . بعد عملية الخلط لمحتويات الدورق ألحجمي أضف ما يقارب 0.05 N من محلول هيدروكسيد الصوديوم sodium hydroxide تدريجياً إلى إن يتغير من اللون الوردي (pink) إلى اللون الأخضر الشاحب (green pale) ويمكن الكشف عنه بإضافة (بمعاملة) ملي لتر واحد من المحلول مع ملي لتر واحد من الماء المقطر , ومزجه بشكل جيد .

2- سبيكة ديفاردا Devarda alloy (50 Cu : 45 Al : 5 Zn) :

تكون تهيئة هذا الكاشف بطحن نوعية جيدة من السبيكة لحين مرور النواتج من خلال منخل قطر فتحاته (100 – mesh) 0.150 ملم أو على الأقل 75 % يمكنها المرور عبر منخل قطر فتحاته 300 mesh (0.050) ملم ثم توضع السبيكة المطحونة في قنينة محكمة الغلق .

3- حامض السلفاميك (NH_3SO_3H) Sulfamic acid :

اعمل على إذابة 2 غم من حامض السلفاميك في 100 ملي لتر من الماء المقطر . واخزن المحلول في الثلاجة .

4- حامض الكبريتيك القياسي 0.01 N standard (H_2SO_4) Sulfuric acid :

5- محلول قياسي N – ($NH_4^+ + NO_3^-$) :

- جفف المادة الكيميائية النقية من كبريتات الامونيوم $(NH_4)_2SO_4$, و نترات البوتاسيوم (KNO_3) بالفرن على درجة حرارة 100 م° لمدة ساعتين , برد بالمجفف وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- اعمل على إذابة 5.6605 غم من كبريتات الامونيوم { $(NH_4)_2SO_4$ } و 8.6624 غم من نترات البوتاسيوم (KNO_3) في الماء المقطر, وخفف المحلول إلى لتر في دورق حجمي واخلط المحلول جيداً . وإذا ما كانت هذه المادة نقية وجافة فان هذا المحلول يحتوي على NH_4^+ - N 1.2 غم و على NO_3^- - N 1.2 غم في اللتر (محلول إلام) , ثم اخزن المحلول في الثلاجة .
- حضر محلولاً قياسياً من محلول إلام كالتالي :
- خفف 50 مل من محلول إلام إلى حجم لتر بإضافة محلول كلوريد البوتاسيوم 2 M (محلول إلام المخفف) .
- يحتوي كل 20 مل من المحلول إلام المخفف على 1.2 mg من NH_4^+ - N و 1.2 mg من NO_3^- - N .

6- محلول كلوريد البوتاسيوم ما يقارب 2 عياري (M) :

اعمل على إذابة 1.500 غم من كاشف كلوريد البوتاسيوم النقي في 8 لتر من الماء المقطر وخفف المحلول إلى 10 لتر .

- **<u>(طريقة العمل)</u> الإجراءات :**

1- ضع 30 غم من التربة (2 ملم) في قنينة واسعة الفوهة (دورق) سعة 250 مل وأضف إليها 150 مل من محلول كلوريد البوتاسيوم ذو 2 M (عياري) (5:1) تربة : المحلول . ثم أغلق فوهة القنينة بإحكام , واعمل على رج القنينة لمدة ساعة واحدة على رجاج ميكانيكي . وإذا لم يكن بالإمكان تحليل مستخلص KCL حالاً بعد عملية التهيئة (التحضير) إي (في خلال 24 ساعة) , فاعمل على ترشيح معلق (التربة – KCL) باستعمال ورق ترشيح من نوع (Whatman no. 42) واخزن الراشح في الثلاجة لحين يكون بالإمكان القيام بالتحليل .

2- عاير بجهاز PH وقدر نظامية محلول H_2SO_4 0.01 N مستخداماً جهاز المعايرة الأوتوماتيكي Automatic titrator PH كما في طريقة تقدير النتروجين kjeldahl .

تقدير امونيوم – نتروجين (Ammonium – Nitrogen) :

3- **عملية التقطير** , اغسل وحدة جهاز التقطير بالبخار لمدة 10 دقائق ثم اضبط عملية التقطير للحصول على 7-8 مل من المادة المقطرة في الدقيقة الواحدة .

4- اجعل تدفق مياه الصنبور عبر غلاف المكثف condenser jacket بمعدل كاف لإبقاء درجة حرارة المادة المقطرة دون 22 م° .

5- أضف 5 مل من محلول كاشف حامض البوريك إلى دورق مخروطي من نوع Erlenmeyer flask ذو سعة 100 مل , وضع الدورق تحت رأس أنبوب المكثف condenser tip الخاص بعملية تقطير البخار Stesm distillation على نحو يلامس الرأس سطح المحلول .

6- ضع باستعمال الماصة 10-20 مل من مستخلص التربة (المعلق الرائق) في دورق التقطير Distillation flask .

7- لتقدير(NH_4^+ - N) في المحلول , أضف 0.2 غم من مسحوق اوكسيد المغنيسيوم الجاف MgO في داخل دورق التقطير بواسطة ملعقة قياسية calibrated spoon .

8- اربط دورق (أنبوب) التقطير مباشرة إلى جهاز تقطير النتروجين distillation unit بواسطة ملقط خاص clamp ثم ابدأ عملية التقطير لمدة 3 دقائق وشغل الجهاز على وضع بخار (Steam) , ثم اعمل على إيقاف عملية التقطير بعد 4 دقائق عندما يتم الحصول على حجم 30-35 مل من محلول التقطير (المادة المقطرة) في الدورق المخروطي المحتوي على حامض البوريك ثم اغسل رأس المكثف بكمية قليلة من الماء المقطر إلى طبق التبخير .

9- خذ الدورق المخروطي واعمل على تقدير (NH_4^+ - N) في محلول التقطير (معايرة المادة المقطرة إلى درجة 5.0 PH , وذلك بالتسحيح مع (H_2SO_4) 0.01 N standard Sulfuric acid من سحاحة صغيرة الحجم (إن كل واحد ملي لتر من حامض 0.005 N standard (H_2SO_4) Sulfuric acid يكافئ 70 مايكرو غرام من (NH_4^+ - N) وعند الانتهاء من التفاعل سيتغير اللون من الأخضر إلى الوردي الباهت (faint pink) .
بعد الانتهاء من المعايرة , اغسل رأس السحاحة والقطب المشترك إلى طبق الغسيل .

تقدير نتروجين – (نترات – نتريت) Nitrogen – (Nitrate + Nitrite):

10- بعدما استبعد (NH_4^+ - N) من النموذج كما في الفقرة السابقة أعلاه , اعمل ألان على الضغط على حاصرة أنبوب التقطير الخاص بجهاز تقطير النتروجين (أنبوب كلدال) , ثم أضف 0.2 غم من سبيكة ديفاردا Devarda alloy الجافة وبسرعة إلى داخل محتويات أنبوب التقطير بواسطة ملعقة قياسية .

11- أضف 5 مل من محلول كاشف حامض البوريك إلى دورق مخروطي من نوع Erlenmeyer flask ذو سعة 50 مل وضع الدورق تحت المكثف الخاص بجهاز عملية تقطير البخار Stesm distillation . كما هو الحال في عملية تقطير الامونيوم .

ملاحظة :
إن 5 مل من محلول 2 % حامض البوريك (H_3BO_3) يجب إن يمتص وبشكل فعال بحدود 5 ملغ نتروجين بصيغة (NH_4^+- N) .

12- اربط دورق (أنبوب) التقطير مباشرة إلى جهاز تقطير النتروجين وشغل الجهاز على وضع بخار (Steam) , اعمل على إيقاف عملية التقطير بعد الحصول على حجم 30 مل من محلول التقطير في الدورق المخروطي المحتوي على حامض البوريك , ثم خذ الدورق المخروطي واعمل على تقدير (NH_4^+ - N) في محلول التقطير وذلك بالتسحيح مع 0.01 N standard Sulfuric acid (H_2SO_4) من سحاحة صغيرة الحجم , وعند انتهاء التفاعل سيتغير اللون من الأخضر إلى الوردي الباهت faint pink .

13- يجب تبخير وحدة التقطير , بين عينات التقطير المختلفة , وذلك بعد فصل دوارق التقطير المحتوية على مستخلص KCL . كما يلي : صل دورق تقطير فارغ سعة 100 مل إلى وحدة التقطير . ضع كأس فارغ سعة 100 مل تحت رأس المكثف , أوقف المياه المتدفقة إلى المكثف (صرف المياه من غلاف المكثف condenser jacket , بخر لمدة 90 ثانية . ولا يتم التبخير إلا إثناء عملية تقطير العينات المختلفة وليس بين الامونيوم , والنترات في نفس العينة .

14- يجب إن تحوي كل عملية تقطير على الأقل محلولين قياسيين standers وشاهدين blanks , إي محلول KCL 2 M دون إضافة تربة (محاليل شاهدة blanks) .

الحسابات :

تقدير النتروجين الامونياكي في التربة الجافة هوائياً :

$$NH_4 - N\ (ppm) = \frac{(V-B)xNxRx14.01x1000}{Wt}$$

حيث إن:

V = حجم محلول H_2SO_4 0.01 N المستهلك في معايرة العينة (مل) .
B = حجم معايرة الشاهد المهضوم (مل) .
N = نظامية محلول H_2SO_4 .
14.01 = الوزن الذري للنتروجين .
R = النسبة بين الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص و بين الحجم المأخوذ للتقطير .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (30 غم) .

ملاحظات :

1- يحسب تركيز NO_3^- - N بنفس الطريقة التي يحسب فيها NH_4^+ - N إلا انه يتعين إدخال قيمة شاهد خلطة ديفاردا Nevada alloy .
2- يستخدم في بعض المختبرات , مستخلص 3:1 (تربة : محلول) لتقدير النتروجين المعدني .
3- لتقدير NO_3^- - N في الترب الكلسية , ننصح باستخدام الماء المقطر كمحلول استخلاص , لان الكاربونات تنحل في محلول KCL وقد يجمع بعض CO_2 في محلول H_3BO_3 خلال عملية التقطير , حيث تسبب هذه العملية تدخلاً سلبياً في تقدير NO_3^- - N في مستخلص KCL .
4- إذا جففت العينات بالهواء , قد يحدث التمعدن mineralization النترجة nitrification نتيجة لظروف الرطوبة ودرجات الحرارة .
5- غالباً ما يكون هناك التباس كبير في العلاقة بين NO_3^- و NO_3^- - N . إذ إن ايون النترات هو الجمع بين ذرة نتروجين واحدة وثلاث ذرات من الأوكسجين حيث تساوي الكتلة الكلية من NO_3^- 48 + 14 = 62 وهكذا يوجد 62 غم في NO_3^- إي 14 غم نتروجين و 48 غم أوكسجين .

ويمكن التعبير عن هذه العلاقة بطريقتين , إما 62 غم NO_3^- أو 14 غم NO_3^- - N وكلا التعبيرين صحيح حيث إن : 62 / 14 = 4.43 لذلك يمكن تحويل قياس NO_3^- إلى تركيز نتروجين حقيقي actual N concentration . وعلى سبيل المثال يمكن التعبير عن $NO3^-$ - N ppm 10 على شكل 44.3 x 10 or 44.3 $NO3^-$ ppm . إذ تشير كلتا القيمتين إلى نفس التركيز في صيغة مختلفة .

- تقدير النتروجين النتراتي NO_3-N بطريقة حامض الكروموتروبيك :

يمكن قياس النتروجين النتراتي بواسطة جهاز التحليل الطيفي الضوئي spectrophotometer (باستخدام حامض الكروموتروبيك chromotropic acid) . حيث إن هذه الطريقة سريعة واستخدمت في تقدير النتروجين النتراتي في الماء كما استخدمت فيما بعد للتربة (Sims and Jackson. 1971: Hadjidemetriou. 1982) ويمكن استخدامه كبديل لتقدير NO_3^- - N بطريقة التقطير . حيث وجدت علاقة وثيقة بين طريقة حامض الكروموتروبيك وطريقة التقطير .

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي الضوئي أو اللوني طول الموجة 430 nm
جهاز رج كهربائي ترددي
أدوات زجاجية مختبرية قياسية , كؤوس , دوارق حجمية , ماصات , أقماع

المحاليل :

أ- محلول كبريتات النحاس ($CuSO_4.5H_2O$) 0.02 N
أذب 4.9936 غم من كبريتات النحاس في الماء المقطر ثم أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .
ب- محلول حامض الكرومو تروبيك ($C_{10}H_6Na_2O_8S_2.2H_2O$) 0.1% .
أذب 0.368 غم من حامض الكروموتروبيك في 200 مل من حامض الكبريتيك المركز , أحفظ المحلول في زجاجة غامقة اللون لمدة أسبوعين .
ج- حامض الكبريتيك (H_2SO_4) المركز .
د- محلول الأم القياسي :

- أذب 3.6092 غم من نترات البوتاسيوم (المجففة على درجة حرارة 100 م° لمدة ساعتين) في 500 مل من محلول كبريتات النحاس 0.02 N (محلول الأم).
- خفف 10 مل من محلول الأم إلى 200 مل حجم نهائي بإضافة محلول كبريتات النحاس 0.02 N هذا المحلول يحتوي NO_3-N 50 ppm (محلول الأم المخفف) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول الأم المخفف كالتالي :
- خفف 7,6,5,4,3,2,1 مل من محلول الأم المخفف إلى 100حجم نهائي حيث يضاف لكل منهما محلول كبريتات النحاس 0.02 N هذه المحاليل تحتوي على 33.5,3.0,2.5,2.0,1.5,1.0,0.5 ppm NO_3-N على التوالي .

طريقة العمل :

1- زن 10 غم من التربة الجافة هوائياً (2 ملم) إلى دورق ارلنماير , ثم أضف 50 مل من محلول كبريتات النحاس 0.02 N .
2- رج لمدة دقيقة ثم رشح بورق ترشيح مزدوج whatman NO.42 .
3- اسحب بواسطة الماصة 3 مل من الراشح إلى 50 مل دورق مخروطي Conical Flask ثم ضع الدورق في الماء البارد لبضعة دقائق .
4- أضف 1 مل ممن محلول حامض الكروموتروبيك 0.1 % نقطة بعد نقطة مباشرة إلى المحلول دون المزج ثم ضع الدورق ثانية في الماء البارد لدقائق قليلة كي يبرد .
5- امزج المحلول ثم أضف 6 مل من حامض الكبريتيك المركز على جدار الدورق دون مزجه .
6- بعد إضافة الحامض لكل العينات رج الدورق بشكل دائري واتركه يبرد حتى يصل إلى درجة حرارة الغرفة , حيث يتحول إلى اللون الأصفر بعد 45 دقيقة .
7- حضر المنحني القياسي كما يلي :

- اسحب بواسطة الماصة 3 مل من كل محلول قياسي (0.5 ppm – 3.5) وتابع الإجراءات كما هو الحال مع العينات .
- كذلك حضر شاهداً بسحب 3 مل من محلول 0.02 N $CuSO_4.5H_2O$ وتابع الإجراءات كما هو الحال مع العينات .
- اقرأ الامتصاصية الضوئية absorbance للشاهد (Blank) , المحاليل القياسية والعينات بعد 45 دقيقة على طول موجي 430 nm .

8- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية وذلك برسم خط بياني بين قراءة الامتصاص الضوئي وتركيز NO_3-N في المحاليل القياسية على التوالي .
9- اقرأ تركيز النتروجين النتراتي NO_3-N في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحساب :
لحساب النتروجين النتراتي في التربة :

$$NO_3\text{-N (ppm)} = \text{ppm } NO_3\text{-N(from the curve)} \times \frac{A}{Wt} \times \frac{10}{V}$$

حيث إن : A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل) .
V = حجم المستخلص المستخدم للقياس (3 مل) .
Wt = وزن التربة جافة هوائياً (غم) .

ملاحظة :

في حالة احتواء الترب على أكثر من 1 ppm من NO_3-N أضف 0.1 مل من حامض سولفاميك (sulphamic acid 0.2% في $0.1N\ H_2SO_4$) إلى 3 مل من محلول مستخلص العينة .
إذا أعطى ورق الترشيح محاليل أرجوانية اللون اغسل الورق بالماء المقطر ثم جففه قبل الاستعمال .

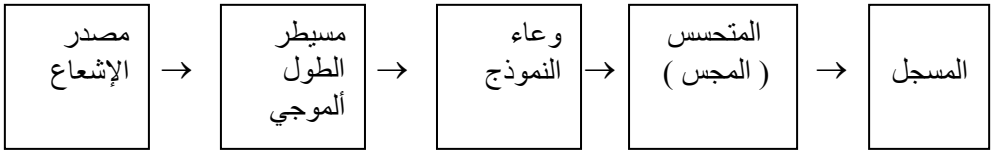
ب- الفسفور P :

تقدير الفسفور باستخدام جهاز المطياف الضوئي Spectrophotometer

المطيافية Spectroscopy :
ويقصد بها استخدام امتصاص الأشعة الكهرومغناطيسية أو انبعاث الأشعة الكهرومغناطيسية من قبل المادة في دراسة هذه المادة وصفياً qualitative أو كمياً quantities أو في دراسة هذه العمليات الفيزيائية .
المادة ربما تكون ذرات أو جزيئات أو ايونات ذرية أو ايونات جزيئية أو مادة صلبة . إن تداخل الشعاع مع المادة يستطيع إن يغير اتجاه مسار الشعاع أو يسبب انتقالات بين المستويات الطاقية للذرات أو الجزيئات .

مقياس الطيف الضوئي Spectrophotometer :
هو جهاز تحليلي مهم يجعل القياسات الكمية للضوء المار خلال محلول رائق ممكنة . الخطوة الأولى في مثل هذه التحاليل هي تعيين الطول ألموجي الأمثل (إي لون الضوء) الذي يستعمل في التحليل .

أجهزة القياس (المطياف) تتألف من :



1- مصادر الإشعاع Radiant Sources :
مواصفاته :
أ- يجب إن يعطي طيف مستمر يحتوي على جميع الأطوال الموجية في منطقة استخدامه .
ب- شدة عالية من السهل تحسسه وقياسه .
ت- شدة الشعاع ثابتة طوال مدة القياس .

هناك نوعيين من المصادر هي :
اولاً : المصادر المولدة للأشعة فوق البنفسجية (UV) :
- مصباح الهيدروجين .
- مصباح الديتريوم .
- مصباح الزئبق .
- مصباح الزينون .

ثانياً : المصادر المولدة للضوء المرئي (Vis) :
- مصباح خيط التنكستن Tungsten filament الذي يمكن استخدامه في Vis , IR القريبة ايضاً .

2- مسيطر الطول الموجي :
يوجد نوعين هما :
أ- المرشحات Filters .
ب- مونوكروميتر : يتألف من :
1- فتحة دخول الشعاع .
2- عدسات متوازية أو مرآة تجمع الشعاع .
3- موشور أو محزز يشتت الشعاع .
4- عدسات التعديل البؤري .
5- فتحة الخروج .

3- خلايا الامتصاص Absorption cell :

خلايا يوضع فيها Blank , Sample تصنع من :
1- مادة الزجاج .
2- سليكيا .
3- نوع خاص من السليكيا .
4- كوارتز .
5- سليكيا منصهرة .

ملاحظة : سمك الخلية يعتمد على حساسية النموذج للضوء ودقة فصل الجهاز .

4- المتحسسات (المجس , المكاشيف) Receptor or Detectors :
ذلك الجزء الذي يمتص الفوتونات الساقطة عليه ويحولها إلى كمية قابلة للقياس مثل :
1- اسوداد اللوح الفوتوغرافي .
2- قياس التيار الكهربائي .
3- متحسس بدرجة الحرارة .

مواصفات المجس :
1- ذو حساسية عالية .
2- استجابة سريعة .
3- ثباتية عالية .
4- إشارات سهلة التكبير .

5- المسجل Recorder :
هو الجزء الذي يحول الإشارة القادمة من المجس إلى صيغة مناسبة يستفاد منها في التحليل .

أنواع المطاييف :

1- **المطياف أحادي الحزمة Single – Beam UV – Vis Spectrophotometer :**
يتألف من :
- مصدر ضوء أحادي الطول ألموجي .
- خلية النموذج .
- متحسس ضوئي (مكشاف) detector .
- مشتت .
- شق أو فتحة (Slit) .

عيوب المطياف أحادي الحزمة :

أ- تتغير قراءتها بتغير شدة مصدر الشعاع بسبب تغير حرارة المصباح وتغير الفولتية الكهربائية .
ب- عدم توفر إمكانية المقارنة مع المذيب انياً .

2- **المطياف مزدوج الحزمة Dubal – Beam UV – Vis Spectrophotometer :**
يتألف من :
1- مصدر شعاع (مصباح تنكستن) .
2- عاكس ومرآة تفرق الحزمة الضوئية .
3- خلية النموذج وخلية الربع .
4- متحسس (detector) .

- الفسفور القابل للاستخلاص :

بسبب أهميته كأحد العناصر الغذائية الرئيسية , ونتيجة عدم توفره بشكل كاف في الترب الكلسية – القلوية . يقاس الفسفور (P) فعلياً في جميع مختبرات التربة حيث وبالمقارنة مع النتروجين ومعظم العناصر الأخرى , فان اختبارات التربة للفسفور تعتبر بشكل عام مؤشراً يعتمد عليه في حاجة المحاصيل الحقلية للسماد الفوسفاتي وان مركبات الفسفور في الترب مختلفة إلى درجة كبيرة ومرتبطة بنوع التربة أو المادة الأصل . هناك طرق عديدة تستخدم لتقييم خصوبة التربة ويجب إن ترتبط إي طريقة جيدة مع امتصاص المحصول للفسفور . وايضاً يجب إن تكون هذه الطرق بسيطة , وسريعة , وسهلة الإجراء , وغير مكلفة . وهذه الطرق قد تختلف في المبدأ والتفاصيل التقنية ولكنها جميعاً تتألف من جزئيين :

- تحضير المحلول (المستخلص) الحاوي على الفسفور .
- تقدير (قياس) الفسفور في هذا المحلول .

تلبي طريقة بيكاربونات الصوديوم (المصدر : (Olsen et al (1954) هذه المواصفات . تحتوي الترب الكلسية والقاعدية والترب الاعتيادية على فوسفات الكالسيوم وباستخدام مستخلص بيكاربونات الصوديوم سوف يقلل من تركيز الكالسيوم Ca^{++} في المحلول بسبب ترسيب الكالسيوم على شكل $CaCO_3$, وكنتيجة لذلك يزداد تركيز الفسفور في المحلول .
طريقة بيكاربونات الصوديوم طورت ووصفت من قبل (Olsen et al (1954) حيث يستخدم الفحم الأسود carbon black في محلول الاستخلاص لإزالة اللون (بسبب وجود المادة العضوية في التربة) من المستخلص . وقد عدلت هذه الطريقة فيما بعد بشكل بهمل فيه استخدام الفحم الأسود (Murphy and Riley, 1962 : Watanabe and Olsen and Sommers, 1982 : المصدر) في الطريقة المعدلة , يستخدم محلول وحيد يحتوي على مولبيدات الامونيوم ammonium molybdate الزرقاء , حامض الاسكوربيك ascorbic acid وكمية قليلة من انتيمون antimony لتطوير اللون في مستخلصات التربة . حيث تعتبر هذه الطريقة من أكثر الطرق حساسية ولذلك تستخدم بشكل واسع في قياس الفسفور في المستخلص الحاوي على كميات قليلة من الفسفور وكذلك قياس فسفور التربة الكلي .
تعتمد هذه الطريقة على مبدأ إن محلول المولبيديت ألحامضي يحتوي على ايونات الاورثوفوسفيت , معقدات الفسفومولبيدات تختزل من قبل حامض الاسكوربيك وعوامل الاختزال الأخرى إلى المولبيدينوم Mo ازرق اللون .
شدة اللون تتغير مع تركيز الفسفور وعوامل أخرى مثل الحامضية والمواد التي تؤثر على ظروف الأكسدة – الاختزال في النظام .

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي الضوئي أو اللوني طول الموجة 882nm .
جهاز رج كهربائي ترددي .
قارورة استخلاص سعة 250 مل مع سدادة .
أدوات زجاجية مختبرية قياسية : كؤوس , دوارق حجمية , ماصات و أقماع .

المحاليل :

1- محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH(5N)
أذب 200 غ من هيدروكسيد الصوديوم في الماء المقطر وانقل المحلول إلى دورق حجمي سميك الجدران سعة لتر , دعه ليبرد وأكمل الحجم بالماء المقطر .
2- محلول بيكاربونات الصوديوم $NaHCO_3$(0.5 M)
أذب 42 غ من بيكاربونات الصوديوم في 900 مل عدل المحلول إلى PH 8.5 بمحلول NaOH (5N) وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر حافظ على القارورة مغلقة لا تحتفظ بها لأكثر من شهر في وعاء زجاجي أو استخدام قارورة من البولي اثلين لفترات تزيد على الشهر الواحد .
3- محلول حامض الكبريتيك H_2SO_4(5N)
خفف 148 مل من حامض الكبريتيك المركز (في حجرة شفط الأبخرة) بالماء المقطر امزج جيداً دعه يبرد وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .
4- دليل -P– نيتروفينول 0.25 % V/W
5- محلول إلام القياسي :

- جفف حوالي 2.5 غم من فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين KH_2PO_4 بالفرن على درجة حرارة 105 م° لمدة ساعة واحدة برد بالمجفف وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 2.197 غم فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين المجففة في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر يحتوي هذا المحلول على 500 ppm من الفسفور (محلول إلام) .
- خفف 50 مل من محلول إلام إلى دورق سعته 250 مل حجم نهائي بإضافة الماء المقطر هذا المحلول يحتوي على 100 ppm من الفسفور (المحلول إلام المخفف).
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام المخفف كالتالي : خفف 25,20,15,10,5 من محلول إلام المخفف إلى دوارق حجمية سعة 500 مل تحتوي هذه المحاليل على 5,4,3,2,1ppm من الفسفور على التوالي .

6- محلول A :

- أذب 12 غم من هيبتا مولبيدات الامونيوم $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ في 250 مل من الماء المقطر .
- أذب 0.2908 غم من طرطرات البوتاسيوم الانتيموني $(KsbO.C_4H_4O_6)$ في 100 مل من الماء المقطر .
- أضف كلا المحلولين المذابين إلى دورق حجمي سعة لترين ثم أضف لتر من محلول H_2SO_4(5N) (148 مل من H_2SO_4 المركز لمل لتر) إلى المزيج امزج جيداً ثم خفف الحجم إلى لترين بالماء المقطر . أحفظ المزيج في قارورة بيروكس Pyrex في مكان مظلم وبارد .

7- محلول B :

أذب 1.056 غم من حامض الاسكوربيك $(C_6H_8O_6)$ في 200 مل من محلول A امزج جيداً يجب تحضير هذا المحلول عند الضرورة لصعوبة الاحتفاظ به أكثر من 24 ساعة .

طريقة العمل :

1- زن 5 غ من التربة الجافة هوائياً (2 ملم) في دورق ارلنماير سعة 250 مل أضف 100 مل من محلول بيكاربونات الصوديوم 0.5 M .
2- أغلق الدورق بسدادة مطاطية ثم رجه لمدة 30 دقيقة على جهاز رج كهربائي بسرعة 200-300 دورة / دقيقة . رج دورق واحد يحتوي على جميع المحاليل الكيمائية ماعدا التربة (Blank) .
3- رشح المعلق بورقة ترشيح whatman NO.40 واسحب بواسطة الماصة 10 مل من الراشح الصافي إلى دورق حجمي سعته 50 مل .
4- حمض المحلول بحامض الكبريتيك (5N) إلى درجة PH = 5.0 ويمكن تحقيق ذلك بأخذ 10 مل محلول $NaHCO_3$ (0.5M) وقدر كمية الحامض المطلوب لإيصال المحلول إلى درجة PH = 5.0 مستخدماً دليل P – نيتروفينول % 0.25 (يتغير اللون من الأصفر إلى بلا لون) عندئذ أضف كمية الحامض المطلوبة إلى جميع العينات (بالتجربة وجد إن 1 مل من H_2SO_4 (5N) كافية لتحميص كل مستخلص مكون من 10 مل من $NaHCO_3$.
5- أضف الماء المقطر حتى حجم 40 مل ثم أضف 5 مل من محلول B وأكمل الحجم إلى 50 مل .

ملاحظة مهمة :

لا تحرك الدوارق مباشرة بعد إضافة 1 مل من H_2SO_4 (5N) لأنه يعطي فوران زائد .

6- حضر المنحني القياسي كما يلي :
- اسحب بواسطة الماصة 2 مل من كل محلول قياسي (5-1ppm) وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- كذلك حضر شاهداً (blank) بسحب 10 مل $NaHCO_3$(0.5M) وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- اقرأ الامتصاص الضوئي absorbance للشاهد (blank) والمحاليل القياسية والعينات بعد 10 دقائق على طول موجة 882 nm .

7- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية , وذلك برسم خط بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي وتراكيز الفسفور في المحاليل القياسية على التوالي .

8- اقرأ تركيز الفسفور في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحساب :

من اجل الفسفور القابل للاستخلاص في التربة :

$$\text{Extractable P(ppm)} = \text{ppm P(من المنحني القياسي)} \times \frac{A}{Wt} \times \frac{50}{V}$$

حيث إن :
A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل)
V = حجم المستخلص المستخدم للقياس (مل)
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غ)

ملاحظات :

1- تستخدم وحدة جزء بالمليون ppm (part per million) بشكل عام في تحليل التربة والنبات حيث إن جزءاً واحداً من المليون يعادل بالضبط 1 ملغ / لتر إذا كان الوزن النوعي للمحلول يعادل 1 كغم / لتر بالضبط ولتخفيف المحاليل القياسية في الماء المقطر نجد إن جزءاً واحداً من المليون يساوي على وجه التقريب 1 ملغ / لتر في درجة حرارة الغرفة .

2- تعتمد كمية الفسفور المستخلص من التربة في العينات على المعاملات السابقة , زمن الرج وسرعته ودرجة الحرارة خلال عملية الترشيح لذلك يجب توحيد كل هذه المعاملات خلال عملية الترشيح .
3- إذا كانت العينات المحضرة للقياس غامقة اللون مقارنة مع أعلى محلول قياسي محضر فلابد من سحب كمية اقل من المستخلص ومن ثم تعدل الحسابات وفقاً لذلك لان المحلول الغامق في العينة لا يمكن التخفيف منه .
4- يجب إن لا تغسل الأدوات والزجاجيات المستعملة في هذا التحليل بمنظفات تحتوي على الفسفور (علماً إن معظم المنظفات تحتوي على الفسفور) .
5- من الأفضل استعمال نفس أسلوب القياس الزجاجي cuvette عند قراءة الناقلية الضوئية absorbance في جهاز التحليل الطيفي الضوئي بسبب التباين في كثافة أنابيب القياس الزجاجية .

- الفسفور الكلي :

تشكل جزيئات الفسفور المتوفرة في النبات "plant – available p " نسبة صغيرة من الفسفور الكلي . ويشمل قياس الفسفور الكلي هضم عينة التربة بحامض قوي وانحلال كل إشكال الفسفور أو المعادن العضوية واللاعضوية غير القابلة للذوبان . ويستخدم هذا القياس عادة في دراسات نشوء الترب والمعادن .

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي الضوئي أو اللوني , طول الموجة 410 nm .
جهاز هضم .
أدوات زجاجية مختبرية قياسية : كؤوس , دوارق حجمية , ماصات , أقماع .
جهاز خلاط أنابيب دوراني .

المحاليل :

أ- حمض البيروكلوريك ($HCLO_4$) , 60 % .
ب- هيبتا مولبيدات الامونيوم فاندات – الامونيوم في حامض النتريك :

- أذب 22.5 غم من هيبتا مولبيدات الامونيوم { $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ } في 400 مل من الماء المقطر (a)
- أذب 1.25 غم من فاندات الامونيوم (NH_4VO_3) في 300 مل من الماء المقطر (b) .
- أضف (b) و(a) إلى دورق حجمي سعة لتر , اترك المزيج ليبرد حتى درجة حرارة الغرفة .
- أضف ببطء 250 مل من حامض النتريك المركز (HNO_3) إلى المزيج , برد المحلول إلى درجة حرارة الغرفة ثم خفف إلى الحجم بالماء المقطر .

ج- محلول إلام القياسي :

- جفف حوالي 2.5 غم من فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين (KH_2PO_4) بالفرن على درجة حرارة 105 م° لمدة ساعة واحدة , برد بالمجفف , وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 0.4393 غم من فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين المجففة في الماء المقطر , ثم أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر . هذا المحلول يحتوي على 100 ppm من الفسفور (محلول إلام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام كالتالي : خفف 1, 2 , 3 , 4 , 5 مل من محلول إلام إلى 50 مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منهما الماء المقطر . هذه المحاليل تحتوي على 2, 4 ,6, 8 , 10 ppm من الفسفور على التوالي .

طريقة العمل :

أ- الهضم :

1- زن 2 غم من التربة الجافة هوائياً (0.15) ملم إلى أنبوب هضم حجمي سعة 250 مل .
2- أضف 30 مل من حامض البيروكلوريك 60 % عدة قطع من حجر الخفان لتنظيم الغليان , امزج جيداً .
3- ضع حامل الأنابيب tubes rack في جهاز الهضم block – digester , وسخن بلطف إلى حوالي 100 م° .
4- ارفع درجة حرارة جهاز الهضم ببطء إلى 180 م° , اترك العينات لتهضم حتى ظهور أبخرة بيضاء كثيفة من الحامض . استخدم كمية قليلة إضافية من حامض البيروكلوريك لغسل جوانب أنبوب الهضم عند الضرورة .
5- استمر بالتسخين عند درجة حرارة الغليان لمدة 15-20 دقيقة إضافية . في هذه المرحلة تصبح المادة الغير قابلة للذوبان أشبه بالرمل الأبيض . تستغرق عادة عملية الهضم الكلي بطريقة حامض البيروكلوريك حوالي 40 دقيقة

6- دع المزيج يبرد , ثم أضف الماء المقطر للحصول على حجم 250 مل , امزج المحتويات , رشح بورقة ترشيح Whatman No. 1 .

ملاحظة :

إذا كانت عينات التربة غنية بالمادة العضوية , أضف 20 مل من HNO_3 المركز قبل الخطوة الثانية , ويتم التسخين بشكل حذر لأكسدة المادة العضوية .

ت- القياس :

1- اسحب بواسطة الماصة 5 مل من العينة المهضومة إلى دورق حجمي سعة 50 مل .
2- أضف 10 مل من محلول هيبتا موليبدات – فاندات الامونيوم , وخفف إلى الحجم بالماء المقطر .
3- حضر المنحني القياسي كما يلي :

- اسحب بواسطة الماصة 5 مل من كل محلول قياسي (2 – 10 ppm) , وتابع الإجراءات كما هو الحال مع العينات .
- كذلك حضر شاهداً بسحب 10 مل من محلول هيبتا موليبدات – فاندات الامونيوم , وتابع الإجراءات كما هو الحال مع العينات .
- اقرأ الامتصاص الضوئي absorbance للشاهد , المحاليل القياسية , والعينات بعد 10 دقائق على طول موجة 410 nm .

4- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية , وذلك برسم خط بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي وتراكيز الفسفور في المحاليل القياسية , على التوالي .
5- اقرأ تركيز الفسفور في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحسابات :

من اجل الفسفور الكلي في التربة :

$$\text{Total P (ppm)} = \text{ppm P (من المنحي القياسي)} \times \frac{A}{Wt} \times \frac{50}{V}$$

حيث إن :
A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل) .
V = حجم المستخلص المستخدم للقياس (مل) .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .

ج- البوتاسيوم K :

مقياس طيف اللهب (جهاز التحليل الطيفي باللهب Flame photometer)

1- وصف الجهاز Instrument description :

جهاز طيف اللهب ذو حرارة واطئة Low temperature وقناة مفردة single channel وصمم من اجل التقديرات الروتينية للصوديوم والبوتاسيوم مع مرشحات إضافية جاهزة لتقدير الليثيوم والكالسيوم والباريوم , وهو جهاز القراءات الرقمية المباشرة adirect reading digital instrument صمم لان يستخدم في التطبيقات (الطبية . الصناعية والتعليمية) للتأكد من حصولك على الإجراء الأمثل من الجهاز يرجى قراءة الدليل بعناية وارجع إليه في حالة حصول شك معين .

2- أساسيات الاشتغال Principles of Operation :

جهاز مقياس طيف اللهب يعتمد على حقيقة وهي إن مكونات الفلزات القاعدية وفلزات التربة القلوية (الفلزات القلوية للتربة) Compounds of the alkali and alkaline earth metal بالإمكان فصلها حرارياً باللهب هذا وان بعض الذرات المنتجة سوف تثار excited إلى مستوى طاقة أعلى Higher energy level . وعندما تعود هذه الذرات إلى الحالة المستقرة Ground state سوف تبعث إشعاع emit الذي يكون موقعه بشكل رئيسي في المنطقة المرئية من الطيف الضوئي visible region of the spectrum . إن كل عنصر سوف يبعث اشعاعاً عند الطول ألموجي الخاص بذلك العنصر , عند بعض المديات من التركيز فان شدة الانبعاث تتناسب مع التركيز (النموذج) .
إن الضوء المنبعث من قبل العنصر عند أطوال موجية خاصة يفصل isoleted بواسطة مرشحات بصرية optical filter وتقاس شدة الضوء بواسطة كواشف ضوئية photodetector عندها الإشارة الكهربائية electrical signal يمكن الحصول عليها لتتناسب مع تركيز النموذج .
Such an electrical signal can be processed and the read out obtainel in an analogue or digital form .

3- **Specification :**
الحساسية sensitivity
القراءة 100.0 يمكن تطبيقها عند التراكيز :

Na	3 – 100 ppm
K	3 – 100 ppm
Li	3 – 100 ppm

البوتاسيوم K القابل للاستخلاص (Extractable – K) :

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي باللهب Flame photometer عند طول موجي 767 nm .
أدوات زجاجية مختبرية قياسية : كؤوس , دوارق حجمية , ماصات , أقماع .

المحاليل :

1- محلول خلات الامونيوم (NH_4OAC) ,1 N
- أضف 57 مل من حامض ألخليك المركز (CH_3COOH) إلى 800 مل من الماء المقطر ثم أضف 68 مل من هيدروكسيد الامونيوم المركز (NH_4OH) , امزجه جيداً , دع المزيج يهدأ.
- عدل درجة PH إلى 7.0 بإضافة حامض ألخليك acetic acid أو هيدروكسيد الامونيوم ammonium hydroxide , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

2- محلول إلام القياسي
- جفف حوالي 3 غم من كلوريد البوتاسيوم (KCL) بالفرن على درجة حرارة 105 م° لمدة ساعة واحدة , برد بالمجفف , وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 1.907 غم من كلوريد البوتاسيوم المجفف في الماء المقطر , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر . يحتوي هذا المحلول على 1000 ppm من البوتاسيوم (محلول إلام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام كالتالي : خفف 20,15,10,8,6,4 مل من محلول إلام إلى 100 حجم نهائي حيث يضاف لكل منهم محلول خلات الامونيوم (NH_4OAC) , 1 N . هذه المحاليل تحتوي على 200,150,100,80,60,40,20 K ppm .

ملاحظة :

يجب تحضير المحاليل القياسية عند تقدير البوتاسيوم الذائب Soluble - K في الماء المقطر ولكن لأجل تقدير البوتاسيوم القابل للاستخلاص Extractable – K يجب تحضيره في محلول خلات الامونيوم (NH_4OAC), 1 N .

طريقة العمل :

1- زن 5 غم من التربة الجافة هوائياً (اقل من 2 ملم) إلى أنبوب طرد مركزي سعة 50 مل , أضف 20 مل من محلول خلات الامونيوم ثم رج لمدة 5 دقائق على جهاز الرج الكهربائي يجب إغلاق الأنابيب بسدادات مطاطية نظيفة مصنوعة من مادة البولي اثلين .
2- ثفل حتى يصبح السائل رائقاً , ثم يجمع المستخلص في دورق حجمي سعته 100 مل عبر ورقة ترشيح لاستبعاد أية جزيئات من التربة . تكرر هذه العملية مرتين إضافيتين ويجمع الراشح .
3- خفف مستخلصات خلات الامونيوم المركبة إلى الحجم بمحلول خلات الامونيوم (NH_4OAC) 1 N .
4- اقرأ سلسلة المحاليل القياسية المناسبة للبوتاسيوم , وارسم المنحني البياني .

5- اقرأ تركيز العينات (مستخلصات التربة) , وخذ قراءات الطيف على جهاز التحليل الطيفي باللهب بطول موجة nm767
6- احسب تركيز البوتاسيوم (K) طبقاً للمنحني البياني .

الحسابات :
من اجل البوتاسيوم القابل للاستخلاص في التربة :

$$\text{Extractable K(ppm)} = \text{ppm K (من المنحني القياسي)} \times \frac{A}{Wt}$$

حيث إن : A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل) .
Wt = وزن التربة جافة هوائياً (غ) .

ـ البوتاسيوم الذائب :

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

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي باللهب .
جهاز الرج الكهربائي الترددي .

المحاليل :

في هذا الجزء تقدر كمية البوتاسيوم المستخلصة من التربة بواسطة الماء المقطر .
محلول إلام القياسي :

- جفف حوالي 3 غم من كلوريد البوتاسيوم (KCL) بالفرن على درجة حرارة 240 م° لمدة ساعة واحدة برد بالمجفف وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 1.907 غم من كلوريد البوتاسيوم المجفف في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر هذا المحلول يحتوي على 1000 ppm من البوتاسيوم (K المحلول إلام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام كالأتي : خفف 20,15,10, 8,6,4,2 مل من محلول إلام إلى 100 مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منها الماء المقطر . هذه المحاليل تحتوي على 200,150,100,80,60,40,20 ppm K .

طريقة العمل :
1- زن 5 غم من التربة الجافة هوائياً (اقل من 2 ملم) إلى دورق ارلنماير سعة 250 مل أضف 100 مل من الماء المقطر , ثم رج لمدة ساعة واحدة .
2- رشح ثم اقرأ تركيز البوتاسيوم الذائب في جهاز التحليل الطيفي باللهب . عند اخذ قراءة تركيز البوتاسيوم يجب إن نحضر منحني بياني للمحاليل القياسية في أعلاه .

الحسابات :
من اجل البوتاسيوم الذائب في التربة :

$$\text{Soluble K (ppm)} = \text{ppm K(من المنحني القياسي)} \times \frac{A}{Wt}$$

حيث إن : A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل) .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .

ـ البوتاسيوم المتبادل :

يشكل عادة البوتاسيوم المتبادل الموجود في مواقع التبادل أو على سطوح معادن الطين , الجزء الأكبر من إجمالي البوتاسيوم القابل للاستخلاص ويمكن استنتاج كميته من المعادلة التالية :

من اجل البوتاسيوم المتبادل في التربة :

Exchangeable K (ppm) = Extractable K(ppm) – Soluble (ppm)

ملاحظات :

1- يمكن قياس الصوديوم Na , والكالسيوم Ca , والمغنزيوم Mg المتبادل بنفس الطريقة التي يقاس بها البوتاسيوم المتبادل K . حيث يتم قياس Mg , Ca , Na القابل للاستخلاص في محلول خلات الامونيوم , ويتم قياس Mg , Ca , Na الذائب في محلول الماء المقطر . وسيمثل الفرق قيم Mg , Ca , Na المتبادل على التوالي .
2- يمكن تحضير سلسلة من المحاليل القياسية للصوديوم تتراوح بين 20 إلى 200 ppm في محلول خلات الامونيوم للحصول على الصوديوم القابل للاستخلاص . وفي الماء المقطر من اجل الحصول على الصوديوم الذائب .
3- بعد عملية الاستخلاص , يجب عدم حفظ الراشح الحاوي على Mg , Ca , Na , K لأكثر من 24 ساعة ما لم يحفظ في مكان بارد أو يعامل معاملة خاصة لمنع النمو البكتيري .
4- يمكن حفظ عينات التربة المجففة بالهواء لعدة شهور دون حدوث إي تأثيرات في محتوياتها من العناصر Mg , Ca , Na , K المتبادلة .

6- تقدير الصوديوم Na :

يمكن استخلاص الصوديوم (Na) بمحلول خلات الامونيوم بنفس الطريقة التي يستخلص بها البوتاسيوم , بينما يمكن الحصول على الصوديوم الذائب من مستخلص الماء المقطر او من مستخلص العجينة المشبعة saturated paste عند تقدير EC لاحقاً يمكن تقدير الصوديوم في المستخلص بواسطة جهاز التحليل الطيفي باللهب . فعناصر كثيرة بما فيها الصوديوم لها خاصية اصدار ضوء (لون) ذو طول موجة خاص بالعنصر وكثافة متناسبة مع التركيز عندما تتعرض املاحها للهب .(Richards. 1954) . وينطبق هذا بشكل خاص على عنصر الصوديوم بسبب خاصية اصدار ضوء ذو لون اصفر محمر رائع .

المحاليل :

1- محلول كلوريد الليثيوم (LiCl) , 100 ppm

- اذب 6.109 غم من كلوريد الليثيوم الجاف في الماء المقطر , واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر . يحتوي هذا المحلول على LiCl 1000 ppm (محلول الام) .
- خفف 100 مل من محلول الام الى حجم لتر بالماء المقطر , هذا المحلول يحتوي على LiCl 1000 ppm (محلول الام المخفف) .

2- محلول الام القياسي

- جفف حوالي 5 غم من كلوريد الصوديوم (NaCl) بالفرن بدرجة حرارة 110 م° لمدة 3 ساعات , برد بالمجفف , واحفظه في زجاجة محكمة الاغلاق .
- اذب 2.5418 غم من كلوريد الصوديوم المجفف في الماء المقطر , واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر . يحتوي هذا المحلول على 1000 ppm صوديوم (Na محلول الام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول الام كالتالي : خفف 20,15,10,8,6,4,2 مل من محلول الام الى 100 حجم نهائي حيث يضاف لكل منهم الماء المقطر او محلول خلات الامونيوم 1 N . واضف 25 مل من LiCl محلول الام المخفف (100 ppm) . هذه المحاليل تحتوي على 200,150,100,80,60,40,20 Na ppm , مع نفس التركيز من محلول LiCl (25 ppm) لكل المحاليل .

طريقة العمل :

1- شغل جهاز الطيفي باللهب وفقاً للتعليمات المرفقة بالجهاز .
2- اقرأ سلسلة المحاليل القياسية المناسبة للصوديوم , وارسم المنحني البياني .
3- اقرأ تركيز الصوديوم في العينات (مستخلصات التربة) , وخذ قراءات الطيف على جهاز التحليل الطيفي باللهب بطول موجة 589 nm .
4- احسب تركيز الصوديوم طبقاً للمنحني البياني .

الحسابات :

من اجل الصوديوم الذائب او القابل للاستخلاص في التربة :

$$Na\ (meq/L) = meq/L\ \ Na\ (\text{من المنحني القياسي}) \times \frac{A}{Wt}$$

$$Na\ (ppm) = meq/L\ \ Na\ (\text{من المنحني القياسي}) \times \frac{A}{Wt} \times 23$$

حيث ان : A = الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص (مل) .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .
23 = الوزن الذري للصوديوم .

7- تقدير الكبريتات SO4-S :

1- طريقة العكارة :

إن الطريقة الشائعة في تقدير الكبريت (S) في الترب القلوية يتم باستخلاص SO_4 – S بمحلول $CaCL_2.2H_2O$ 0.15 % (Williams and Steinbergs. 1959) ومن ثم قياس تركيز SO_4 – S في المستخلصات بطريقة العكارة باستخدام محلول كبريتات الباريوم (Verma. 1977) .
وبشكل عام , يكون المدى الحرج لتركيز SO_4 – S حوالي 10-13 ملغ/ كغم المستخلص بواسطة محلول $CaCL_2.2H_2O$ بالنسبة للحبوب كالقمح و الذرة الصفراء وبالنسبة لمحاصيل البذور الزيتية كالخردل (Tandon. 1991) .

الأجهزة :

جهاز رج كهربائي ترددي .
جهاز التحليل الطيفي أو اللوني طول ألموجي 470nm .

المحاليل :

1- محلول كلوريد الكالسيوم ثنائي الماء ($CaCL_2.2H_2O$) 0.15 %
أذب 1.5 غم من كلوريد الكالسيوم ثنائي الماء في حوالي 700 مل من الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .
2- محلول حامض الهيدروكلوريك HCL (6M) .
خفف 496.8 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز (37%) في الماء المقطر , امزج جيداً , دعه يبرد . أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .
3- كلوريد الباريوم ($BaCL_2.2H_2O$) بلوري .
4- سوربيتول sorbitol 70% محلول مائي .
5- محلول إلام القياسي :
- أذب 0.5434 غم من كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر , هذا المحلول يحتوي على 100 ppm SO_4-S (المحلول إلام) .

- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام كالتالي : خفف 50,40,30,20,10,5 مل من محلول إلام إلى 100 مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منهما محلول كلوريد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15% هذه المحاليل تحتوي على 50,40,30,20,10,5 ppm (SO_4-S) على التوالي .

طريقة العمل :

أ- الاستخلاص :

1- زن5 غم من التربة الجافة هوائياً (2 ملم) في دورق ارلنماير سعة 150 مل .
2- أضف 25 مل من محلول كلوريد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15% (لا تستخدم سدادة مطاطية أو تلف السدادة المطاطية برقاقة من البولي اثلين , الأخطاء الناجمة عن الأكسدة التدريجية لمكونات الكبريت تتواجد في السدادة) .
3- رج لمدة 30 دقيقة على جهاز رج كهربائي ترددي 180 دورة / دقيقة .
4- رشح المعلق بورقة ترشيح whatman NO.42 تعطي الطريقة مستخلصات عديمة اللون تقريباً .

ب- قياس SO_4-S :

1- اسحب بواسطة الماصة 10 مل من المستخلص إلى أنبوب اختبار سعة 50 مل أو اسحب كمية اقل مخففة إلى 10 مل بالماء المقطر .
2- أضف 1 مل من محلول حامض الهيدروكلوريك (6M) بإضافة 5 مل من محلول سوربيتول 70% بواسطة ماصة ذات تدفق كبير, اخيراً أضف حوالي 1 غم من كلوريد الباريوم البلوري (مستخدماً ملعقة قياسية) .
3- رجه بقوة (على جهاز رج أنابيب اختبار لمدة 30 دقيقة) لإذابة كلوريد الباريوم والحصول على معلق متجانس .
4- حضر المنحني القياسي كما يلي :
- اسحب بواسطة الماصة 10 مل من كل محلول قياسي (ppm 0-50) وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- كذلك حضر شاهداً بسحب 10 مل من محلول كلوريد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15% وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- اقرأ الامتصاص الضوئي absorbance (turbidity) للشاهد (Blank) , المحاليل القياسية والعينات مباشرة عند طول موجة 470 nm .

5- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية وذلك برسم خط بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي وتراكيز SO_4-S في المحاليل القياسية على التوالي .
6- اقرأ تركيز SO_4-S في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحسابات :

من اجل الكبريتات بطريقة العكارة في التربة :

$$SO_4\text{-S (ppm)} = \text{ppm } SO_4\text{-S (from the curve)} \times \frac{A}{Wt}$$

حيث إن A = الحجم الكلي للمستخلص (مل) .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .

ملاحظات :

1- لا تترك المحاليل القياسية والعينات المجهولة (مستخلصات التربة) لفترة تزيد عن 2-3 دقائق وخلافاً لذلك يجب إعادة عملية رج المعلق قبل اخذ القراءة من جهاز التحليل الطيفي باللون .
2- أعط نفس الوقت تقريباً للمحاليل القياسية والعينات المجهولة بين الرج وقراءة العكارة في جهاز التحليل الطيفي باللون

2- طريقة الترسيب :

تقدر الكبريتات عادة في الماء بطريقة ترسيب كبريتات الباريوم (Richards. 1954) .

الاجهزة :

جهاز رج كهربائي ترددي .
مرمدة muffle furnace .

المحاليل :

1- دليل برتقالي الميثيل { 4-$NaOSO_2C_6H_4$/-4-N $(CH_3)_2$ } , 0.1 %
أذب 0.1 غم من دليل برتقالي الميثيل في 100 مل من الماء المقطر .
2- محلول حامض الهيدروكلوريك (HCL) 1:1
امزج نسبة متساوية من حامض الهيدروكلوريك والماء المقطر .
3- محلول كلوريد الباريوم ($BaCL_2.2H_2O$) , 1 N
أذب 122 غم من كلوريد الباريوم في الماء المقطر , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

طريقة العمل :

6- ضع نسبة من مستخلص التربة الحاوية على 0.05 إلى 0.5 ميلي مكافئ SO_4-S إلى كأس زجاجي pyrex سعة 250 مل ومن ثم خفف المستخلص إلى 50 مل .
7- أضف 1 مل من محلول حامض الهيدروكلوريك (1:1) , 2-3 نقاط من دليل برتقالي الميثيل فإذا لم يتحول اللون إلى اللون الزهري , أضف كمية زائدة من محلول حامض الهيدروكلوريك (1:1) .
8- ضع الكؤوس على هيتر كهربائي hot plate سخن لدرجة الغليان , ثم أضف 10 مل من محلول كلوريد الباريوم 1 N زيادة لكي يترسب SO_4-S على شكل كبريتات الباريوم .
9- اغلي لمدة 5-10 دقيقة والكؤوس مغطاة بزجاجة ساعة ثم اترك المحلول حتى يبرد .
10- رشح المحلول من خلال ورقة ترشيح عديمة الرماد ashless واجمع راسب كبريتات الباريوم على ورقة الترشيح . واغسله عدة مرات بالماء المقطر الفاتر حتى لا يتبقى إي اثر للكلوريد . يمكن فحص وجود الكلوريد في المحلول الراشح بواسطة محلول $AgNO_3$ من فترة إلى أخرى ويدل عدم ظهور اللون الأبيض على انتهاء عملية الغسل .
11- بعد الانتهاء من عملية الغسل , ضع ورقة الترشيح مع الراسب في بودقة بورسلين مجففة ومعروفة الوزن (تجفف على درجة حرارة 105 م° بالفرن لمدة ساعة واحدة حتى تجف وتبرد بالمجفف) .
12- انقل البودقة إلى المرمدة , سخن بالتدريج حتى درجة حرارة 550 م° ثم رمد العينات لمدة 2-3 ساعات .
13- اخرج البودقة من المرمدة ثم ضعها في المجفف حتى تبرد , زن البودقة على ميزان تحليلي حساس وخذ القراءة t .

الحساب :

من اجل الكبريتات بطريقة الترسيب في التربة :

$$SO_4 - S\ (\ meq / L\ ) = \frac{t-b}{V} \times 8.5837$$

حيث إن :

t = وزن البودقة + راسب $BaSO_4$ (غم) .
b = وزن البودقة فارغة (غم) .
V = حجم المستخلص المستخدم في القياس (غم) .

8- تقدير كبريتات الكالسيوم المائية ($CaSO_4.2H_2O$) أو مادة (الجبس) :

Gypsum by Precipitation with Acetone (Quantitative)

تعتبر الترب الحاوية على كميات متباينة من الجبس ($CaSO_4.2H_2O$) شائعة في كثير من المناطق حيث يعتبر الجبس إحدى المشاكل الأساسية في المناطق المروية لذلك من المهم تقديره .
إن الطرق القياسية لتحديد الجبس والموصوفة هنا هي طريقة (Richards. 1954) التي تشمل الترسيب بواسطة محلول الأسيتون acetone .

الأجهزة :

جهاز طرد مركزي , بمعدل 4000 دورة / دقيقة .
أنابيب طرد مركزي , سعة 50 مل .
جهاز قياس الناقلية الكهربائية مع خلية القياس .
جهاز رج كهربائي .

المحاليل :

الأسيتون .

طريقة العمل (كمياً) Quantitative :

1- زن مابين 10 إلى 20 غم تربة جافة هوائياً (تربة متوسطة إلى ناعمة القوام) في دورق مخروطي سعة 250 مل , ومن ثم أضف حجم مناسب من الماء المقطر كاف لإذابة الجبس الموجود .
2- أغلق الدورق المخروطي , ورجه يدوياً ست مرات بفاصل 15 دقيقة أو رج لمدة 15 دقيقة على جهاز الرج الكهربائي .
3- رشح المستخلص باستخدام ورق ترشيح متوسطة المسامية , ثم انقل 20 مل من الراشح إلى أنبوب الطرد المركزي المخروطي سعة 50 مل .
4- أضف 20 مل من الأسيتون , وامزج جيداً ,ثم اترك الأنبوب ثابتاً حتى يرسب الراسب الأبيض المتشكل من الجبس , تحتاج هذه العملية عادة لمدة 5-10 دقائق .
5- ثفل بواسطة جهاز الطرد المركزي بسرعة 4000 دورة / دقيقة لمدة 3 دقائق , صف السائل الطافي , اقلب الأنبوب , ومن ثم صف على ورق ترشيح لمدة 5 دقائق .
6- اخلط الراسب واغسل جدران الأنبوب بإضافة 10 مل من الأسيتون بواسطة الماصة .
7- مرة أخرى , ثفل بواسطة جهاز الطرد المركزي بسرعة 4000 دورة / دقيقة لمدة 3 دقائق , صف السائل الطافي , اقلب الأنبوب , ومن ثم صف على ورق ترشيح لمدة 5 دقائق .
8- أضف 40 مل من الماء المقطر إلى أنبوب الطرد المركزي المخروطي ثم أغلقه بسدادة مطاطية , رج , إلى إن يذوب الراسب بالكامل .
9- قس نسبة EC في المحلول الناتج مع تعديل قراءة EC في درجة حارة 25 م° .
10- يتم تقدير تركيز الجبس في المحلول من خلال الرجوع إلى الرسم البياني المبين بالعلاقة ما بين التركيز concentration وقياس التوصيلية الكهربائية electrical conductivity لمحاليل الجبس . هذا الرسم البياني ممكن إن يرسم وفقاً لشروط (International Critical Tables) حسب المعطيات التالية :

$CaSO_4$ concentration (meq / L)	electrical conductivity at 25 C° (ms/cm)
1	0.121
2	0.226
5	0.500
10	0.900
20	1.584
30.5	2.205

الحساب :

- ملي مكافئ من $CaSO_4$ في المحلول = (meq. / L) $CaSO_4$ من قراءة التوصيلية x (كمية الماء المستخدم في إذابة الراسب ml) / 1000 .

$$\text{Meq. CaSO4} = \frac{(meq./l.ofCaSO4\ fromEC)x(ml.ofWaterUsedToDissolve\,\text{Pr}ecipitate}{1000}$$

- (ملي مكافئ من الجبس مقسوم على 100 غرام من التربة = (100 x ملي مكافئ $CaSO_4$ في المحلول) / (نسبة التربة : الماء x حجم مستخلص تربة – ماء المستخدم ml) .

$$\text{Meq. of gypsum per 100 gm of soil} = \frac{100x(meq.ofCaSO4inaliquot)}{(Soil:WaterRatioxml.ofSoil-WaterExtractUsed)}$$

ملاحظة :

- التراكيز العالية من كبريتات الصوديوم أو البوتاسيوم عندما توجد بكمية كافية دائماً تترسب بواسطة الأسيتون , حيث ممكن إن تصل هذه التراكيز إلى 10 و 50 meq / L , متتالية .
- في معلق (5:1) تربة : ماء , الماء سوف يذوب تقريباً 15 meq. Of $CaSO_4$ / 100 g soil . وقد وجد بان محتوى الجبس في التربة يقارب 15 meq. / 100 g .

لتقدير كمية الجبس في نموذج يجب عمل مكررات باستخدام مستخلصات أكثر تخفيف .

المصدر : (Bower and Huss (1948 .

تقدير كبريتات الكالسيوم ($CaSO_4.2H_2O$) نوعياً :

Gypsum by Precipitation with Acetone **(Qualitative)**

طريقة العمل (نوعياً) Qualitative :

1- زن مابين 10 إلى 20 غم تربة جافة هوائياً (تربة متوسطة إلى ناعمة القوام) في دورق مخروطي سعة 250 مل , ومن ثم أضف حجم مناسب من الماء المقطر كاف لإذابة الجبس الموجود .
2- أغلق الدورق المخروطي , ورجه يدوياً ست مرات بفاصل 15 دقيقة أو رج لمدة 15 دقيقة على جهاز الرج الكهربائي .
3- رشح المستخلص باستخدام ورق ترشيح متوسطة المسامية , ثم انقل 5 مل من الراشح إلى أنبوب الطرد المركزي المخروطي سعة 50 مل .
4- أضف 5 مل من الأسيتون , وامزج جيداً ,ثم اترك الأنبوب ثابتاً حتى يرسب الراسب الأبيض المتشكل من الجبس , تحتاج هذه العملية عادة لمدة 5-10 دقائق , **يمثل هذا الراسب مادة الجبس في التربة** .

ملاحظة :

التربة يجب إن لا تجفف بالفرن لان الحرارة تنشئ تحويل $CaSO_4.2H_2O$ إلى $CaSO_4.0.5H_2O$ حيث يكون هذا المركب الأخير سريع الإذابة في الماء لفترة معلومة في محاليلها .

9- تقدير الكلوريد Cl :

يمكن الحصول على الكلوريد الذائب من مستخلص التربة المشبعة , ويقدر تركيزه في المستخلص بطريقة المعايرة بمحلول نترات الفضة (Richards. 1954) .

المحاليل :

1- محلول كرومات البوتاسيوم (K_2CrO_4) , 5 % في الماء المقطر :
- أذب 5 غ من كرومات البوتاسيوم في 50 مل من الماء المقطر .
- أضف نترات الفضة 1 N تدريجياً حتى يتشكل راسب احمر خفيف ثابت .
- رشح , وأكمل الحجم إلى 100 مل بالماء المقطر .

2- محلول نترات الفضة ($AgNO_3$) , 0.01 N :
- جفف حوالي 3 غ من نترات الفضة بالفرن على درجة حرارة 105 م° لمدة ساعتين , برد بالمجفف , وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 1.696 غ من نترات الفضة المخففة في الماء المقطر , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

3- محلول كلوريد الصوديوم (NaCL) 0.01 N :
- أذب 0.585 من كلوريد الصوديوم المجففة في الماء المقطر , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

طريقة العمل :

1- اسحب بواسطة الماصة 5 - 10 مل من مستخلص التربة المشبعة في جفنة من البورسلين واسعة الفتحة أو في دورق ارلينماير سعة 150 مل .
2- أضف 4 نقاط من محلول كرومات البوتاسيوم .
3- عاير العينات بمحلول نترات الفضة حتى يظهر لون بني مائل إلى اللون الأحمر الدائم .
4- جهز دوماً شاهدين blanks يحتويان كل المحاليل ما عدا التربة , وعامله بالضبط بنفس الطريقة التي تعامل بها العينات ومن ثم اطرح قراءة معايرة الشاهد من قراءات كل العينات .

الحساب :

من اجل الكلوريد في التربة :

$$Cl\ (meq / L) = \frac{(V - B)xNxRx1000}{Wt}$$

حيث ان :

V = حجم محلول $AgNO_3$ 0.01 N المستهلك في معايرة العينة (مل) .
B = حجم معايرة الشاهد (مل) .
R = النسبة بين الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص وبين الحجم المأخوذ للمعايرة .
N = نظامية محلول $AgNO_3$.
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غ) .

تقدير نظامية محلول $AgNO_3$:

- عاير 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم 0.01 N بمحلول نترات الفضة 0.01 N بعد إضافة 4 نقاط من محلول كرومات البوتاسيوم حتى يظهر اللون البني المحمر الدائم .
- خذ القراءة , واحسب نظامية $AgNO_3$:

$$N_{AgNO3} = \frac{10xNNaCl}{VAgNO3}$$

حيث إن :

N_{AgNO3} = نظامية محلول $AgNO_3$.
V_{AgNO3} = حجم محلول $AgNO_3$ المستخدم (مل) .
N_{NaCl} = نظامية محلول NaCl .

10- تقدير البورون B :

أ- طريقة الماء الساخن :

قدمت طريقة الاستخلاص بالماء الساخن من قبل (1939) Berger and Truog . وعدلها الباحثون لاحقاً , وماتزال من اكثر الطرق انتشاراً لقياس بورون التربة " المتاح " او اجزاء البورون المتعلقة بنمو النبات في الترب القلوية . ويقاس البورون في مستخلصات التربة بالطريقة اللونية باستخدام محلول ازوميثان – H (Bingham. 1982) .
وحين تكون مستويات بورون التربة اقل من 0.5 ppm , يحتمل ان تعاني معظم المحاصيل من نقص البورون . ومع ذلك , حيث تكون مستويات بورون التربة اكثر من 5 ppm , ستعاني معظم المحاصيل من سمية البورون .

الاجهزة :

دورق ارلينماير(pyrex) سعة 50 مل , عولجت مسبقاً HCl المركز لمدة اسبوع واحد .
جهاز التحليل الطيفي الضوئي او اللوني , طول الموجة 420 nm .
انابيب اختبار من البولي بروبيلين سعة 10 مل .

المحاليل :

1- المحلول المنظم :

اذب 250 غم من خلات الامونيوم (NH_4OAC) , 15 غم من حامض اثيلين ثنائي امين رباعي الخليك , ملح ثنائي الصوديوم (EDTA ثنائي الصوديوم) في 400 مل من الماء المقطر . ثم اضف ببطء 125 مل من حامض الخليك الثلجي (CH_3COOH) , ثم امزج جيداً .

2- الفحم الفعال (خالي من البورون B – free) :

حضر هذا الفحم بغسله بشكل متكرر (8- 9) بالماء المقطر (يغلى الفحم مع الماء بنسبة 1 : 5) , ثم رشحه . ويمكن فحص وجود البورون في الراشح بواسطة محلول ازوميثان – H لاظهار اللون . استمر بالغسل حتى تحصل على راشح خالي من البورون .

3- محلول ازوميتان – H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$) :

اذب 0.45 غم من ازوميتان – H في 100 مل من محلول حامض الاسكوربيك L-ascorbic acid 1% يحضر هذا المحلول اسبوعياً بشكل طازج ويحفظ في البراد .

4- محلول الام القياسي :

- اذب 0.114 غم من حامض البوريك (H_3BO_3) في الماء المقطر , واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر .هذا المحلول يحتوي على 20 ppm بورون (محلول الام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول الام كالتالي : خفف 2.5 , 5.0 , 7.5 , 10.0 , 12.5 , 15.0 مل من محلول الام الى 100 مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منهم الماء المقطر . هذه المحاليل تحتوي على 0.5 , 1.0 , 1.5 , 2.0 , 2.5 , 3.0 ppm على التوالي .

طريقة العمل :

أ- الاستخلاص

1- ضع 10 غم من التربة الجافة هوائياً في دورق ارلنماير (pyrex) سعة 50 مل , عولج مسبقاً HCL المركز لمدة اسبوع واحد .
2- اضف حوالي 0.2 غم من الفحم الفعال (خالي من البورون) .
3- اضف 20 مل من الماء المقطر .
4- اغل على هيتر معدني لمدة 5 دقائق الدورق المغطى بزجاجة ساعة .
5- رشح المعلق مباشرة من خلال ورقة ترشيح Whatman No. 40 . عندها يكون الراشح جاهزاً لتقدير البورون .

ب- القياس :

1- اسحب بواسطة الماصة 1 مل من المستخلص الى انبوب بولي بروبيلين سعة 10 مل .
2- اضف 2 مل من المحلول المنظم .
3- اضف 2 مل من محلول ازوميتان – H , وامزج جيداً .
4- حضر المنحني القياسي كما يلي :

- اسحب بواسطة الماصة 1 مل من كل محلول قياسي (0.5 – 3.0 ppm) , وتابع الاجراءات كما هو الحال في العينات .
- كذلك حضر بلانك بسحب 1 مل من الماء المقطر , وتابع الاجراءات كما هو الحال في العينات .

- اقرأ الامتصاص الضوئي absorbance للبلانك , المحاليل القياسية , ثم العينة على طول موجة 420 nm .

5- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية , وذلك برسم خط بياني بين قراءاتالامتصاص الضوئي وتراكيز البورون في المحاليل القياسية , على التوالي .
6- اقرأ تركيز البورون (B) في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحساب :
من اجل البورون القابل للاستخلاص في التربة :

$$\text{B ppm} = \text{ppm B (من المنحني القياسي)} \times \frac{A}{Wt}$$

حيث ان : A = الحجم الكلي للمستخلص (مل) .
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم) .

ملاحظة :
يجب الاقلال من استخدام الاواني الزجاجية قدر الامكان واستخدام دوماً اواني زجاجية معالجة بمادة HCL المركز (تنقع لمدة اسبوع) , عند الضرورة .

ب- طريقة حامض الهيدروكلوريك المخفف

بالرغم من ان طريقة الاستخلاص بالماء الساخن (HWE) واسعة الانتشار للتنبؤ بوجود البورون المتوفر في الترب القلوية الا انها طريقة سهلة وتميل الى كثرة الاخطاء (بسبب صعوبة المحافظة على وقت غليان منتظم) . وفي محاولة لتقديم بديل اخر . وجد الباحثون (Rashid *et al.* 1994 : Kausar *et al.* 1990) طريقة محلول HCL المخفف للعالم Ponnamperuma *et al.* (1981) . حيث ان الطريقة الاصلية مصممة للترب الحامضية ولكنها في الحقيقة تشخص نقص البورون بنفس التأثير بالنسبة للترب القلوية وبصورة عامة طريقة HCL المخفف بسيطة , واقتصادية , واكثر كفاءة .

المحاليل :
1- المحلول المنظم
يحضر كما في طريقة تقدير البورون القابل للاستخلاص بالماء الساخن في التربة .
2- محلول ازوميتان – H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$)
يحضر كما في طريقة تقدير البورون القابل للاستخلاص بالماء الساخن في التربة .
3- الفحم الفعال (خالي من البورون B – free)
يحضر كما في طريقة تقدير البورون القابل للاستخلاص بالماء الساخن في التربة .
4- محلول الام القياسي
يحضر كما في طريقة تقدير البورون القابل للاستخلاص بالماء الساخن في التربة .
5- محلول حامض الهيدروكلوريك N 0.05 HCL
خفف 4.14 مل من حامض الهيدروكلوريك (sp.gr. 1.19, 37%) في الماء المقطر , امزج جيداً , واكمل الحجم الى لتر بالماء المقطر .

طريقة العمل :
أ- الاستخلاص
1- زن 10 غم تربة مجففة هوائياً (2 ملم) الى انبوب بولي بروبلين .
2- اضف حوالي 0.2 غم من الفحم الفعال .
3- اضف 20 مل من محلول حامض الهيدروكلوريك N 0.05 .
4- رج لمدة 5 دقائق , ومن ثم رشح المعلق .

ب- القياس (نفس طريقة ازوميتان – H)
يحضر كما في طريقة تقدير البورون القابل للاستخلاص بالماء الساخن في التربة .
الحساب :
من اجل البورون المستخلص بطريقة حامض الهيدروكلوريك المخفف في التربة :

$$B\ (ppm) = ppm\ B\ (\text{من المنحني القياسي}) \times \frac{A}{Wt}$$

حيث ان : A = الحجم الكلي للمستخلص (مل)
Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غم)

التحليلات الخاصة بالنبات :

يقاس تركيز العناصر الغذائية في النباتات في مستخلص من مواد نباتية طازجة (مثلاً في تحليل النسج) من مواد نباتية جافة تماماً ويعتبر الاختبار الأول اختباراً كمياً وملائماً للقياسات السريعة لمحصول مزروع .
ويعتبر تحليل النبات الكلي total plant analysis تحليلاً كمياً ويمكن الاعتماد عليه بشكل اكبر بالإضافة لفائدته في معرفة مدى العناصر الغذائية الموجودة في النباتات .
يقوم التحليل النباتي من وجهة النظر الغذائية , على مبدأ إن تركيز إي عنصر غذائي داخل النبات هو حصيلة كاملة لجميع العوامل التي تفاعلت وعملت على تحقيقه . ويتضمن التحليل النباتي تحديد تركيز العناصر الغذائية في عينات أقسام النبات التشخيصية المأخوذة عند الفترة الموصى بها لنمو المحصول , ويختلف تركيز العنصر المغذي في النبات بحسب :

1- نوع النبات .
2- أجزاء النبات .
3- مرحلة النمو للنبات .
4- نوع العنصر المدروس .
5- مستوى وفرة العنصر الغذائي في التربة .
6- مستوى الغلة المتوقع .
7- الظروف البيئية المحيطة .

قد يكون تركيز بعض العناصر الغذائية متدنياً إلى درجة يصعب معها تحقيق النمو الأمثل , في حين يكون بعضها الأخر مرتفعاً إلى درجة الإضرار بنمو النبات . ومن الضروري التعرف على الطرق الصحيحة لأخذ نماذج النبات للتحليل وإلا فانه لا معنى ولا قيمة لنتائج التحليل التي يجرونها على عينات النبات خلاف ذلك .

1- اخذ عينات النبات Plant Sampling :

أعطت السنوات العديدة من البحوث في مجال خصوبة التربة – تغذية النبات , معايير وإجراءات مضمونة في اخذ العينات لمعظم المحاصيل التجارية في العالم , إذ يتم اختيار الأوراق Leaves في معظم الأحوال في حين يتم اختيار أعناق الأوراق (السويقات Petioles) في محاصيل محددة كالقطن Cotton والشوندر السكري مثلاً , إما البذور فنادراً ما تستخدم للتحليل إلا في حالة تقييم سمية البورون B toxicity ونقص عنصري الزنك Zn والفسفورP في محاصيل الحبوب معينة . وفي بعض الحالات كالنجيليات مثلاً, يتم اخذ جميع الأجزاء الهوائية الفتية للنبات .
تؤخذ الأوراق Leaves الناضجة حديثاً عندما يتم اخذ العينات الورقية , وتستبعد الفتية والقديمة منها وكذلك المصابة بالإمراض أو المتأثرة بفعل الحشرات وايضاً تهمل النباتات الواقعة تحت تأثير الشد الرطوبي والحرارة الشديدة .
إلا انه تؤخذ الأوراق الفتية Young Emerging Leaves كعينات لتشخيص مرض الاصفرار عند تحديد محتوى الأوراق الفتية من الحديد (Fe^{++}) (Katyal and Sharma. 1980) ومحتوى البورون في بعض المحاصيل (Bell. 1997) .
كما يجب استبعاد الأوراق المتضررة والمريضة والابتعاد عن اخذ عينات من النباتات عندما يكون المحصول تحت ظروف إجهاد الرطوبة او الحرارة الشديدة .

ملاحظة :

يجب إن تنقل عينات النبات إلى المختبر مباشرة في أكياس ورقية ذات بطاقات تعريفية مناسبة والتي تسمح بعملية النتح transpiration الامر الذي يضعف من إمكانية التعفن .

- **الإجراءات المقترحة لأخذ عينات من نسج بعض المحاصيل الزراعية :**

أطوار النمو	جزء النبات المأخوذ كعينة	عدد النباتات المأخوذة
	القمح والشعير	
طور البادرات (طولها اقل من 30 سم)	كل الأجزاء الهوائية للنبات	100-50
قبل ظهور السنابل	ورقة العلم	50-25
	الذرة	
طور البادرات (طولها اقل من 30 سم) قبل ظهور شرابات الذرة (الإزهار الذكري)	كل الفروع الهوائية . كل الأوراق التي تطورت بشكل كامل تحت الدوارة .	30-20
من ظهور الشرابات حتى اكتمال تكونها	جميع الأوراق عند عقدة السنبلة (أو فوقها أو تحتها بشكل مباشر)	25-15
	الذرة الرفيعة	
قبل أو عند التسنبل	الورقة الثانية أو الثالثة من قمة النبات .	25-15
	فول الصويا وبقوليات أخرى	
طور البادرات (طولها اقل من 30 سم)	كل الأجزاء الهوائية للنبات	30-20
قبل أو خلال طور الإزهار الأولي	ورقتان أو ثلاث مكتملة النمو من قمة النبات	30-20
	الفول السوداني	
ذروة الاشطاء	وريقات نضجت حديثاً	25
	الفصة, البرسيم وبقوليات علفية أخرى	
قبل أو عند عشر طور الإزهار	أنصال الأوراق الناضجة المأخوذة من حوالي ثلث النبات	50-40
	البقوليات الغذائية بما فيها الحمص والعدس	
طور النمو الخضري	جميع الفروع	50-40
بدء الإزهار	الأوراق الناضجة حديثاً	200-50

- عندما تكون الإرشادات الخاصة غير متاحة , فالقاعدة العامة إن تؤخذ العينات من الأوراق العليا الناضجة عند بدء الإزهار.
- المصدر : Jones et al. (1971 . 1991) : Reuter and Robinson (1986) : Tandon (1993)

2- المعالجة المختبرية Laboratory Processing :

لمعالجة النسج النباتية المأخوذة يتعين إتباع الخطوات الخمس التالية :

1- تنظيف النسيج النباتي لإزالة ما علق بها من غبار وبقايا الآفات والأسمدة وذلك بغسل النباتات بالماء المقطر Deionized Water D.W أو بمنظفات خالية من الفسفور تركيزها 0.1 – 0.3 % ثم بعد غسلها بالماء المقطر . ليس ضرورياً غسل العينات النباتية عند تقدير العناصر الذائبة , لاسيما لفترات طويلة . إلا انه يجب غسل العينات عند تحليل الحديد الكلي . وكذلك يمكن غسلها بواسطة محلول حامضي مخفف (8 مل حامض HCL / 1 لتر ماء) . إن الغاية من استخدام المادة المنظفة هو لإزالة إي مواد شمعية موجودة على سطح الأوراق وإزالة عوالق الأتربة , إما المحلول ألحامضي المخفف فالغاية منه إزالة الملوثات المعدنية من سطح الأوراق واخيراً فان الماء المقطر يعمل على إزالة تأثير كلا المحلولان الأوليان .

2- بعد ذلك يجب إزالة الرطوبة من الأوراق بورق نظيف (تنشيف) وتوضع فوراً في فرن كهربائي (لوقف النشاط الإنزيمي) على درجة حرارة 65-70 م° لمدة 24 ساعة لتجفيفها .

3- تطحن نماذج النبات الياً للحصول على مادة ملائمة للتحليل بواسطة طاحونة خاصة يفضل إن تكون سكاكينها ومناخلها من مادة الاستلنس ستيل منعاً للتلوث الذي قد يحصل وخاصة للمغذيات الدقيقة . وتوجد حديثاً طواحين تكون أجزاءها الداخلية من مواد بلاستيكية صلبة جداً تؤدي الغرض المنشود , ويكون النموذج المطحون بحدود 60 mesh

4- يجفف النسيج المطحون بصورة نهائية عند درجة حرارة 65-70 م° لكي نحصل على وزن ثابت عند إجراء التحليل ثم يحول إلى محلول يمكن استخدامه في الأجهزة .

5- تتطلب معظم الطرائق التحليلية طحن العينة الجافة لذلك يجب اتخاذ الحيطة لتجنب التلوث بالعنصر الذي هو قيد التحليل , ولاسيما عند تحليل العناصر الغذائية الصغرى .

ملاحظة :

في حالة كون موقع المختبر بعيد عن موقع الحقل ويتطلب وقت كبير للوصول إليه توضع نماذج النبات في حاويات بولي اثلين وتوضع هذه الأخيرة في صناديق خاصة مبردة لغرض التقليل من النشاطات الفيزلوجية (الوظيفية) لهذه الأوراق وذلك كله للسيطرة على دقة النتائج .

- **للحصول على تراكيز العناصر في النبات يتطلب أكسدة المادة العضوية (النبات) وتحطيمها . ويتم أكسدة المادة العضوية بطريقتين :**

1- الارماد الجاف Dry Ashing .
2- الهضم الرطب Wet Digestion .

1- الارماد الجاف Dry Ashing :

تعتبر هذه الطريقة من الطرق والشائعة في تحليل المادة العضوية والبيولوجية والتي يمكن من خلالها تقدير كل من الرصاص , الزنك , الانتيمون , الكروم , الموليبيدينيوم , السترونيوم , الحديد .

2- الهضم الرطب Wet Digestion :

تعتبر ثاني أكثر الطرق شيوعاً , وتستخدم عادة كميات قليلة من حامض الكبريتيك 5 مل مع كمية أكثر من حامض النتريك (20 – 30) مل ويتم الهضم الرطب عادة في أوعية كلدال . يعمل حامض النتريك على تحطيم المادة العضوية ولكن لا ترتفع درجات الحرارة لمستوى كافي لتحطيم الكميات القليلة من المادة العضوية . يتعرض حامض النتريك للتبخر خلال عملية الهضم , ويبقى فقط حامض الكبريتيك الذي يتكاثف ويكون أبخرة بيضاء من SO_3 وفي هذه المرحلة يصبح المحلول حاراً جداً وعندها يعمل حامض الكبريتيك في أكسدة المادة العضوية المتبقية . كما قد يحصل تفحم للدورق في حالة وجود كمية كبيرة من المادة العضوية أو مواد عضوية عالية المقاومة للأكسدة عندها تضاف كمية أخرى من حامض النتريك .
قد يستعمل مزيج أكثر كفاءة في أكسدة المادة العضوية حيث يهيأ مزيج من حامض الكبريتيك , البيروكلوريك , والنتريك بنسبة (3:1:1) على التوالي حيث تكفي (10 مل) من هذا الخليط لهضم (15) غم من المادة العضوية الطازجة . يعتبر حامض البيروكلوريك مادة فعالة وكفوءة في أكسدة ما تبقى من المادة العضوية عندما يسخن محلول الهضم ويفقد محتواه من الماء . تسخن عينة لحين غليان حامض النتريك ويلاحظ تبخره عند تكون أبخرة حامض البيروكلوريك والتي تكون أكثر كثافة من أبخرة (SO_3) إلا أنها تملأ الدورق بسرعة اكبر . إن حامض البيروكلوريك يغلي حين ظهور أبخرة (SO_3) والتي تشير إلى تبخر جميع حامض البيروكلوريك , هناك احتمال ضئيل لحصول انفجار ناتج عن حامض البيروكلوريك إذا ما أضيفت كمية كافية من النتريك لتحطيم المادة العضوية ولا زال هنالك حامض الكبريتيك في الجفنة .
إن استعمال حامض البيروكلوريك يتطلب وجود (Fume Hood) بمواصفات خاصة بسبب خطورة الأبخرة الصادرة من هذا الحامض خلال عملية الهضم ويمكن زيادة كفاءة المزيج بدرجة عالية بإضافة عامل مساعد هو Molybdenum IV حال تبخر الماء وحامض النتريك حيث تتم عملية الأكسدة بشدة عالية مع رغوة وبالتالي تتم عملية الأكسدة بشدة عالية وبعدة ثواني .

طريقة الهضم الرطب للنبات :

تستخدم هذه الطريقة لتقدير العناصر الداخلة في تركيب النبات عدا النتروجين وتتم كما يلي :

1- يوزن 0.5 غم من النموذج النباتي ويوضع في دورق زجاجي سعة 50 مل ثم يضاف له 10 مل من خليط حامضي مكون من :

H_2SO_4 : $HCLO_4$: HNO_3 (1 : 4 : 10)

2- يوضع النموذج في حمام رملي مع الرج المستمر بين الحين والأخر حتى يصبح لون المحلول رائقاً ابيض .
3- يترك الإناء ومحتوياته حتى يبرد ثم ينقل كمياً إلى قنينة حجمية سعة (25) مل .
4- تقاس العناصر المحلول في جهاز المطياف الذري أو الضوئي اعتماداً على العنصر المراد قياسه .

Dilution Factor = 25 ml / 0.5 gm = 50

- **طريقة تحضير الخليط الحامضي Mixture of Acids :**

مثال : يراد تحضير 500 مل من الخليط الحامضي أعلاه ...
مجموع الأجزاء في الخليط ألحامضي = 1 + 4 + 10
= 15

$$\text{حجم كل جزء} = \frac{500}{15}$$
= 33.333 مل

لذا ستكون حجوم الحوامض كالأتي :

HNO_3 = 10 x 33.333 = 333.33 ml

$HCLO_4$ = 4 x 33.333 = 133.32 ml

H_2SO_4 = 1 x 33.333 = 33.333 ml

تقدير النتروجين :

يعتبر تحليل النبات بطريقة الكلدال عند تقدير النتروجين (N) من أكثر الطرق شيوعاً . ومن ناحية ثانية , يستخدم ايضاً الهضم الرطب بواسطة حامض الكبريتيك المركز(H_2SO_4) و بيروكسيد الهيدروجين (H_2O_2) لكي يلغى استخدام السيلينيوم في الطرق السابقة (Van Schouwenberg and Walinge. 1973) .

- **تقدير النتروجين بطريقة كلداهل kjeldahl :**

وهي من الطرق المهمة والدقيقة لتقدير النتروجين ويمكن من خلالها قياس كمية البروتين من معرفة نسبة النتروجين في المادة المحللة . يتم هضم العينة بواسطة حامض الكبريتيك حيث يتحول النتروجين في العينة إلى Ammonium Hydrogen Sulfate .

$$CaHbNc \xrightarrow[Catalyst]{H2SO4} aCO_2 + 1/2\ b\ H_2O + cNH_4HSO_4$$

ثم يبرد المحلول وتضاف قاعدة قوية لجعل الوسط قاعدي وتقطر الامونيا المتطايرة في محلول يحتوي على حامض قياسي . بعد عملية التقطير يسحح الحامض المتبقي مع قاعدة قوية

$$cNH_4HSO_4 \xrightarrow{OH^-} cNH_3 + cSO_4^{=}$$

$$cNH_3 + {}_{(c+d)}HCL \rightarrow cNH_4CL + {}_dHCL$$

$${}_dHCL + {}_dNaOH \rightarrow 0.5\ {}_d\ H_2O + {}_dNaCL$$

يتم تسريع عملية الهضم بإضافة كبريتات البوتاسيوم لزيادة درجة الغليان وبإضافة بعض العوامل المساعدة مثل السيلينيوم , الزئبق أو أملاح النحاس .

عند إتباع طريقة كلدال التقليدية يتطلب محلولين قياسيين لقياس واحد , تجمع الامونيا في محلول حامض البوريك في عملية التقطير تتكون كمية مكافئة من بورات الامونيوم .

$$NH_3 + H_3BO_3 \leftrightarrow NH_4^+ + H_2BO_3^-$$

يعتبر حامض البوريك ضعيف جداً (يمكن اعتباره صفر في تسحيح المعايرة مع القاعدة) , إلا إن البورات التي تكافئ الامونيا هي قاعدة قوية نسبياً Fairly Strong Brosted Base والذي يمكن إن يسحح مع حامض قياسي باستعمال كاشف Methyl Red الذي يكون لونه احمر عند نهاية التفاعل . لكون حامض البوريك ضعيف جداً فانه لا يتدخل في التفاعل وليس من الضروري معرفة التركيز المضاف منه بدقة وتعتبر هذه الطريقة مباشرة وبسيطة وأكثر دقة لاحتوائها على محلول قياسي واحد .

الأجهزة :

جهاز هضم block – digester .

جهاز وحدة تقطير distillation unit .

جهاز معايرة اوتوماتيكي موصول إلى جهاز automatic titrator PH.

جهاز رج أنابيب vortex tube stirrer.

المحاليل :

إن المواد الكيميائية المستخدمة هنا هي ذاتها المستخدمة في طريقة نتروجين كلداهل في التربة :

1- خليط مساعد { $K_2SO_4 - CuSO_4.5H_2O - Se$ } catalyst mixture النسبة 1 : 10 : 100 w/w .
2- حامض الكبريتيك (H_2SO_4) , (98 %) المركز .
3- هيدروكسيد الصوديوم 10 N (NaOH) .
4- محلول حامض البوريك (H_3BO_3) المشبع .
5- محلول حامض الكبريتيك المخفف (H_2SO_4) 0.01 N .
6- محلول إلام القياسي : 1.2 غ NH_4 –N في اللتر .
7- ملح EDTA ثنائي الصوديوم , الوزن الجزيئي = 372.2

طريقة العمل :

أ- الهضم :

1- امزج عينة النبات المطحونة جيداً (بمطحنة لولبية) وانشرها على شكل طبقة ناعمة على صفحة من الورق حتى تبدو متجانسة .
2- لتحديد الرطوبة , خذ عينات ثانوية ممثلة لعدة عينات نباتية , وزن الواحدة منها 1 غ , وذلك بأخذ 10 أجزاء صغيرة على الأقل من جميع العينات بواسطة المبسط spatula ثم ضعها في قارورة بلاستيكية صغيرة .
3- جفف العينات الثانوية عند درجة حرارة 60 م° بالفرن , ومن ثم برد في المجفف .
4- زن 0.25 غم (حب) أو 0.50 (قش) من المادة النباتية الجافة , ثم انقل كمياً إلى أنبوب هضم سعة 100 مل .
5- أضف عدة قطع من حجر الخفان لتنظيم الغليان . ثم أضف حوالي 3 غم من الخليط المحفز بواسطة ملعقة معيارية .
6- أضف 10 مل من حامض الكبريتيك المركز باستخدام ماصة إلية , امزج العينات جيداً بواسطة جهاز رج الأنابيب .
7- ضع الأنابيب في جهاز الهضم لمدة 20 دقيقة عند درجة حرارة 100 م° . ثم ضع الأنابيب جانباً , اغسل الحواف الداخلية للأنابيب من إي مواد نباتية ملتصقة بالعنق بنفس حامض الكبريتيك المركز الموجود بالأنابيب . وذلك بتدوير محتويات الأنبوب بشكل كافي , ومن ثم اعد الأنابيب إلى جهاز الهضم وعند درجة حرارة 380 م° أكمل الهضم لمدة ساعتين .
8- بعد إتمام عملية الهضم , ضع الأنابيب جانباً , بردها , وأكمل إلى الحجم 100 مل بالماء المقطر .
9- يجب إن تحوي كل مجموعة batch من العينات المهضومة على أنبوب شاهد blank واحد للمحاليل (بدون نبات) أنبوب قياسي للمواد الكيميائية (زن 0.1 غم من EDTA كعينة كيميائية قياسية) , وأنبوب واحد كعينة نباتية قياسية (عينة نباتية قياسية محلية internal reference) .

ب- التقطير :

1- اضبط أجهزة التقطير والمعايرة كما في طريقة نتروجين كلداهل في التربة , بخر وحدة التقطير لمدة 10 دقائق .
2- رج أنبوب الهضم قبل البدء بعملية التقطير , حتى يتم مزج محتوياته بشكل كامل . اسحب مباشرة بواسطة الماصة 10 مل من المزيج وضعها في دورق التقطير سعة 100 مل .
3- أضف بعناية 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 10 N . صل مباشرة دورق التقطير إلى وحدة التقطير بواسطة ملقط خاص , ثم ابدأ عملية التقطير .
4- اجمع حوالي 35 مل من المادة المقطرة في طبق التجميع . اوقف عملية التقطير .
5- ارفع دورق التقطير , صل دورق تقطير فارغ سعة 100 مل إلى وحدة التقطير . أوقف المياه المتدفقة إلى المكثف ومن ثم بخر لمدة 90 ثانية قبل البدء بالعينة التالية .
6- عاير المادة المقطرة إلى درجة PH = 5.0 بمحلول H_2SO_4 0.01 N مستخدماً جهاز المعايرة الاتوماتيكي . سجل حجم الحامض المستهلك في المعايرة .
7- يجب إن تحتوي كل عملية تقطير على 10 مل من نتروجين – امونيوم القياسي مع 0.2 غم من MgO و10 مل من الماء المقطر مع 0.2 غم من MgO . كما يجب إن تكون نسبة الاسترداد لمحلول نتروجين – امونيوم القياسي % 98 على الأقل . وتقدر نسبة الاسترداد لمادة EDTA القياسية المصححة على أساس شاهد للمحاليل blank reagent 97% على الأقل .

الحساب :

النسبة المئوية من استرداد النتروجين النشادري القياسي :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(V - B)xNx14.01x100}{CxD}$$

حيث إن :

V = حجم محلول H_2SO_4 0.01 N المستهلك في معايرة العينة (مل) .
B = حجم معايرة الشاهد المهضوم (مل) .
N = نظامية محلول H_2SO_4 .
14.01 = الوزن الذري للنتروجين .
C = حجم محلول NH_4 –N القياسي (مل) .
D = تركيز محلول NH_4 –N القياسي (ميكروغرام / مل) .

النسبة المئوية من استرداد EDTA القياسي :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(V - B1)xNxRx186.1x100}{Wt1x1000}$$

النسبة المئوية للنتروجين في النبات :

$$\% \text{ N} = \frac{(V - B1)xNxRx14.01x100}{Wt2x1000}$$

حيث إن :

R = النسبة بين الحجم الكلي للعينة المهضومة وبين الحجم المأخوذ للتقطير .
B1 = حجم معايرة الشاهد المهضوم (مل) .
Wt1 = وزن EDTA (غم) .
Wt2 = وزن النبات الجاف (غم) .
186.1 = الوزن المكافئ لمادة EDTA .

النتروجين النتراتى :

لا يعد الاستخدام الروتيني للمعادن الثقيلة كخليط محفز امراً سليماً من الناحية البيئية . وانطلاقاً من هذا الرأي , اقترح حديثاً إجراء معاملة المواد النباتية بمزيج من H_2O_2 - H_2SO_4 في غياب الخليط المعدني كطريقة هضم بديلة لطريقة نتروجين الكلداهل في الترب والنباتات (McGill and Figueiredo. 1993) .

المحاليل :

أ- حامض الكبريتيك (H_2SO_4) , (98 %) المركز .
ب- بيروكسيد الهيدروجين (الماء الاوكسجيني) H_2O_2 , 30 % .

طريقة العمل :

1- زن 0.5 غم من المادة النباتية الجافة إلى أنبوب هضم سعة 100 مل .

2- أضف 3-4 قطع حجر الخفان لتنظيم الغليان , 5 مل من حامض الكبريتيك المركز , امزجه جيداً .
3- اتركه طوال الليل .
4- سخن على جهاز الهضم عند درجات حرارة معتدلة 100-150 م° .
5- حرك جيداً لإيقاف الرغوة . وفي حال وصولها إلى عنق أنبوب الهضم , أضف 2 مل من بيروكسيد الهيدروجين 30% .
6- سخن الأنابيب لمدة تتراوح بين 30-60 دقيقة في جهاز الهضم .
7- برد الأنابيب , ثم أضف 2 مل من بيروكسيد الهيدروجين 30% .
8- ارفع درجة حرارة جهاز الهضم حتى 280 م° .
9- سخن الأنابيب لمدة 10 دقائق عند درجة الحرارة 280 م° .
10- برد الأنابيب , ثم أضف 2 مل من بيروكسيد الهيدروجين 30 % , وسخنها لمدة 10 دقائق .
11- اعد الخطوتين 9 & 10 حتى يبدو المحلول صافياً نعد 10 دقائق من التسخين .
12- برد المحلول , وأكمل الحجم إلى 100 مل بالماء المقطر .

القياس :

يمكن قياس محتوى النتروجين في هذا المحلول المهضوم بطريقة التقطير . كما يمكن قياس الفسفور بالطريقة اللونية , بعد ترشيح المحلول المهضوم بورقة ترشيح Whatman No. 1 & 5 , كما وصفها من قبل (Murphy and Riley (1962 . وترتبط نتائج العنصرين P & N بشكل وثيق مع طريقة هضم كلداهل القياسية .

النتروجين الكلي :

تعتمد هذه الطريقة على هضم المادة النباتية في مزيج من حامض الساليسيليك والكبريت (Buresh et al. 1982) .

المحاليل :

1- مزيج حامض الساليسيليك – الكبريت (يحتوي H_2SO_4 المركز على 2.5 % w/v من حامض الساليسيليك) .
أذب 62.5 غم من حامض الساليسيليك النقي ($C_2H_6O_3$) في 2.5 لتر من حامض الكبريتيك المركز .
2- خليط مساعد { $K_2SO_4 – CuSO_4.5H_2O – Se$ } catalyst mixture النسبة 1 : 10 : 100 w/w .
3- ثيو كبريتات الصوديوم ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) بلورات .
4- ملح EDTA ثنائي الصوديوم , الوزن الجزيئي = 372.2

طريقة العمل :

أ- **الهضم** :
1- امزج عينة النبات المطحونة جيداً وانشرها على شكل طبقة ناعمة على صفحة من الورق حتى تبدو متجانسة .
2- لتحديد الرطوبة , خذ عينات ثانوية ممثلة لعدة عينات نباتية , وزن الواحدة 1 غم , وذلك بأخذ 10 أجزاء صغيرة على الأقل من جميع العينات بواسطة المبسط spatula ثم ضعها في قارورة بلاستيكية صغيرة .
3- جفف العينات الثانوية عند درجة حرارة 60 م° بالفرن , ومن ثم بردها في المجفف .
4- زن 0.25 0.25 غم (حب) أو 0.50 (قش) من المادة النباتية الجافة , ثم انقل كمياً إلى أنبوب هضم سعة 250 مل .
5- أضف 20 مل من مزيج حامض الساليسيليك – الكبريت بينما يدور الأنبوب لغسل أية بقايا ملتصقة على حواف أنبوب العينة النباتية , ثم اترك المزيج لمدة ساعتين أو أكثر مع إجراء التدوير بين فترة وأخرى .
6- أضف 2.5 غم من ثيو كبريتات الصوديوم عبر قمع طويل الساق إلى محتوى الأنبوب , ثم دور بلطف مرات قليلة , ومن ثم اتركه طوال الليل .
7- أضف 4 غم من خليط مساعد (catalyst mixture) , 3-4 قطع من حجر الخفان لتنظيم الغليان . ثم ضع الأنابيب على جهاز هضم تصل درجة حرارته إلى 400 م° .
8- ضع أقماع زجاجية في فتحات الأنابيب للتأكد من وجود ارتداد فعال للمزيج المهضوم ولمنع فقد H_2SO_4 , ثم أكمل عملية الهضم حتى يصبح المزيج صافياً .
9- ارفع الأنابيب عن جهاز الهضم جانباً واتركها تبرد لمدة 20 دقيقة . ثم اغسل الحواف الداخلية للأنابيب من إي مواد نباتية ملتصقة بالعنق بأقل كمية ممكنة من الماء المقطر .

10- حرك محتويات الأنبوب بشكل كافي , ومن ثم اعد الأنابيب إلى جهاز الهضم وأكمل الهضم لمدة ساعتين بعد صفاء المحلول . علماً انه يجب إلا تبقى أية مادة صلبة في الأنبوب بعد الهضم .
11- بعد انتهاء عملية الهضم , اترك المحلول المهضوم ليبرد , ثم أضف الماء المقطر بلطف مع الرج حتى يصبح مستوى السائل حوالي 2 مل تحت علامة التدريج .
12- اترك الأنابيب حتى تصبح درجة حرارتها مماثلة لدرجة حرارة الغرفة , ثم أكمل الحجم إلى العلامة 250 مل بالماء المقطر .
13- يجب إن تحتوي كل مجموعة batch من العينات المهضومة على أنبوب شاهد blank واحد للمحاليل (بدون نبات) , وأنبوب قياسي للمواد الكيميائية (زن 0.1 غم من EDTA كعينة كيميائية قياسية) , وأنبوب واحد كعينة نباتية قياسية (عينة نباتية قياسية محلية internal reference) .

ب - التقطير :

إن المحاليل المطلوبة لعملية التقطير هي ذاتها المستخدمة في طريقة نتروجين كلداهل في التربة .

5- اضبط أجهزة التقطير والمعايرة كما في طريقة نتروجين كلداهل في التربة وبخر وحدة التقطير لمدة 10 دقائق .
6- قبل البدء بعملية التقطير , رج أنبوب الهضم حتى يتم مزج محتوياته بشكل كامل . اسحب بواسطة الماصة مباشرة حجماً مناسباً من المحلول المهضوم ثم ضعه في دورق التقطير سعة 300 مل .
7- أضف بعناية 7 مل أو 15 من محلول هيدروكسيد الصوديوم 10 N إلى الحجم 25 مل أو 50 مل من المحلول المهضوم , على التوالي , صل مباشرة دورق التقطير إلى وحدة التقطير بواسطة ملقط خاص , ثم ابدأ عملية التقطير .
8- اجمع حوالي 35 مل من المادة المقطرة في طبق التجميع . أوقف عملية التقطير .
9- ارفع دورق التقطير , صل دورق تقطير فارغ سعة 100 مل إلى وحدة التقطير . أوقف المياه المتدفقة إلى المكثف ومن ثم بخر لمدة 90 ثانية قبل البدء بالعينة التالية .
10- عاير المادة المقطرة إلى درجة PH 5.0 بمحلول (H_2SO_4) N 0.01 مستخدماً جهاز المعايرة الاتوماتيكي . سجل حجم الحامض المستهلك في المعايرة .
11- يجب إن تحتوي كل عملية تقطير على محلولين قياسيين standards وشاهدين blanks (شواهد المحاليل) وتقدر نسبة الاسترداد لمادة EDTA القياسية المصححة على أساس شاهد للمحاليل blank reagent في 97% على الأقل .

الحساب :

النسبة المئوية من استرداد EDTA القياسي :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(V-B)xNxRx186.1x100}{Wt1x1000}$$

النسبة المئوية للنتروجين في النبات :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(V-B)xNxRx14.01x100}{Wt2x1000}$$

حيث إن :
V = حجم محلول (H_2SO_4) N 0.01 المستهلك في معايرة العينة (مل) .
B = حجم معايرة الشاهد المهضوم (مل) .
N = نظامية محلول H_2SO_4 .
14.01 = الوزن الذري للنتروجين .
R = النسبة بين الحجم الكلي للعينة المهضومة وبين الحجم المأخوذ للتقطير .
Wt1 = وزن EDTA (غ) .
Wt2 = وزن النبات الجاف (غ) .
186.1 = الوزن المكافئ لمادة EDTA .

تقدير الفسفور P :

يمكن تقدير الفسفور الكلي في المادة النباتية إما بطريقة الهضم الرطب (كما موصوف في أعلاه) أو بطريقة الترميد الجاف (كما سيأتي ذكرها) تعطي كلتا الطريقتين نتائج مرضية satisfactory . ومع ذلك , طريقة الترميد الجاف بسيطة , وسهلة , وغير خطرة واقتصادية . ومن ثم يمكن قياس محتوى الفسفور في المحلول المهضوم أو الذائب بالطريقة اللونية .

الأجهزة :

جهاز التحليل الطيفي الضوئي أو اللوني , طول الموجة 410 nm .
جهاز هضم .
جهاز رج الأنابيب .

المحاليل :

1- موليبدات الامونيوم – فاندات الامونيوم في حامض النتريك :
- أذب 22.5 غم من موليبدات الامونيوم $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ في 400 مل من الماء المقطر (a) .
- أذب 1.25 غم من فاندات الامونيوم (NH_4VO_3) في 300 مل من الماء المقطر الحار (b) .
- أضف (b) إلى (a) في دورق حجمي سعة لتر , دع المزيج يبرد حتى تصبح درجة حرارته مماثلة لدرجة حرارة الغرفة .
- أضف بحذر 250 مل من حامض النتريك المركز (HNO_3) إلى المزيج السابق , برد حتى تصبح درجة حرارته مماثلة لدرجة حرارة الغرفة , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر .

2- محلول إلام القياسي:
- جفف حوالي 2.5 غم من فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين (KH_2PO_4) بالفرن على درجة حرارة 105 م° لمدة ساعة واحدة , برد بالمجفف , وأحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق .
- أذب 0.2197 غم فوسفات البوتاسيوم ثنائي الهيدروجين المجففة في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر يحتوي هذا المحلول على 50 ppm من الفسفور (محلول إلام) .
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول إلام كالتالي : خفف 1, 2 , 3, 4, 5 مل من محلول إلام إلى دوارق حجمية سعة 100 مل حجم نهائي تحتوي هذه المحاليل على 0.5 , 1.0 , 1.5, 2.0, 2.5 ppm من الفسفور , على التوالي .

طريقة العمل :

أ- الهضم :

طريقة الهضم الرطب :
- يتم الهضم الرطب للمواد النباتية (كما موضح في تحليل النبات) .
- يتم ترشيح العينات المهضومة بورقة ترشيح Whatman No. 1 ويجمع الراشح في زجاجة صغيرة .

او كطريقة بديلة :
طريقة الترميد الجاف :
- يتم الترميد الجاف للمواد النباتية كالتالي (هي نفس الطريقة التي اتبعها Chapman and Pratt (1961) مع بعض التعديلات الطفيفة) :

1- زن 0.5-1.0 غم من المادة النباتية المطحونة في جفنات من البورسلين سعة 30-50 مل أو بيكر زجاجي pyrex .
2- ضع جفنات البورسلين في المرمدة muffle furnace الباردة , ثم ارفع درجة الحرارة تدريجياً حتى تصل إلى 550 م° .
3- استمر بعملية الترميد لمدة 5 ساعات بعد الوصول إلى درجة حرارة 550 م° .
4- أطفئ المرمدة وافتح الباب بحذر كي تبرد العينات بسرعة .
5- اخرج الجفنات من المرمدة بحذر .
6- أذب الرماد البارد في 5 مل من حامض الهيدروكلوريك (HCL), 2 N (الذي يحضر من تخفيف 165.6 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز (sp.gr.1.19, 37 %) في الماء المقطر , امزج جيداً , دعه يبرد , وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر) . مع المزج بقضيب بلاستيكي .

ب - القياس :

1- اسحب بواسطة الماصة 10 مل من الراشح المهضوم أو حجم مناسب من الرماد الذائب (تعتمد على الطريقة المستخدمة) إلى دورق حجمي سعة 100 مل , ثم أضف 10 مل من محلول موليبدات الامونيوم – فاندات الامونيوم ذات اللون الأصفر , خفف المحلول إلى الحجم بالماء المقطر .

2- حضر المنحني القياسي كما يلي :

- اسحب بواسطة الماصة 1 , 2 ,3 , 4, 5 مل من محلول إلام القياسي , وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- كذلك حضر شاهد blank بسحب 10 مل من محلول موليبدات الامونيوم – فاندات الامونيوم , وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات .
- اقرأ الامتصاص الضوئي absorbance للشاهد , المحاليل القياسية , والعينات بعد 30 دقيقة عند طول موجة nm 410 .

3- حضر الخط البياني للمحاليل القياسية , وذلك برسم خط بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي وتراكيز الفسفور في المحاليل القياسية , على التوالي .

4- اقرأ تركيز الفسفور (P) في العينات المجهولة من الخط البياني .

الحساب :

النسبة المئوية للفسفور الكلي في النبات :

$$\% P = ppm P \text{ (من المنحني القياسي)} \times \frac{R}{Wt} \times \frac{100}{10000}$$

حيث إن : R = النسبة بين الحجم الكلي للعينة المهضومة أو الحجم المناسب من الرماد الذائب إلى الحجم المأخوذ للقياس .

Wt = وزن النبات الجاف (غم) .

ملاحظة :

يمكن ايضاً استخدام مستخلص النبات المهضوم بواسطة بيروكسيد الهيدروجين وحامض الكبريتيك المركز في قياس تركيز الفسفور الموجود في النباتات (كما موصوف في طريقة النتروجين النتراتي) .

التحليلات الخاصة بالمياه

طرق تحليل مياه الري Methods of Analysis of Irrigation Water :

يعتبر تحليل المياه من ابسط طرق العمل في إي مختبر تحليل تربة – نبات من اجل معرفة تركيب المواد الصلبة الذائبة فيه , كما انه بسيط نظراً لعدم الحاجة لإذابة الايونات أو المعادن الداخلة فيه أو استخلاصها . وتؤخذ القياسات بشكل مباشر , علاوة على ذلك , تتماثل الإجراءات المستخدمة في قياس العناصر المختلفة مع تلك المتخذة من اجل التربة والنبات . فمثلاً يقاس محتوى النتروجين النتراتي NO_3-N في المياه بالضبط بنفس طريقة مستخلصات التربة (قياس النتروجين النتراتي NO_3-N بطريقة حامض الكروموتروبيك) وكذلك يتم قياس PH بنفس الطريقة في التربة .

1- جمع نماذج المياه Collection of Irrigtion Water Samples :

أدنى كمية نحتاجها من الماء للتحاليل الكيميائية تقريباً (1-0.5 gallon) ما يعادل (1.9 liters) , في حالات خاصة الكميات الأكثر تكون ضرورية .

من المهم اخذ نماذج ممثلة للمياه بالشكل الصحيح , العينات التي تمثل جميع الخصائص لبعض أنواع المياه يمكن الحصول عليها من خلال مزج عدة أجزاء (أقسام) مجموعة في أوقات مختلفة , وتعتمد تفاصيل الجمع والمزج على الظروف المحيطة العينات من الآبار يجب إن تجمع بعد عملية الضخ بفترة قصيرة والعينات المأخوذة من القنوات الصغيرة يجب إن تؤخذ من المياه الجارية .

في العموم , كلما كان الوقت الذي يمر قصيراً بين الجمع والتحليل للنموذج تكون نتائج التحليل أكثر دقة واعتماداً , حيث إن التغيرات الناتجة عن النشاطات الكيميائية والبيولوجية ممكن إن تغير من تركيب عينة المياه (في حالة تأخير تحليل العينة) ولم تقدم طريقة مرضية لتعقيم نموذج المياه من فعالية البكتريا.

2- تهيئة النماذج Records , Reports , and Expression of Results :

في وقت جمع النماذج يجب تحضير شريط ورقي لاصق (Label) ليسجل عليه كافة المعلومات التعريفية الخاصة لكل نموذج وتلصق على القنينة التي تجمع فيها العينة . وايضاً معلومات إضافية ممكن إن تدون في دفتر ملاحظات القائم بأخذ النموذج (Collector's Description of Water Sample) وذلك لأهمية إدراج كل ما يتعلق بالنموذج المأخوذ خاصة في الأماكن المهمة التي لا يمكن ملاحظتها .

ملاحظة :

استمارة العمل ألمختبري تستخدم لتسجيل المعلومات العامة التي حصلنا عليها من التحاليل الكيميائية , حيث لكل نموذج استمارة خاصة به ترقم حسب تسلسل مرتب ويقوم المحلل بتسجيل أوليات النموذج والتاريخ .

التحليلات الكيميائية للمياه Water Analysis Procedures :

قياس الملوحة (EC) Electrical Conductivity :

التوصيلية الكهربائية EC تستخدم لتقدير المخاطر المختلفة لمياه الري (مثلاً : الملوحة , القلوية , والعكارة) .
EC تزداد بنسبة 1.9 % بزيادة درجة الحرارة حيث تحتاج عند قراءة EC للنموذج معرفة درجة حرارته . والطريقة الفضلى لتصحيح تأثير درجة الحرارة على التوصيلية هو المحافظة على درجة حرارة النموذج والقطب عند 0.5 ± 25 م˚ خلال قياس EC وبصورة عامة تستخدم درجة الحرارة عند 25 م˚ كدرجة مثلى .

الأجهزة :

جهاز EC meter .
بيكر سعة 50 ml .

المحاليل :

1- كلوريد البوتاسيوم (KCL) 0.010 N :

- يجفف KCL طوال الليل في فرن درجة حرارته 110 م˚ .
- يذاب 0.7456 غم من KCL في الماء المقطر ويكمل الحجم إلى 1- L .
- عند قراءة التوصيلية لهذا المحلول الذي يعتبر المحلول القياسي يجب إن تكون القراءة 1.4 ds/m عند درجة حرارة 25 م˚ (للحصول على هذه الدرجة يوضع في حمام مائي ذي درجة حرارة 25 م˚) .

طريقة العمل :

1- استخدم نفس نموذج المياه المستخدم في تحليل PH .
2- أضف ≈ 40 ml من ماء العينة في بيكر حجم 50 ml .
3- عاير جهاز EC باستخدام محلول 0.010 N KCL .
4- اغمر قطب الجهاز في سطح محلول العينة (بعمق ≈ 2.5 cm) مع التحريك بلطف .
5- اسمح للقراءة بالثبات ثم اقرأ وسجل قياس EC للعينة .
6- اغسل القطب بالماء المقطر مع إزالة اثأر الماء المقطر بوضعه على منديل نظيف وجاف , بعد إن يجف , أعده إلى صندوقه للمحافظة عليه .

ملوحة مياه الري

تحتاج المحاصيل الزراعية إلى الكمية الكافية والنوعية الجيدة من مياه الري لتساعدها في نموها والوصول إلى إنتاج اقتصادي أفضل .

إن التعرف على صفات الماء المستعمل في ري المحاصيل امراً ضرورياً وهاماً ولا يمكن إغفالها بالنسبة لعلاقتها بنمو النبات وكذلك اثر ذلك على صفات التربة الزراعية .

لماذا الاهتمام بملوحة مياه الري ؟

1- تأثير ملوحة مياه الري على خصوبة التربة حيث تتراكم الأملاح الذائبة على سطح التربة وفي منطقة الجذور بحسب نوعية التربة .
2- تأثير ملوحة مياه الري على إنتاجية المحاصيل حيث تختلف المحاصيل الزراعية في حساسيتها للأملاح الذائبة في مياه الري .

ما هي مصادر الملوحة ؟

1- الأملاح الموجودة في التربة الناتجة عن الذوبان والتعرية المستمر للصخور (التربة إلام) .
2- ارتفاع مستوى الماء الأرضي الناتج عن غياب التصريف الجيد بعد عملية الري .
3- تداخل مياه البحر مع المياه الجوفية خاصة في الأراضي المحاذية للمناطق الساحلية .
4- الأملاح الذائبة المضافة من خلال مياه الري والتسميد .

ما هي العوامل المحددة لصلاحية مياه الري للزراعة ؟

1- كمية الأملاح الذائبة ونسب تراكيزها حيث تتحرك معظم الأملاح الذائبة مع المياه الري فتسرب إلى أسفل التربة أو تبقى على سطح التربة مسبب بذلك نسبة خطرة على النبات من حيث النمو والإنتاج .
2- نسبة تراكيز العناصر الضارة في مياه الري ومن و من أهمها الصوديوم والكلوريد والبورون وفيما يلي تأثير هذه العناصر على النبات :

الصوديوم :

1- تتأثر النباتات الحساسة وتظهر فيها حرق والأوراق وعندما تصل نسبة الصوديوم بين 0.50% - 0.25% (على أساس الوزن) .
2- تتأثر الأشجار عندما تصل نسبة الصوديوم بين 0.25% - 0.50% (على أساس الوزن) .

الكلوريد :

1- يتحرك هذا العنصر بسهولة مع محلول التربة ويستهلكه النبات من خلال النتح حيث يتجمع الكلوريد في الأوراق
2- تتحمل معظم أشجار الفاكهة نسب التراكيز التي تتراوح بين 6 – 10 (ملغ / لتر) إلا إن الضرر يظهر على الأوراق عند التراكيز التي يتراوح بين 0.6 - 1.0 % .

البورون :

1- يصل تركيز إلى حوالي 15 (ملغ / لتر) في المياه العالية الملوحة .
2- الحد الأعلى لتركيز البورون المسموح به لنمو النبات يتراوح بين 2 – 4 (ملغ / لتر) .

كيف تقاس ملوحة مياه الري ؟

الخطوات المتبعة تتلخص في الأتي :

1- تأخذ عينات دورية لمياه وتحلل في المختبر لقياس كمية الأملاح الذائبة في المياه ويعبر عنها بالجزء المليون أو ملغرام / لتر (بمعنى ملغرام من الاملاح الذائبة في لتر واحد من الماء) .
2- لنفترض إن ملوحة مياه الري بعد التحليل في المختبر تشير إلى 10000 جزء في المليون فان ذلك يعني إن 1% من وزن مصدره الأملاح الذائبة في مياه الري .
3- في حالة رصد الأملاح الذائبة في التربة تأخذ ايضاً عينات للتربة وتحلل في المختبر وقد أدخلت حالياً تقنيات حديثة لرصد تحركات الأملاح في التربة وذلك من خلال نقل البيانات / المعطيات إلى مركز تحليل البيانات أو المختبر .

اثر ملوحة مياه الري على إنتاج المحاصيل :

تتأثر المحاصيل الزراعية من خضار وفواكهه بكميات الأملاح الذائبة في مياه الري حيث يؤدي الارتفاع في تراكيز الأملاح الذائبة وخاصة الضارة منها إلى فقد في الإنتاج والجدول المرفق يبين نسبة هذا الفقد عند استعمال مياه الري ذات الملوحة المختلفة ومدى تحملها للأملاح الذائبة .

المحاصيل	ملوحة مياه الري (ds/m)	نسبة الفقد في الإنتاج ds/m 10% , 25%	التحمل النسبي للملوحة
محاصيل الفاكهة			

النخيل	2.7	4.5 – 7.3	متحمل
التفاح	0	1.5 – 0	حساس
البرتقال	1.1	1.6 - 2.2	متوسط التحمل
الكريب فروت	1.2	1.6 – 2.2	متوسط التحمل
ليمون	1.0	1.5 – 2.3	متوسط التحمل
عنب	1.0	1.7 – 2.7	متوسط التحمل
مشمش	1.1	1.3 – 1.8	حساس
محاصيل الخضر فاصولياء	0.7	1.0 – 1.5	حساس
فجل	0.8	1.3 – 2.1	متوسط التحمل
طماطة	1.7	2.3 - 3.4	متوسط التحمل
جزر	0.7	1.1 – 1.9	حساس
خس	0.9	1.4 – 2.1	متوسط التحمل
بطاطا	1.1	1.7 – 2.5	متوسط التحمل
بصل	0.8	1.2 – 1.8	حساس
سبانخ	1.3	2.2 - 3.5	متوسط التحمل
بنجر المائدة	2.7	3.4 – 4.5	متوسط التحمل
الفلفل	1.0	1.5 – 2.2	متوسط التحمل
ملفوف	1.2	1.9 – 2.9	متوسط التحمل
خيار	1.7	2.2 – 2.9	متوسط التحمل
محاصيل الحقلية شعير (غلف)	4.0	4.9 – 6.3	متحمل
ذرة الرفيعة	4.5	5.0 – 5.6	متحمل
ذرة شامية	1.1	1.7 – 2.5	متوسط التحمل
برسيم	1.3	2.2 – 3.6	متوسط التحمل
علف الرودس		2.7 – 6.35	متحمل

كيف تقسم من حيث ملوحتها ؟

تقسم على النحو التالي :

مياه عذبة : ملوحتها اقل من 1000 جزء في المليون .

مياه قليلة الملوحة : من 1000-3000 جزء في المليون .

مياه متوسطة الملوحة : من 3000 – 10000 جزء في المليون .

مياه شديدة الملوحة : 10000 – 35000 جزء في المليون .

مياه البحر / المحيط : ملوحتها أكثر من 35000 جزء في المليون .

كيف نعالج مشكلة التملح ؟

بعض المقترحات والتوصيات :

- خلط نوعيات مختلفة من المياه بنسب معينة بهدف تخفيف تركيز الأملاح الذائبة في مياه الري المراد إضافتها .
- تبادل عملية الري من خلال إضافة المياه ذات النوعية الجيدة والمياه ذات الملوحة العالية إثناء الري .
- استخدام المياه ذات النوعية الجيدة إثناء المراحل الحساسة لنمو النبات .
- اختيار الأصناف المحتملة للدرجات لملوحة مياه الري .
- جدولة / برمجة الري مع الأخذ بعين الاعتبار اثر ملوحة مياه الري على الإنتاج وتحيد فترات الري .
- احتساب كميات مياه غسل الأملاح الذائبة في مياه الري والتربة (الاحتياجات الغسيلية) وفترات إضافتها .
- تسوية الأرض الزراعية والمتأثرة بالملوحة ووضع الصرف الجيد لها لتفادي تراكم الأملاح الذائبة في مياه الري
- استخدام نظام الري بالفقاعات (ببلز) تفادياً لحدوث قشرة صلبة على سطح التربة .
- استخدام نظام الري بالرشاشات في حالة التربة الرملية والرملية الطميه مع مراعاة إن لا تكون كمية الأملاح الذائبة في مياه الري عالية حيث سيؤدي ذلك إلى حرق الأوراق .
- استخدام الري بالتنقيط فقط في حالة التربة الناعمة وعند زراعة الإعشاب والأعلاف المحتملة للملوحة العالية مع ضرورة إضافة الاحتياجات الغسيلية للحد من تجمع الأملاح في منطقة الجذور .
- **<u>تحديد جودة مياه الري :</u>**

إن تركيز وتركيب الأملاح الذائبة في إي نوع من المياه تحدد نوعية هذا الماء وصلاحيته للري . وتعتبر جودة مياه الري بالغة الأهمية خاصة عند إمكانية تحديد تركيز الأملاح الكلية . أو خطورة الصوديوم , أو خطورة الكاربونات

والبيكاربونات , أو الايونات السامة (مثل البورون والكلوريد) . والتحاليل المطلوبة من اجل تقدير جودة مياه الري تتضمن معرفة EC , الكاتيونات والانيونات الذائبة . وتجرى اغلب هذه التقديرات بشكل روتيني في مختبرات التربة والنبات , ويعبر عادة عن EC في مياه الري بالوحدة deciSiemens per meter (ds/m) عند درجة حرارة 25 م° .

يمكن تقدير جودة مياه الري من خلال تفسير المعطيات مستخدمين الدلائل التالية :

النوعية	EC (ds/m)	نسبة الصوديوم المدمص SAR	كاربونات الصوديوم المتبقية RSC (مللي مكافئ / لتر)
صالحة للري	1.5 >	7.5 >	2.0 >
متوسطة	2.7 – 1.5	15 -7.5	4.0 – 2.0
غير صالحة للري	2.7 <	15 <	4.0 <

المصدر : (1996) Muhammed .

* يعتبر تركيز البورون امناً في مياه الري حتى 0.7 ppm , بينما يعد تركيز الصوديوم والكلورايد امناً في مياه الري حتى اقل من 70 & 140 ppm على التوالي (Muhammed.1996) .

المبادئ الأساسية لتربية الأسماك في الأحواض وإدارتها

(المصدر : مجلة الزراعة العراقية , العدد الرابع – سنة 2006 , مقالة د. نهاد عبد المهدي الدليمي / الشركة العامة للبيطرة)

1- **تعقيم الحوض :** قبل إدخال الوجبة الجديدة من الأسماك نعمل على تعقيم الحوض وذلك باستخدام مادة الجير (CaO) Quicklime النورة الحارقة باستعمال (500-600) كغم / دونم واحد , توزع كمية CaO على شكل أكوام متساوية داخل الحوض , وبعدها يملأ الحوض بالماء إلى ارتفاع (30) سم ويترك لمدة (10-15) يوماً .

$$Ca(OH)_2 + O_2 \xrightarrow{CO_2} CaO + H_2O$$

يكون التفاعل على شكل فقاعات وحدوث حرارة عالية نتيجة التفاعل .

وبعد انتهاء (10-15) يوماً يبزل ماء الحوض , ومن ثم يملأ بالماء مجدداً إلى ارتفاع (150) سم حيث يكون جاهزاً لاستقبال الوجبة الجديدة .

2- الماء :

الماء هو البيئة الأساسية للأسماك وبدونه لا حياة للأسماك , فيجب إن يتوفر بصورة دائمية ومستمرة , ويجب إن يكون خالياً من التلوث ويكون عمقه في الحوض بحدود (130-150) سم .
وينبغي فحص الماء والتأكد من خلوه من المسببات المرضية , ذلك إن نوعية وكمية الماء مهمة جداً لان الماء المائل للحموضة مثلاً يسبب الإصابة بالطفيليات والإمراض الأخرى ويسبب قلة الإنتاج .

3- مكونات الماء :

يجب قبل ملء الحوض بالماء فحص الماء ومكوناته من :

- نسبة الأوكسجين O_2 يجب الحفاظ على نسبته بمقدار 5 – 7 ملغم / لتر .
- نسبة غاز ثنائي اوكسيد الكاربون CO_2 يجب إن لا تزيد على 2 ملغم / لتر .
- PH المتعادل بحدود 6.5 – 8.5 .

4- زيادة الحموضة :

زيادة CO_2 بالماء تعني زيادة الحموضة وتعني قلة الأوكسجين وحدوث المرض , ويعني انخفاض PH الحامضية (PH < اقل من 5) .
إعراض زيادة الحموضة : سرعة حركة الغلاصم , صعوبة التنفس , الظهور على سطح الماء , وجود طبقة مخاطية بيضاء اللون مزرقة على الجسم , كذلك في القاعدية ترى هذه الإعراض نفسها .

إزالة زيادة الحموضة : نستخدم مادة CaO (40 – 50) كغم / دونم ثم قياس PH بعد 24 ساعة .

5- زيادة القاعدية في الأحواض :
هي انخفاض نسبة CO_2 أكثر من 7 يسبب نمو النباتات . ونتيجة لعملية التركيب الضوئي يقل CO_2 ويحدث التلوث ثم المرض ثم الهلاك .

إعراض زيادة القاعدية : تتهرأ الزعانف . ويصبح مكانها مطبوخاً ذا لون ابيض عند الفحص تلاحظ تحطم وتلف أنسجة الغلاصم .

إزالة زيادة القاعدية : نستخدم كبريتات الامونيوم (0.5) كغم / دونم ثم يقاس PH بعد 24 ساعة .

6- درجة الملوحة :
تكون بحدود 4 ملغم / لتر لأسماك المياه العذبة .

قياس الملوحة :
أ- جهاز قياس الملوحة الحقلي .
ب- طريقة وزنية .
ت- المكثاف .
ث- طريقة كيميائية لقياس الأملاح الأخرى .
ويكون فحص باقي مكونات الماء كيميائياً CO_2 , N , H_3S , Fe ....الخ .

مياه دجلة والفرات (1 ملغم / لتر)
مياه البحار أكثر من (15 ملغم / لتر)
درجة الملوحة المثلى للكارب 1 – 2 ملغم / لتر
مقبولة ← اقل من 4 ملغم / لتر
غير مقبولة ← أكثر من 5 ملغم / لتر

7- تصريف الماء :
يعد تصريف الماء مهماً جداً فهو إما إن يكون مستمراً أو وقتياً فهو ضروري للمحافظة على مكوناته ودرجة حرارته . ويكون ذلك عن طريق بوابات فيها شبكات لضمان عدم خروج الأسماك الصغيرة , وعند مصب الماء كذلك مشبكات لمنع دخول الأسماك الغريبة والميتة احياناً , ويوضع شلال داخل الحوض من اجل حفظ درجة الحرارة وزيادة الأوكسجين في الماء .

تقويم نتائج التحليل Evaluation of Analytical Data :

اي قياس يحوي على درجة من عدم الدقة Uncertainty والتي في أحسن الأحوال ممكن إن تختزل إلى الحدود المقبولة . ولتحديد مقدار عدم الدقة هذه غالباً ما يكون صعباً ويتطلب جهود إضافية ودقة وتقييم وحكمة جيدة Good Judgment من قبل العامل بالمختبر . وبعبارة أخرى أنها مهمة لا يمكن إهمالها لان إي تحليل مجهول المصداقية Unknown reliability هو تحليل عديم القيمة Worthless .
في الكيمياء نعيد التحاليل لنموذج معين من مرتين إلى خمس مرات . والنتائج لهذه المرات من التحليل نادراً ما تكون متماثلة ويصبح من الضروري لانتخاب القيمة المركزية الأفضل لهذه النتائج .
ومن حيث المبدأ فان الجهود المضافة في التكرار يمكن تبريرها Justified بطريقتين :
الأولى – القيمة المركزية للنتائج أفضل من القيمة المفردة .
الثاني - إن التغاير بين النتائج ممكن إن يعطي قياس للمصداقية في القيمة الأفضل Best التي تم انتخابها .
إي من القيمتين سواء المعدل أو الوسيط تستخدم كقيمة وسطية لمجموعة من القياسات .

The Meam and Median

المعدل Mean , والمعدل الحسابي Arithmetic Mean والمعدل Average (X) كلها تعني نفس المفهوم وهو مجموع القيم مقسوماً على عددها .
فالوسيط لمجموعة من القيم هو القيمة التي تتوزعها حولها جميع القيم بالتساوي بحيث يكون نصف القيم اقل عددياً منها والنصف الأخر اكبر عددياً منها . إذا كان عدد القيم فردياً فالوسيط يمكن اختياره مباشرة إما إذا كان عدد القيم زوجياً فالوسيط هو عبارة عن معدل القيمتين الوسطيتين .
مثال :
احسب المعدل والوسيط للقيم التالية :
10.06 , 10.20 , 10.08 , 10.10

$$\text{Mean } X = \frac{10.06+10.20+10.08+10.10}{4} = 10.11$$

$$\text{Median} = \frac{10.20+10.08}{2} = 10.09$$

يفترض إن يكون :
الوسيط والمعدل متماثلان أو متساويان لكن هذا يحدث في حالة كون عدد القيم كثيرة , إما إذا كان عد القيم قليلة فهذا لا يحصل ولكن يكون متقارباً كما في المثال أعلاه .

الدقة Precision :

إن هذا المصطلح يستخدم للإشارة أو الدلالة على إمكانية تكرار الحصول على نفس القيم عند إعادة القياسات . ويمكن تعريفها على أساس أنها التوافق في القيم العددية لقياسين أو أكثر التي تجري بنفس الطريقة .

الدقة (الصحة) Accuracy :

إن مصطلح الصحة يشير إلى تقارب القياسات إلى قيمتها المقبولة ويعبر عنها بمصطلح الخطأ error .
ولاحظ هنا الفرق بين الدقة والصحة فالصحة هي المقارنة مع قيمة صحيحة أو مقبولة بينما الدقة هي مقارنة النتائج مع نتائج أخرى حصل عليها بنفس الطريقة .
الصحة Accuracy يعبر عنها بالخطأ المطلق E والتي هي عبارة عن الفرق بين القيمة المشاهدة Xi والقيمة المتوقعة Xt .

$$E = Xi - Xt$$

القيمة المقبولة ربما تخضع إلى كم كبير من اللاتوكيد Considerable Uncertainty وبالنتيجة فان في الغالب من الصعب الوصول إلى تخمين معقول للخطأ في القياس .

الدقة والصحة لنتائج التجارب Precision and Accuracy For Experimental Data :

دقة القياسات يمكن قياسها بصورة مباشرة وذلك بتكرار التجربة تحت نفس الظروف , ولكن الصحة لا يمكن تحديدها بنفس السهولة لأنه تستلزم معرفة القيمة الحقيقية للنتيجة التي يجري البحث عنها .

أنواع الخطأ :

1- الخطأ المحدد .
2- الخطأ الذي لا يمكن تحديده أو الخطأ العشوائي .

وفي اغلب الأحيان يصعب تصنيف نوع الخطأ وبهذا فان الموضوع يطلب الحكمة في تصنيف نوع الخطأ والذي إما إن يكون :

- **الخطأ المحدد :**

ويسمى الخطأ المنظم Systematic وهي عبارة عن الأخطاء التي لها قيمة محددة ولها سبب معروف .
- Definite value
- Assignable cause

ومن حيث المبدأ فان المحلل يستطيع قياس وحساب هذا الخطأ وهذا النوع من الخطأ عادة يكون باتجاه واحدUnidirectional وهذا يعني انه يؤدي إن تكون النتائج لكل التحاليل إما واطئة أو عالية .

- **الخطأ الغير محدد Indeterminate error :**

الخطأ الغير محدد ينتج من إمداد نظام القياسات إلى حده الأعلى . مصادر هذا الخطأ لا يمكن إيجادها بسهولة وحجم هذا الخطأ لا يمكن احتسابه . واهم نتائج هذا الخطأ فانه يؤدي إلى إن تكون قياسات المكررات متذبذبة بطريقة عشوائية والتي بالنتيجة تؤدي إلى إن تكون بعض النتائج إما قليلة أو كثيرة .

مصادر الخطأ :

1- عدم دقة الأجهزة Instrument Uncertainty .
2- عدم دقة الطرق المستخدمة Method Uncertainty .
3- عدم دقة الشخص Personal Uncertainty .

تحديد وتصحيح الخطأ المحدد Detection and Correction of Determinate Error :

أنواع الخطأ المحدد :

1- الأجهزة : كل الأجهزة المستخدمة تحمل قدراً معين من الخطأ المحدد فعلى سبيل المثال :
- عند استخدام الماصات – أو السحاحات أو الدوارق الحجمية في اغلب الأحيان لا يمكن إن نقل الحجم المثبت عليها بالدقة المطلوبة وكلها ايضاً تتأثر بدرجة الحرارة التي صنعت فيها كذلك التغيير الذي يمكن إن يحصل على جدران هذه الأدوات بفعل التجفيف بالتسخين .
- أجهزة القياس التي تعمل بالكهرباء تكون معرضة للخطأ القياسي تنقص الفولتية للبطاريات المجهزة للقدرة وكذلك ارتفاع درجات الحرارة تؤثر على المقاومات وبالتالي على التيار كله تؤدي إلى حدوث خطا محدد أحادي الاتجاه Unidirectional .

2- أخطاء الطرق المستخدمة : الخطأ المحدد ينتج ايضاً من السلوك الغير مثالي للكواشف والتفاعلات التي يبنى عليها التحليل . هذه تؤدي إلى تبطأ بعض التفاعلات أو عدم إتمام بعضها الأخر وعدم ثباتية بعض المركبات , انعدام خصوصية أو نوعية بعض الكواشف وإمكانية حدوث تفاعلات جانبية ممكن إن تتداخل مع القياسات . على سبيل المثال طرق التحليل الوزنية الأخطاء التي تحصل إثناء فصل الرواسب وكذلك نقاوة الرواسب المتكونة ممكن إن تؤدي إلى حدوث أخطاء كبيرة .

عدم تقنية الراسب ← خطا في القياسات .
تقنية الراسب ← فقد بعض منه ← خطا في القياس .
كذلك الأخطاء التي تنتج عن الزيادة في حجم المواد الداخلة في التفاعلات عن الحجم المطلوب أصلا في الطريقة .

3- الخطاء الشخصية Personal Uncertainty :
كثير من القياسات تتطلب قرارات الشخص Personal Judgment مثال تقدير موقع المؤشر على رقمين في لوحة القياس . لون المحلول عند حد النهاية في التحاليل الحجمية .
مستوى السائل في الماصة أو السلندر المدرجة أو الكثافة الضوئية النسبية لحزمتين ضوئيتين . أخطاء من هذا النوع تكون Systematic باتجاه واحد . كذلك الانحياز النفسي في اخذ القراءات بعد الأخطاء الشخصية المهمة .

الأخطاء الكلية Cross Mistakes :

تتضمن الأخطاء الحسابية , نقل الأرقام وتسجيل المعلومات .
- **الخطأ المحدد** : إما إن يكون ثابت أو متناسب Proportional .
- **الخطأ الثابت : Constant error .**

الخطأ الثابت يصبح أكثر خطورة كلما قل حجم أو كمية المواد المراد قياسها . فعلى سبيل المثال لو فقد 0.5 ملغ من راسب مقدار 500 ملغ فنسبة الخطأ % 0.1 , ولو كان وزن الراسب 50 ملغ فسيكون الخطأ النسبي 1% . ومثال أخر على الخطأ الثابت هو كمية الكاشف المطلوب لتطوير اللون في التحاليل الحجمية . هذا الحجم يبقى بنفسه بغض النظر عن الحجم الكلي للكاشف المطلوب مرة أخرى الخطأ النسبي سيكون أكثر خطراً كلما نقص الحجم . ومن هذا تتضح انه لغرض تقليل تأثير الخطر الثابت يجب زيادة حجم النموذج طالما تسمح به طريقة القياس المعتمدة .

الخطأ النسبي :

الملوثات التي تتداخل مع النموذج إذا لم تستأصل تؤدي إلى خطا نسبي . على سبيل المثال الطريقة التي تستخدم على نطاق واسع لتقدير النحاس والتي يتفاعل فيها Cu^{+2} مع KI , فان كمية I المنتج في التفاعل يقاس ووجود Fe^{+3} سوف يؤدي إلى تحرير I من KI . وإذا لم يتم استئصال الحديد فالنتائج ستكون على درجة عالية من عدم الدقة من حيث النسبة المئوية للنحاس في النموذج لان اليود المقاس سيكون اليود الناتج من النحاس والحديد .

تحديد الخطأ المحدد في الأجهزة والخطأ الشخصي Detection of Determinate Instrumental and Personal error

هذه الأخطاء يمكن الكشف عنها وتصحيحها بطرق وإجراءات المعايرة Calibration Procedures فالمعايرة الدورية للأجهزة والمعدات يبقى هو الأفضل في هذا المجال . واغلب الأخطاء الشخصية يمكن اختصارها بالجهد الذاتي , والتي تعتمد على الفحص المنظم للأجهزة والمعدات وإدخال النتائج والحسابات .

تقدير الخطأ المحدد في طرق القياس :

هذا صعب قياسه ويمكن إن يجري كما يأتي :

6- تحليل النماذج القياسية : وهي النماذج معروفة المحتوى والتكوين وغالباً ما تكون نماذج صناعية .

7- التحليل بطرق أخرى لا تعتمد على الطريقة المراد معرفة الخطأ فيها Independent Analysis .

التحليل بعدم وجود النموذج Blank Determination :

التغاير في حجم النموذج Variation in Sample Size .

الخطأ الغير محدد :

هذا الخطأ غير معروف ولا يمكن السيطرة عليه من قبل القائم بالتحاليل وهو يؤدي إلى بعثرة عشوائية في النتائج .

إن التغاير بين المكررات يمكن إن تتأثر بأخطاء الأجهزة , الطريقة , الأخطاء الشخصية وكذلك بالنسبة للخطأ التجميعي سيكون متغير ايضاً . ويمكن إن يحذف احدهما الأخر ويكون اقل ما يمكن وعلى النقيض فمن الممكن إن يتضاعف الخطأ لإنتاج خطا اكبر سواء سالب أو موجب .

النموذج :

يشير إلى عدد بسيط من القراءات والتي تكون جزء من المجتمع (مجموع القياسات) . ومصطلح المجتمع يشمل عدد كبير من القياسات والتي حصل عليها من عمليات تحليلية معقدة لنفس المادة .

إن معدل النموذج -x هو تخمين لمعدل المجتمع μ .وطالما لا يوجد خطا منظم (نظامي Systematic Error فان μ يقترب من القيمة الحقيقية) .

جدول لحجم فتحات المناخل القياسية :

فتحة المنخل (ملم)	عدد الفتحات القياسية		
	أمريكية	بريطانية	فرنسية
2.0	10	8	34
1.00	18	16	31
0.500	35	30	28
0.420	40	36	-
0.250	60	60	25
0.210	70	72	-
0.149	100	-	-
0.125	120	120	22
0.063	230	240	19
0.053	270	300	-

مختبر الانتاج الحيواني

المواد العلفية – تصنيفها ومواصفاتها :

تعرف المادة العلفية (Feed stuff) بأنها كل مادة غذائية يمكن استخدامها في تغذية الحيوان . أو هو كل مادة تحتوي على مواد عضوية أو معدنية غذائية يمكن أن يستفيد منها جسم الحيوان أو تؤدي وظيفة الامتلاء Ballast والتي عند إعطائها بكمية مناسبة لا يكون لها أثر سيء في صحة الحيوان.
يقع تحت هذا التعريف جميع المواد النباتية غير الفاسدة والخالية من السموم وكذلك المنتجات الحيوانية ، بالإضافة إلى مركبات غير عضوية مثل ملح الطعام وكربونات الكالسيوم ومصادر الفيتامينات والإضافات الغذائية مثل المواد المنشطة للنمو وغيرها ، طالما كانت هذه المواد تستعمل بطريقة لا تؤدي إلى إحداث تأثيرات سيئة على سلامة أعضاء الحيوان. ويمكن تصنيف المواد العلفية إلى ثلاث مجاميع رئيسية هي :

1- المواد العلفية المركزة (Concentrate Feeds) .
2- المواد العلفية الخشنة (Roughage Feeds) .
3- الإضافات الغذائية (Feed Additives) .

تتميز المواد العلفية المركزة بأنها تحتوي على طاقة حرارية عالية ونسب ألياف واطئة بينما تتميز المواد العلفية الخشنة بأنها تحتوي على طاقة حرارية واطئة ونسبة ألياف عالية . وقد جاءت تسمية كلا المجموعتين اصلاً نتيجة لاختلافهما بالشكل الفيزياوي فمجموعة المواد العلفية المركزة يكون حجمها صغيراً ولذلك سميت مركزة (Concentrated) بينما يكون حجم المواد العلفية الخشنة كبير (Bulky) ولهذا سميت خشنة .
ونظراً لتطور علم تغذية الحيوان واستخدام التكنولوجيا في إعداد الأعلاف وإنتاج مواد معينة قد لا تعطي طاقة حرارية للحيوان ولا تحتوي على الألياف ولكنها تزود الحيوان ببعض المركبات أو العناصر الغذائية المهمة لنموه وإنتاجه واستخدام بعض المنشطات كالهرمونات ومضادات الحياة وبعض الأدوية في الأعلاف المقدمة للحيوانات والطيور الداجنة . لذا فقد وضع صنف أخر من المواد العلفية عدا المركزة والخشنة هي المكملات والإضافات الغذائية .
لا يوجد حد فاصل بين المواد العلفية المركزة والمواد العلفية الخشنة إلا إن بعض الباحثين قد تبنوا نسبة ألياف مقدارها % 18 لتكون حداً فاصلاً بين العلف المركز والعلف الخشن . فالعلف الذي يحتوي على نسبة ألياف خام بمقدار % 18 فما دون يصنف ضمن الأعلاف المركزة والعلف الذي تزيد نسبة ما يحتويه من الألياف الخام عن ذلك يصنف ضمن الأعلاف الخشنة . ومع ذلك هناك بعض المصادر قد اعتبرت بعض المواد العلفية بأنها أعلاف مركزة بالرغم من أنها تحتوي على نسبة ألياف أكثر من 18% مثل مسحوق أوراق ألجت .

إن **المواد العلفية المركزة** كثيرة منها الحبوب بأنواعها المختلفة التي تعتبر من أهم المواد العلفية المركزة التي تستخدم في تغذية الحيوان والدواجن كما أنها تشكل الجزء الأكبر من العليقة المركزة التي تعطى لهذه الحيوانات وان التغذية على العلف المركز في الريف العراقي تكون في كثير من الأحيان مقتصرة على حبوب الشعير وخاصة بالنسبة للأغنام . أنواع الحبوب : كالشعير والذرة الصفراء والذرة البيضاء والحنطة والدخن والهرطمان والماش والمنتجات العرضية لمعامل طحن الحبوب وهي نواتج عرضية للحبوب التي تجري عليها بعض المعاملات الميكانيكية أو الصناعية قبل استهلاكها ومن هذه المعاملات عمليات تنظيف وطحن الحبوب وتهبيش الرز وعمليات صناعة النشأ من الحبوب المختلفة وفيما يلي أهم هذه المنتجات المتوفرة في العراق :

1- نخالة الحنطة (Wheat Bran) : هي القشرة الخارجية لحبة الحنطة الناتجة من معامل طحن الحبوب إذ يجري غسل وترطيب الحبوب ثم تسحق بمكائن خاصة والتي تقوم بفصل القشور (النخالة) عن الطحين والتي تسمى ايضاً بالنخالة الخشنة وتكون كثيرة الالياف تصلح لتغذية الحيوانات المجترة ولا ينصح باستخدامها في علائق الدواجن وينتج من عملية الطحن نوع أخر يسمى بالنخالة الناعمة وهي أفضل في قيمتها الغذائية لقلة نسبة الألياف فيها وتصلح لتغذية كافة الحيوانات وخاصة الدواجن بسبب ارتفاع نسبة مجموع المركبات الغذائية المهضومة فيها . تكون نسبة البروتين الخام 15-16% واقل من 10% ألياف وما يقارب 4% دهن كما تحتوي كمية جيدة من بعض الفيتامينات المركبة والفسفور .
2- كسر الحنطة (Wheat Screening) : ويسمى ايضاً بالرويطة وتشمل الحبوب المكسورة والحبوب الصغيرة أو الحبوب الضامرة وبعض الحبوب الغريبة كالشعير كما تحتوي على بقايا التبن أو بعض أجزاء السنبلة وبعض الأتربة والحجارة . يمكن استخدام كسر الحنطة في علائق الحيوانات المختلفة للدواجن فكلما كانت خالية من التبن وبقايا النباتات والأتربة والحجارة كلما كانت قيمتها الغذائية أفضل
3- سحالة الرز (التمن) (Rice bran and Polishings) : ينتج إثناء عملية تهبيش الرز(الشلب) , القشور الخارجية للشلب لا تصلح لاستهلاك الحيوان إلا عند الضرورة القصوى وتعتبر من الأعلاف الخشنة الرديئة النوعية

جداً . إن نخالة الرز تصلح لتغذية الحيوانات الكبيرة ولا ينصح باستخدامها لتغذية الدواجن إلا بنسبة محدودة في العليقة .

4- كسر الرز (دكه ألتمن) : هي ناتج عرضي من عمليات تهبيش وتبييض الرز إذ تعزل البذور المكسورة عن البذور الكاملة , تستخدم للاستهلاك البشري عادة كما يمكن استخدامها في تغذية الحيوان وخاصة الدواجن إذ أنها غذاء جيد يقرب من الرز في قيمته الغذائية .

القيمة الغذائية للحبوب : إن جميع الحبوب بصورة عامة تكون غنية بالنشا وتحتوي على نسبة ضئيلة من الألياف ولهذه الأسباب فإنها تعتبر من المواد العلفية الغنية بمجموع المركبات الغذائية المهضومة (TDN) والطاقة الصافية . وهذه ناحية هامة في تغذية الحيوان باعتبار إقبال الحيوانات على تناول علف معين يساعد على الإنتاج المطلوب . وتعتبر الذرة الصفراء والحنطة والذرة البيضاء من الحبوب التي تحتوي على نسب عالية من مجموع المركبات الغذائية المهضومة والطاقة الصافية يليها الشعير ثم الدخن فالشوفان . إن الحبوب بصورة عامة تكون فقيرة نسبياً بالبروتين وخاصة الذرة , كما إن هذا البروتين يكون ذو نوعية رديئة لاحتوائه على كمية قليلة من الحوامض الامينية الأساسية لذلك يتطلب إضافة البروتين الجيد النوعية لعلائق الحيوانات ذات المعدة البسيطة كالدواجن ليصبح البروتين في العليقة حاوياً على كافة الحوامض الامينية الأساسية وبكميات كافية لسد احتياجات الحيوان لهذه المركبات الغذائية . كما إن الحبوب بصورة عامة تكون غنية بعنصر الفسفور علماً بان الذرة الصفراء والذرة البيضاء تحتويان الفسفور بنسب اقل من الحنطة والشعير والشوفان إما بالنسبة لعنصر الكالسيوم فان جميع الحبوب تحتوي على نسبة واطئة منه وخاصة الذرة فإنها ناقصة بالكالسيوم , فعليه يجب اخذ ذلك بنظر الاعتبار عند تحضير العلائق للحيوانات المختلفة . والحبوب لا تحتوي على فيتامين D كما أنها لا تحتوي على فيتامين A عدا الذرة الصفراء وجميع الحبوب تجهز الحيوانات بكميات مناسبة من فيتامين E كما أنها غنية بفيتامين الثايامين B_1 .

كما تشمل الأعلاف المركزة المنتجات الثانوية لعمليات استخلاص الزيوت النباتية التي تسمى بالكسبة مثل :

1. كسبة فول الصويا (Soybean oil Meal) وهي ناتج عرضي لعملية استخلاص الزيت من بذور فول الصويا وتعتبر فول الصويا من أهم مصادر البروتين النباتي في العالم إذ أصبح الطلب عليها شديداً بسبب التوسع الكبير الذي حصل عالمياً في صناعة الدواجن من ناحية واستخدامها في تغذية الإنسان وخاصة في الدول النامية من ناحية أخرى لان البروتين الموجود في هذه الكسبة يعتبر من أجود أنواع البروتينات النباتية الأصل ذلك لارتفاع قيمة البروتين الغذائية(Biological Value) . وقد أمكن التقليل من استخدام مصادر البروتين الحيواني في علائق اللامجترات باستعمال هذه الكسبة وخاصة في دول أمريكا الشمالية . تحتوي كسبة فول الصويا الناتجة من عملية استخلاص الزيت بواسطة الضغط على 44 % بروتين خام إما الكسبة الناتجة من عملية استخلاص الزيت بواسطة المذيبات فإنها تحتوي على أكثر قليلاً من 45% بروتين وقد تزيد نسبة البروتين عن 50% في الكسبة الناتجة من البذور المقشرة . كما تحتوي الكسبة على نسبة واطئة من الكالسيوم 0.27 % إما الفسفور فانه موجود فيها بنسبة اقل من كسبة القطن إذ تبلغ نسبته 0.63 % ولا تحتوي الكسبة على فيتامين A أو B .
2. كسبة فستق الحقل (Peanut Oil Meal) وهي ناتج عرضي من استخلاص الزيت من بذور فستق الحقل أو ما يسمى بالفول السوداني بعد إزالة الغلاف الخارجي أو القشرة . وتعتبر الكسبة الناتجة من البذور المقشرة والتي لم يضاف لها الأغلفة الخارجية من أغنى الكسب النباتية بالبروتين إذ قد تحتوي على أكثر من 50% بروتين . وهذا البروتين يعتبر من البروتينات النباتية الجيدة النوعية إذ يقرب من حيث النوعية للبروتين الموجود في كسبة فول الصويا ولكنه يحتوي على الحامض الاميني اللايسين بنسبة اقل مما يحتويه بروتين كسبة فول الصويا من هذا الحامض . إن كسبة فستق الحقل تكون فقيرة بالكالسيوم وتحتوي على الفسفور بكمية اقل مما تحتويه كسبة القطن من هذا العنصر كما أنها لا تحتوي على الكاروتين أو فيتامين D . وهي مرغوبة من قبل الحيوانات والدواجن , ونظراً لسرعة تعرضها للتزنخ وخاصة النوع الناتج بالكبس لذا يفضل خزنها في مكان بارد وخاصة في فصل الصيف لمنع هذه الظاهرة ويمكن استخدامها كمصدر للبروتين النباتي في علائق جميع الحيوانات والدواجن .
3. كسبة السمسم (Sesame Oil Meal) وهي ناتج عرضي من استخلاص الزيت من بذور السمسم والكسبة الناتجة من عمليات الاستخلاص الحديثة تحتوي على نسبة البروتين تقرب من 40 % ونظراً لاستخدام بذور السمسم في القطر العراقي في الصناعات المحلية لغرض إنتاج العصير (الراشي) والتي تستخدم فيها المكابس البسيطة لذا فان الكسبة الناتجة تحتوي على نسبة بروتين تقرب من 30% ونسبة دهن عالية قد تزيد عن 16% لذلك فإنها معرضة للتزنخ بسرعة إثناء الخزن . إن كسبة السمسم مرغوبة من قبل الحيوانات والدواجن ولكنها تؤدي إلى إنتاج دهن طري غير متصلب في حليب ولحوم الحيوانات بعكس كسبة بذور القطن . ولا تحتوي على الكاروتين أو فيتامين D إلا أنها غنية بالكالسيوم .
4. كسبة بذور القطن (Cottonseed meal or Cottonseed oil meal) وهي ناتج عرضي من استخلاص الزيت من بذور القطن وتسمى ايضاً كسبة القطن وتحتوي الكسبة الناتجة في العراق على 38-40 % بروتين . تستخدم بالدرجة الرئيسية في علائق الأبقار والجاموس والأغنام والخيول لتجهيز هذه الحيوانات باحتياجاتها من البروتين لأنها تعتبر من مصادر البروتين الجيدة , إلا إن هذه الكسبة لا تستخدم في تغذية الدواجن إلا بنسب محدودة لان بروتيناتها لا يعتبر من البروتينات الكاملة (مثل البروتين الحيواني) لأنه ناقصاً ببعض الحوامض الامينية الأساسية وخاصة اللايسين الذي تكون نسبته في هذه الكسبة منخفضة وكذلك بسبب ارتفاع نسبة مادة الكوسيبول فيها . حيث إن بذور القطن وكسبة القطن تحتوي على مادة سامة تسمى بالكوسيبول (Gossypol) وتحتوي كسبة القطن على

0.20-0.10 % من الكوسيبول الحر , وقد وجد إن هذه المادة لا تؤثر في الحيوانات الكبيرة حتى ولو أعطيت كميات كبيرة من الكسبة يومياً ولمدة طويلة إلا انه قد تؤثر على العجول التي تقل أعمارها عن 3-4 أشهر ولما كانت هذه الكسبة تستخدم في العلائق المركزة للأبقار والجاموس والأغنام والخيول بنسب لا تزيد عن 25 % من العليقة لذلك لا يوجد إي تخوف من تأثيرها على هذه الحيوانات , إما اثر الكوسيبول على الدواجن فقد وجد إن استخدام الكسبة بنسب عالية في علائق الأفراخ تسبب تأخر في النمو كما استخدام هذه الكسبة في علائق الدجاج البياض بنسبة تزيد عن % 5 من العليقة تجعل صفار البيض يميل إلى الاخضرار أو الاسمرار وبياض البيض يصبح وردي اللون إثناء الخزن . وتعتبر كسبة القطن من المواد العلفية الغنية بالفسفور , إذ تحتوي على نسبة 1 % أو أكثر من الفسفور إلا أنها كبقية البذور منخفضة بالكالسيوم إذ تحتوي على 0.2% كالسيوم كما أنها لا تحتوي على فيتامين D ولا على الكاروتين وتحتوي على كميات محدودة من فيتامينات B المركبة .

5. كسبة بذور الكتان وتسمى ايضاً كسبة الكتان (Linseed Meal) وهي من الكسب المهمة في تغذية الحيوانات الكبيرة وخاصة الأبقار والجاموس والخيول إذ أنها غنية بالبروتين . وتحتوي على ما يقارب من 35% بروتين أو يزيد احياناً كما أنها مرغوبة من قبل الحيوانات وتمتاز بأنها ملينة وخاصة إذا استخدم التبن أو الدريس اللابقولي كعلف خشن رئيس للحيوانات . ومن أهم فوائدها أنها تسبب لمعاناً في شعر الحيوانات التي تتغذى عليها وتظهرها بالمظهر الصحي الجيد .
6. كسبة عباد الشمس (Sunflower-seed oil Meal) بذور عباد الشمس هي من البذور الزيتية ويستخلص الزيت من البذور المقشورة وتكون غنية بالبروتين الذي قد يصل إلى أكثر من 49% إن مثل هذه الكسبة تكون صالحة لتغذية الدواجن وكذلك للحيوانات الأخرى إما الكسبة الناتجة من استخلاص الزيت من البذور الكاملة غير المقشورة فتكون نسبة البروتين فيها اقل من 20% ونسبة الألياف 36% تقريباً بسبب وجود قشرة البذور مخلوطة معها . إن مثل هذه الكسبة لا تصلح لتغذية الدواجن لارتفاع نسبة الألياف فيها ولكنها تصلح لتغذية الحيوانات المجترة .
7. كسبة العصفر (Safflower-seed oil meal) الكسبة الناتجة من بذور العصفر بتقشير البذور تكون حاوية على أكثر من 40% بروتين ومنخفضة بالألياف . إما الكسبة الناتجة من استخلاص الزيت من البذور غير المقشورة فإنها تحتوي على بروتين بنسبة اقل كثيراً من النسبة أعلاه كما أنها تكون كثيرة الألياف ومنخفضة بالطاقة الحرارية ويمكن استخدام هذه الكسبة في تغذية الحيوانات الزراعية الكبيرة .
8. كسبة جوز الهند (Coconut oil meal) تعتبر هذه الكسبة اقل جميع الكسب المذكورة سابقاً بالقيمة الغذائية إذ تحتوي على نسبة تقرب من 21% بروتين وان هذا البروتين ليس بالنوعية الجيدة مقارنة بكسبة فول الصويا وكسبة فستق الحقل , كذلك تكون نسبة الألياف في هذه الكسبة عالية . أنها غذاء جيد للأبقار ولا تستخدم إلا بنسبة محدودة في علائق الدواجن .

والمنتجات الثانوية لبعض الصناعات الغذائية كصناعات السكر والكحول والتمور التي تشمل مولاس البنجر السكري ومولاس قصب السكر ونفاية البنجر ونفاية التمر ونفاية الشعير ونوى التمر .

وتعتبر المنتجات الحيوانية التالية من الأعلاف المركزة الهامة وهي تستخدم بنسب محدودة في علائق الحيوانات وخاصة الدواجن لكي تحسن من نوعية البروتين في العليقة الأساسية التي تتكون عادة من مواد علفية نباتية الأصل غير متوازنة بما تحتويه من الحوامض الامينية الضرورية . ولنضرب مثال على ذلك لتوضيح هذه الناحية . إن البروتين الذي يأتي من البذور أو الحبوب أو منتجاتها العرضية يكون ناقصاً بالحامض الاميني الأساسي اللايسين بينما نجد إن اللحوم والحليب والأسماك تكون غنية بهذا الحامض الاميني لذلك فان إضافة كمية من المواد العلفية الحيوانية الأصل إلى العليقة تصلح النقص بالبروتين من حيث نوعيته إضافة إلى كميته . تتباين المواد العلفية الحيوانية الأصل بما تحتويه من البروتين فالشرش المجفف يحتوي على 13% وحليب الفرز المجفف 34% وترتفع نسبة البروتين في مسحوق اللحم ومسحوق السمك حسب مصدرها , إما مسحوق الدم المجفف فانه يحتوي على 82% بروتين .إما نوعية البروتين في هذه الأعلاف فإنها ذات قيمة غذائية عالية ماعدا مسحوق الدم المجفف **وفيما يلي وصف لأهم المنتجات الحيوانية :**

1. مسحوق السمك (Fish meal) المجفف : مسحوق السمك هو ناتج عرضي لبعض الصناعات كمعامل تعليب الأسماك ومعامل استخلاص الزيوت من الأسماك التي لا تستهلك من قبل الإنسان بسبب ارتفاع نسبة الدهن فيها أو معامل استخلاص الزيت من أكباد الأسماك . يحضر مسحوق السمك من الأسماك أو قطع الأسماك الناتجة من هذه المصانع وذلك بتجفيفها في أواني بخارية كبيرة مفرغة جزئياً من الهواء لخفض درجة حرارة التجفيف . وفي حالة استخدام قطع الأسماك الناتجة عرضياً يستخلص الدهن منها عادة إثناء عملية تجفيف وإنتاج المسحوق لان النسبة العالية من الدهن في مسحوق السمك غير مرغوب لأنه يزيد من سرعة تلفه نتيجة للتزنخ السريع الذي يحصل فيه إثناء الخزن كما انه يسبب ظهور طعم السمك غير المرغوب في اللحم والحليب والبيض الناتج من الحيوانات التي تتغذى عليه .إن القيمة الغذائية لمساحيق الأسماك تتوقف على نسبة البروتين الذي يحتويه المسحوق لان مسحوق السمك الناتج من اسماك الهيرنك (Herring fish) يعتبر من أجود الأنواع ويحتوي على نسبة عالية من البروتين 72.5% بينما نجد اسماك أخرى تحتوي مساحيقها على 60% بروتين أو اقل من ذلك احياناً . إما مسحوق السمك الذي يحتوي على نسبة كبيرة من رؤوس الأسماك فان قيمته الغذائية تكون منخفضة لان البروتين الموجود في الرأس يكون اقل قابلية للهضم وذو قيمة غذائية اقل من البروتين الموجود في جسم السمكة . وعلى العموم فان البروتين في مسحوق السمك يعتبر من أجود أنواع البروتينات ويستخدم في تغذية الدواجن بالدرجة الرئيسية . إن مسحوق السمك يحتوي على 6-10% دهن ويحتوي مسحوق السمك الناتج على نسبة جيدة من الكالسيوم والفسفور كما يحتوي على نسبة كمية جيدة من اليود ويعتبر من أغنى المصادر الغذائية بفيتامين B_{12} .

2. مسحوق اللحم (Meat Meal) المجفف : مسحوق اللحم بصورة عامة هو من المصادر الغنية بالبروتين ذو النوعية الجيدة وقيمته الغذائية عالية ويستخدم في علائق الطيور الداجنة لتكملة بروتين العليقة المكونة من الحبوب والمنتجات العلفية النباتية الأصل بحيث تجهز الطير بكافة الحوامض الامينية الأساسية . ويمتاز مسحوق اللحم بأنه مرغوب من قبل الحيوانات والطيور ولا يؤثر وجوده في العليقة على طعم اللحم أو البيض الناتج . قد يحضر مسحوق متكون من خليط العظام مع اللحوم , واحياناً يضاف الدم إلى مثل هذا الخليط . وتختلف القيمة الغذائية ونسبة البروتين في المسحوق الناتج حسب نسبة اللحوم والعظام والدم المضاف إلى الخلط . إن المسحوق الذي يشتمل على بقايا اللحوم (Meat meal or Meat scrap) فقط يكون ذو قيمة غذائية عالية ونسبة بروتين 50-55% , إما إذا اشتمل مسحوق اللحم على العظام ايضاً (Meat and bone meal) فان البروتين تقل عن ذلك . وإذا أضيف الدم إلى المسحوق فانه يضاف عادة بنسبة قد تصل إلى 35% (Tank age) لذلك فان نسبة البروتين فيه قد تصل إلى 70% إلا إن قيمته الغذائية تقل بالنسبة للدواجن لان الدم يحتوي على نسبة عالية بالبروتين إلا إن بروتين الدم يكون اقل قابلية للهضم من اللحم كما انه ناقصاً بالحامض الاميني ايسولوسين .
3. مسحوق الدم (Blood Meal) المجفف : ان مسحوق الدم يكون غنياً بالبروتين الذي قد تزيد نسبته عن 80% الا انه قليل الهضم وخاصة الدم المجفف بالحرارة العالية . كما ان هيموكلوبين الدم لا يتأثر بالعصارات الهضمية وذو نوعية بروتين رديئة لنقصه ببعض الحوامض الامينية الأساسية وخاصة الايسولوسين . كذلك فانه غير مستساغ من قبل الدواجن لذلك لا ينصح باستخدامه في علائق الدواجن بنسبة أكثر من 2-3% من العليقة المركزة شريطة إضافة مصدر أخر للبروتين الحيواني إلى العليقة .
4. الشرش المجفف (Dried Whey) : الشرش هو السائل الناتج من عملية صنع الجبن حيث إن جميع الكازابين ومعظم الدهن وقسم من الأملاح الموجودة في الحليب تدخل في تركيب الجبن . لا يعتبر من المصادر الغنية بالبروتين لأنه يحتوي على 12-13% بروتين فقط إلا انه غني بفيتامين B_2 (الرايبوفلافين) وفيتامين بانتوثينيك أسيد كما يحتوي على كمية جيدة من فيتامين B_{12} والنياسين , كما يحتوي على نسبة عالية من سكر اللاكتوز (سكر الحليب) لذا فانه يكون ملين جداً إذا استخدم بنسبة عالية في العليقة . يستخدم بنسب محدودة في علائق الدواجن وعلائق العجول الرضيعة . وهناك أنواع أخرى من المنتجات الحيوانية منها مسحوق العظام وحليب الفرز المجفف واللبن المجفف ومسحوق الريش والتي هي نواتج عرضية للمجازر ومصانع الألبان .

إما **المواد العلفية الخشنة** فتشمل جميع نباتات محاصيل العلف أو بقايا بعض المحاصيل الحقلية وهي نباتات العلف الأخضر التي تشمل جميع محاصيل العلف النجيلية منها والبقولية كنباتات الحنطة والشعير والحشيش السوداني والذرة الصفراء والذرة البيضاء و ألجت والبرسيم والماش والباقلاء كذلك الدريس وهو العلف الأخضر المجفف من النباتات الخضراء المذكورة أنفا أو أية مادة علفية من محاصيل العلف الأخضر التي تزرع لهذا الغرض كما إن الغمير (السيلاج) الذي يحضر من محاصيل العلف الأخضر بعد تقطيعه وكبسه في مخازن خاصة بمعزل عن الهواء يعتبر من المواد العلفية الخشنة . ثم إن محاصيل العلف الجذرية والدرنية كالبنجر والشلغم والبطاطا والجزر هي مواد علفية خشنة ايضاً . إما بقايا النباتات وخاصة بقايا محاصيل الحبوب كالحنطة والشعير والعدس وغيرها والتي تسمى بالاتبان وكذلك بقايا النباتات الأخرى التي بلغت النضج التام وسقطت جميع أوراقها ماعدا السيقان فهي مواد علفية خشنة ايضاً ولكنها من الأعلاف الخشنة الرديئة النوعية .
يمكن تقسيم المواد العلفية الخشنة إلى ثلاثة مجاميع رئيسية هي :

1- المواد العلفية الخشنة الخضراء والمحاصيل الجذرية : تشمل كافة نباتات العلف الأخضر التي تزرع , البقولية والتي تتميز بأنها غنية بالبروتين حيث تعتبر من أغنى النباتات العلفية بالبروتين , كما أنها تعتبر من أغنى الأعلاف الخشنة بالكالسيوم لذلك فان الحيوانات على علف خشن بقولي ذو نوعية جيدة سوف لن يحتاج إلى إضافة البروتين أو الكالسيوم في علائقها وكذلك إن البقوليات تحتوي على نسبة من الفسفور أعلى مما تحتويه النباتات النجيلية وتكون غنية ايضاً بالكاروتين الذي هو مصدر لفيتامين A . إن الدريس ألبقولي المجفف في الحقل بأشعة الشمس يكون غنياً بفيتامين D . **وتشمل محاصيل العلف الاخضر البقولية :**

- ألجت (Alfalfa) : يعتبر المحصول ألعلفي الأول من بين المحاصيل العلفية غني بالمركبات الغذائية وخاصة البروتين , يستخدم للرعي المباشر وأفضل استخدام له هو تحضير الدريس منه إذ يعتبر دريس ألجت من أجود أنواع الدريس ويمكن عمل السايلج منه .
- البرسيم المصري (Berseem , Egyptian clover) : وهو محصول علفي شتوي حولي , من المحاصيل العلفية الجيدة القيمة الغذائية ومن عيوبه انه كثير الرطوبة شتاءاً , البرسيم مشابه في القيمة الغذائية للجت عدا انه يحتوي على نسبة بروتين اقل بقليل من ألجت ولكن البروتين فيه كافي لسد احتياجات الحيوانات .
- البراسيم (النفل)(True clover) : إن جميع هذه البراسيم لا تزرع في العراق ولكن ينتشر بعضها برياً وتستخدم كمراعي طبيعية وخاصة لرعي الأغنام .
- ألماش والهرطمان والكشون : تزرع هذه المحاصيل البقولية في العراق اساساً للحصول على البذور والتي تستخدم للاستهلاك البشري وكعلف مركز للحيوانات احياناً .
- هناك محاصيل بقولية أخرى كالكرط والبرسيم الحلو والباقلاء والبازلاء والفاصوليا واللوبياء وفول الصويا وفستق الحقل والترمس والحمص والكطب .

كما تشمل نباتات العلف الأخضر النجيلية تكون معظم هذه المحاصيل العلفية ذات قيمة غذائية عالية ومستساغة جداً من قبل الحيوانات عندما تكون في الأدوار الأولى من أعمارها وتقل قيمتها الغذائية كلما تقدمت بالنمو واقتربت من درجة النضج حيث تصبح عندئذ غير مستساغة من قبل الحيوانات . إن القيمة الغذائية للنباتات الصغيرة في العمر على أساس المادة الجافة تكون غنية بالبروتين والأملاح والفيتامينات واقل بكثير في الألياف وخاصة مادة اللكنين الخشبية مقارنة بالنباتات المتقدمة في النمو , وان محاصيل العلف النجيلية تحتوي على كمية من الكالسيوم والفسفور اقل من محاصيل العلف البقولية . **وتشمل هذه المحاصيل:**

- الذرة الصفراء (Maize or Corn) : إن محصول العلف الأخضر الناتج من الذرة الصفراء يكون أعلى من أي محصول علفي أخر سواء في كمية الناتج أو كمية المركبات الغذائية المهضومة الناتجة من وحدة مساحة معينة عدا البروتين حيث تكون اقل من البقوليات .
- الذرة البيضاء (Sorghum) : إن القيمة الغذائية للذرة البيضاء كعلف اخضر مقاربة للقيمة الغذائية للذرة الصفراء قبل تكوين العرانيص إما بعد تكوين البذور (وهو الموعد المثالي للحش أو الرعي) فان القيمة الغذائية للذرة البيضاء تكون اقل من الذرة الصفراء .
- الحشيش السوداني (Sudan Grass) : يحتوي الحشيش السوداني على المادة السامة الموجودة في الذرة البيضاء وهي حامض البروسيك ولكن بتركيز اقل ومع ذلك هناك خطورة التسمم من الرعي .
- محاصيل الحبوب : تزرع لغرض الحصول على الحبوب بالدرجة الرئيسية ولغرض الرعي المباشر بنطاق محدود جداً عدا ما يزرع لتغذية الخيول حيث يترك المحصول لرعي الخيول والذي يسمى بالكصيل . ومن محاصيل الحبوب الشعير (Barley) يعتبر الشعير خير مصدر للعلف الأخضر في المنطقة الديمية من القطر ويمكن استخدامه للرعي المباشر أو حشه وتقديمه كعلف اخضر للحيوانات , وان القيمة الغذائية لنباتات الشعير الأخضر جيدة ويمكن تقديمه للأغنام .

الحنطة (Wheet) لا يستخدم المحصول للعلف الأخضر إلا في حالات نادرة الا انه يمكن استخدامه كعلف اخضر أو دريس أو سايلج في حالة انحباس الإمطار في المنطقة الديمية أو حش النبات في مرحلة النمو الأولى في المنطقة الاروائية .

الشوفان (Oats) يستخدم الشوفان للرعي المباشر أو يمكن حشه وتقديمه للحيوانات ويمكن عمل الدريس أو السايلج منه على إن يتم حشه في مرحلة تكوين البذور إلا إن نسبة البروتين في الدريس أو السايلج تكون اقل كثيراً من نسبته في النبات قبل الإزهار .وهناك محاصيل حبوب أخرى كالشيلم والرز والدخن .

- المحاصيل الجذرية والدرنية (Roots and Tubers) : تزرع هذه المحاصيل إما للاستهلاك البشري او لبعض الصناعات الغذائية كالبنجر ألعلفي والبنجر السكري والشلغم والبطاطا والجزر والشوندر واللهانة والخس وقصب السكر . إن القيمة الغذائية لوحدة وزن معينة تكون اقل من المحاصيل العلفية الخضراء بسبب الرطوبة العالية إلا إن معظم هذه المحاصيل تحتوي على مواد كاربوهيدرتية سكرية أو نشوية بنسب عالية إما الألياف أو المواد السليلوزية فتكون نسبتها منخفضة فان هذه الأعلاف بالرغم من أنها مصنفة ضمن الأعلاف الخشنة إلا أنها تقرب من الأعلاف المركزة .

2- المواد العلفية الخشنة الجافة (Dry Roughages) : وتشمل كافة نباتات العلف الأخضر المجفف اصطناعياً بهدف حفظها بشكل دريس (Hay) أو بقايا المحاصيل الحقلية بعد اخذ الحبوب أو البذور الناضجة منها . مثل التبن والدريس الذي يمكن تقسيمه حسب مصدر المحصول ألعلفي إلى الدريس ألبقولي (Legume Hay) ودريس الحشائش (Grass Hay) ودريس الذرة (Corn Fodder) .

3- السايلج (Silage) : وهو علف خشن طري يمكن تحضيره من النباتات الخضراء بعد كبسه بمعزل عن الهواء بهدف تخمره وحفظه لمدة طويلة . تعتبر الذرة الصفراء أفضل محصول علفي يحفظ بشكل سايلج ويأتي سايلج الذرة البيضاء في المرتبة الثانية كما إن سايلج الذرة مستساغ جداً من قبل الحيوانات بعد إن تتعود عليه وتستطيع حيوانات الحليب كالأبقار والجاموس تناول كميات كبيرة من السايلج الذي يفيد هذه الحيوانات بكونه علفاً طرياً يساعد على اذرار الحليب . إما المحاصيل البقولية فيفضل عمل الدريس منها بدل السايلج وخاصة إن ظروفنا الجوية في العراق تسمح بعمل الدريس في معظم فصول السنة عدا أشهر الشتاء الباردة الممطرة . ويفضل تقليل كمية السايلج المقدم للحيوانات الصغيرة أو حيوانات التسمين من عجول وحملان وزيادة كمية الدريس والعلف المركز حسب مرحلة التسمين .

هذه المواد العلفية المختلفة والتي تستخدم في تغذية الحيوانات الزراعية والطيور الداجنة مصنفة ضمن المواد العلفية المركزة والمواد العلفية الخشنة والإضافات الغذائية حسب أهميتها الغذائية والاقتصادية وحسب توفر مواد المجموعتين الأولى والثانية في القطر العراقي .

الصفات المرغوبة في الأعلاف :

1- البذور والحبوب : ألا يقل معدل النظافة فيها عن 90% ولا تزيد نسبة الإصابة بالحشرات عن 10% وألا تزيد نسبة السموم الفطرية فيها عن 25/ ميكرو غرام / كغ .

2- مخلفات البذور الزيتية : أن تكون خالية من الحشرات أو التعفن والتزنخ ومطابقة لمحتوى البروتين .

3- مواد العلف الخضراء : ألا تزيد نسبة الرطوبة في البرسيم مثلاً عن 90 % في الحشة الأولى و 88 % في الحشة الثانية و

85% في باقي الحشات وألا يقل عمر الأعلاف الخضراء الأخرى عن شهر ونصف وذلك لتجنب التأثير السام لحمض الهيدروسيانيك في النباتات الصغيرة لأنواع الذرة.
4- مواد العلف الخشنة : في حالة كبس الأتبان وقش الأرز والدريس في بالات يشترط حزمها بألياف نباتية أو صناعية مع حظر استخدام السلك في الحزم لخطورته بالنسبة للحيوان.
5- مواد العلف الحيوانية : أن تكون خالية من السالمونيلا والكولاي والعفن والتزنخ.
6- الأعلاف المركزة : ألا تقل نسبة الدهن الخام بها عن 3% ويتراوح الحد الأدنى لنسبة البروتين الخام بها بين 9% للفصيلة الخيلية و 17% في بادئ العجول وألا تزيد نسبة الألياف الخام عن 6% في بادئ العجول و13% في علف العجول الصغيرة و 15% في أعلاف الحيوانات الأخرى وأن لاتزيد نسبة الرطوبة في الجميع عن 10% وأن تكون خالية من المواد السامة بما فيها البذور السامة والحشرات والعناكب الحية وأطوارها وكذلك الميتة الضارة منها والأحياء الدقيقة الضارة والقطع المعدنية والتعفن والروائح الغريبة وأن يكون طعمها مقبول.
7- الأعشاب والمراعي الطبيعية:
أ- أن تكون متكيفة مع البيئة المحلية والحالة المناخية والتربة .
ب- أن تكون مستساغة وغضة كثيرة العصارة
ج - أن تقاوم السير عليها والرعي.
د - أن تكون سهلة النمو ، وأن تكون نموها عند الحدود الكلفة الدنيا.
هـ - سهلة المضغ وذات نمو غض كثير العصارة .
و- أن تكون ذات محتوى غذائي عالي ، غنية بالبروتينات والفيتامينات والأملاح المعدنية ومنخفضة بالألياف ز- لها ميزة استيعاب عالية - ح - ملائمة بشكل مرض ضمن دورة تعاقب المحاصيل ط - أن لا تكون ملوثة بالأمراض أو الطفيليات .
ك – أن لا تسبب للحيوان نفخة مفرطة .

العوامل المؤثرة على قيمة المواد الغذائية

إن أهم ما يجب إن يتوخاه المربي هو التغذية الاقتصادية لحيواناته بحيث يقدم الغذاء المناسب كماً ونوعاً لسد الاحتياجات الغذائية لحيواناته حسب طبيعة إنتاجها وبأقل كلفة ممكنة . وبما إن التغذية تشكل جزءاً كبيراً من كلفة الإنتاج لذا فان المربي الناجح هو الذي يختار المواد العلفية المناسبة ويعدها اعداداً مناسباً دون إن يؤدي ذلك الإعداد إلى زيادة الكلفة إذا لم يكن الإعداد قد أدى أو يؤدي إلى زيادة استفادة الحيوان من الغذاء . كذلك هناك عوامل فيزياوية وعوامل طبيعية أو بيئية تؤثر على القيمة الغذائية للمواد العلفية , **ومن هذه العوامل الآتي :**

1- استساغة المادة العلفية من قبل الحيوان (Palatability) :
تكون بعض المواد العلفية مستساغة من قبل بعض الحيوانات كالأعلاف الخضراء والدريس الجيد النوعية مقارنة بالاتبان . كذلك فان الأعلاف التي تحتوي على مواد سكرية تقبل الحيوانات على تناولها بدرجة اكبر من غيرها , إن بعض المواد العلفية ذات الرائحة الخاصة كالسايلج عندما تقدم للحيوانات لأول مرة سوف تمتنع عن تناولها لفترة معينة لا تلبث تلك الحيوانات على التعود عليها واستساغتها بدرجة كبيرة . وكذلك الحال لكثير من المواد العلفية التي تقدم للحيوانات لأول مرة .
ويعتقد البعض خطأ إن العلف المقبول للحيوانات يهضم بدرجة أعلى من العلف غير المقبول , إن أهمية العلف المستساغ وخاصة إذا كان من الأعلاف الخشنة تكمن في كمية المتناول منه فكلما تناول الحيوان كمية كبيرة من العلف الخشن كلياً , حصل على نسبة اكبر من احتياجاته اليومية للمركبات الغذائية وبالتالي يكون إنتاجه أفضل وكلفة تغذيته اقل . وبالعكس فان الحيوانات تتناول كمية اقل مما يجب في حالة التغذية على العلف غير المستساغ وفي مثل هذه الحالات إن الحيوان قد لا يحصل على كامل احتياجاته الغذائية وخاصة لبعض الأملاح والفيتامينات وربما البروتين ايضاً وبذلك يفقد الحيوان شهيته بسب النقص الغذائي فتزداد المشكلة تعقيداً .

2- جرش أو سحق أو تقطيع المواد العلفية :
إن عمليات إعداد المواد العلفية بهدف زيادة القيمة الغذائية لها تزيد من كلفة الغذاء لذلك يجب إجراء موازنة بين زيادة كلفة إعداد العلف وبين زيادة قيمته الغذائية . كما إن بعض عمليات إعداد العلف قد لا تفيد الحيوان وتزيد من كلفته بنفس الوقت , ومن عمليات إعداد المواد العلفية هي :
أ – الجرش (Grinding) :
إن عملية جرش الحبوب ضرورية احياناً , فالعجول الصغيرة ولحين وصولها (6-9) أشهر من العمر تستطيع الاستفادة من الحبوب دون الحاجة لجرشها . إلا إن جرش الحبوب يصبح ضروري في الأبقار والجاموس بعد عمر (9) شهور لان هذه الحيوانات لا تستطيع تكسير الحبوب , وان عدم جرش الحبوب سيؤدي إلى عدم هضم نسبة من الحبوب قد تصل إلى % 20 ويظهر ذلك جلياً عند ملاحظة روث الحيوانات حيث تجد فيه نسبة الحبوب كاملة بدون هضم .

إما الأغنام فإنها تستطيع بصورة عامة سحق الحبوب وهي كاملة كالشعير والذرة ما عدا الحبوب الصلبة جداً كالماش أو نوى التمر وكذلك الحبوب الصغيرة فيتطلب جرشها , هذا إذا كانت الحيوانات بعمر مناسب إما النعاج المسنة والتي قد تآكلت أسنانها فإنها لا تستطيع سحق الحبوب .

ويمكن تقديم الحبوب كاملة للخيول إلا انه من المفضل جرشها وخاصة إذا كانت تلك الحيوانات مسنة . كذلك تستطيع الطيور الداجنة البالغة الاستفادة من الحبوب شريطة وجود الحصو الناعم للمساعدة في سحق الحبوب , إما الأفراخ والفروج فإنها تحتاج إلى الحبوب المجروشة . إن الجرش الناعم جداً للحبوب يجعلها غير مستساغة من قبل الحيوانات وتسبب تكون الغبار إثناء تناولها لذلك يجب إن يكون الجرش خشناً لتقليل طحن الحبوب . وهناك طرق أخرى لإعداد الحبوب وهي عبارة عن سحق الحبوب (Crushing) أو تدوير الحبوب (Rolling) بدلا من جرشها وهذه العمليات لا تختلف كثيراً عن عملية الجرش الخشن .

ب- تقطيع أو جرش الدريس أو العلف الخشن :

إن تقطيع أو جرش العلف الخشن عمليتان تزيدان من تكاليف إعداد العلف ولا تفيدان الحيوان وربما تقلل من القيمة الغذائية له وخاصة إذا كان العلف الخشن ذو نوعية جيدة . إما العلف الخشن الرديء النوعية كالقش فان تقطيعه لا يزيد من قيمته الغذائية بل يزيد من استهلاك الحيوان لهذه المادة التي تكون عادة اقل استساغة للحيوان من العلف الخشن الجيد النوعية وبذلك يحصل الحيوان على مادة غذائية أكثر من تناول العلف الخشن المذكور بدون تقطيع .

إن تقطيع العلف الخشن أفضل للحيوان من جرشه ناعماً لان الحيوانات عموماً تتلذذ بتناول العلف وتعمل على سحقه بأسنانها بدلاً من التهامه كما إن القطع الكبيرة من العلف سوف يكون بقاؤها في الجهاز الهضمي مدة أطول من العلف المجروش وبذلك تتعرض لفعل الإحياء المجهرية التي تحوله إلى مواد غذائية قابلة للهضم , وقد ثبت من التجارب العلمية إن نسبة الدهن في الحليب تقل إذا كان العلف الخشن المقدم لأبقار الحليب مجروشاً مقارنة بالعلف الخشن الكامل أو المقطع فقط .

3- كبس العلف (Palliating of Cubing) :

عملية كبس العلف تجرى بواسطة مكابس خاصة ذات ضغط عالي تعمل على كبس العلف بإشكال وإحجام مختلفة تسمى باسماء مختلفة منها حبيبات العلف (Crumbles) أو مكعبات (Pellets) ويسمى ايضاً (Cubes) . ويتم الكبس إما بمساعدة المولاس أو بخار الماء كمواد لاصقة , إن كبس العلف بهذه الإشكال يكون عادة إما لخليط من مواد علفية مركزة أو لخليط من الأعلاف هو لسهولة نقلها وللتقليل من حجمها إثناء النقل والخزن والتقليل من تبذير العلف إثناء تناوله من قبل الحيوانات وخاصة إذا كانت تغذية تلك الحيوانات في العراء . وكبس العلف يزيد من كلفة إعداده وفوائده في زيادة قيمته الغذائية تكون محدودة في أعلاف أبقار الحليب وتكون هذه الفوائد اكبر في تغذية الحيوانات المعدة للتسمين وخاصة إذا كانت المكعبات المكبوسة هي خليط من العلف المركز والعلف الخشن . ويكبس العلف الخشن بمفرده بإشكال مختلفة ايضاً منها مكعبات كبيرة الحجم (Pellets) ومنها أقراص العلف الخشن (Wafers) وفوائدها مشابهة لما جاء أعلاه إلا إن كلفة كبس العلف الخشن أكثر من كلفة كبس العلف المركز .

4- معاملات متفرقة :

تجرى على بعض مواد العلف بعض العمليات بهدف زيادة قيمته الغذائية إلا إن معظم هذه المعاملات لا تزيد من قيمة الأعلاف الغذائية ولا تزيد من نسبة هضمه ما عدا نقع (Soaking) لبعض البذور الصلبة مثل نوى التمر أو الذرة القديمة المخزونة لمدة طويلة ولكن الجرش أو السحق يقوم بنفس المهمة وربما بتكلفة اقل من النقع وخاصة إذا كانت الكميات المطلوبة نقعها كبيرة . وتجرى احياناً عملية طبخ (Cooking) لبعض المواد العلفية وخاصة عند تغذيتها للدواجن كالباقلاء وبذور فول الصويا , كذلك تجري احياناً تخمير بعض المواد أو إنبات بعض البذور بهدف زيادة قيمتها الغذائية إلا انه أثبتت التجارب إن فوائد هذه العمليات في زيادة الإنتاج لا تغطي تكاليف العمليات من تخمير أو إنبات البذور .

5- العوامل الطبيعية التي تؤثر على القيمة الغذائية للمواد العلفية :

لقد ذكرنا انفاً بعض المعاملات الفيزياوية أو الاصطناعية التي تجرى على بعض مواد العلف . ووجدنا إن بعض هذه المعاملات تزيد فعلاً من استفادة الحيوان لها بينما لم تؤثر بعض المعاملات الأخرى على نسبة هضمها أو إن تكاليف إجراء المعاملات لا تغطي الفوائد المتوخاة منها وهي زيادة الربح الناتج من هذه العمليات .

إلا انه هناك عوامل طبيعية تؤثر على القيمة الغذائية للمادة العلفية وهي :

اختلافات في التركيب الكيمياوي للمادة العلفية ونسب احتوائها على المركبات الغذائية المختلفة . إذ تختلف المادة الواحدة في محتوياتها حسب ظروف إنتاجها وكما يأتي :

أ- **الرطوبة :** إن نسبة الرطوبة في المادة العلفية تؤثر على قيمتها الغذائية إذ إن المادة الأكثر جفافاً تحتوي على كمية من المواد الغذائية أكثر من نفس المادة التي هي اقل جفافاً . فمثلاً حبوب الذرة الصفراء الربيعية تكون أكثر جفافاً من حبوب الذرة الصيفية التي تحصد في الخريف , كذلك الدريس الذي يحضر صيفاً يكون أكثر جفافاً من الدريس الذي يحضر شتاءاً . وحتى العلف الأخضر الذي يحصد ويقدم للحيوانات شتاءاً أو يحضر منه السايلج يكون حاوياً على مادة جافة اقل من العلف الأخضر الناتج صيفاً عند تساوي مرحلة الحصاد .

ب- **وجود الشوائب :** كالأتربة والحجارة والمواد الغريبة في مواد العلف المركز تقلل من قيمته الغذائية بنسب تواجد هذه المواد فيه كما إن إصابة البذور بالحشرات تقلل من قيمتها الغذائية بنسبة درجة الإصابة أو التلف الذي تسببه تلك الحشرات .

ج- **تعرض المواد العلفية لبعض العوامل الجوية :** وخاصة الأعلاف الخشنة كتعرض الدريس للإمطار التي تسبب غسل (Leaching) المواد الغذائية فيه وتعرضه لأشعة الشمس لمدة أكثر من المطلوب تؤدي إلى قصر (bleaching) اللون

الأخضر وتلف الفيتامينات الموجودة فيه . كما إن الجفاف الزائد يسبب سقوط الأوراق إثناء جمع الدريس ونقله مما يسبب فقدان نسبة كبيرة من الأوراق التي تحتوي عادة على نسبة عالية من المركبات الغذائية والفيتامينات .

د- **درجة النضج (Stage of Maturity) :** إن البذور الناضجة أو الممتلئة تحتوي على مواد نشوية أكثر من البذور الضامرة أو المتكرمشة والتي قد تحتوي على نسبة ألياف أكثر بسبب زيادة نسبة القشور فيها كما يحصل في حبوب الشوفان والشعير .

إن درجة النضج تؤثر على القيمة الغذائية للأعلاف الخشنة أكثر بكثير من تأثيرها على الحبوب أو البذور . إذ إن نباتات العلف التي تقطع بعمر مبكر تكون غنية بالمواد الغذائية القابلة للهضم ومنخفضة بالمواد الأقل قابلية للهضم وهي الألياف . وبالعكس فان محاصيل العلف التي تقطع في عمر متأخر تكون قد اقتربت من درجة نضجها الكامل تكثر فيها الألياف واللكنين وتقل نسبة الاوراق ونتيجة لذلك تقل نسب المواد الغذائية المهضومة خاصة البروتين وتقل فيها الأملاح والفيتامينات أيضا .

ه- **طبيعة التربة (Soil) :** إن لطبيعة التربة وخصوبتها تأثير على كمية الإنتاج سواء كان الإنتاج بذوراً أم علفاً خشنا إلا إن تأثير التربة على نوعية البذور يكون اقل من تأثيرها على نوعية العلف الخشن . وتعتبر العناصر الثلاث النتروجين والفسفور والكالسيوم ذات اثر كبير على نوعية العلف الخشن وكميته إذ إن وجود هذه العناصر بوفرة في التربة تزيد من نسب تواجدها في نبات العلف وخاصة النتروجين . فقد وجد إن محاصيل العلف المسمدة تسميداً مناسباً تكون أغنى بالبروتين (النتروجين) من المحاصيل غير المسمدة , إما نقص العناصر المعدنية النادرة كالكوبلت والنحاس واليود في التربة يؤدي إلى نقص تواجدها في نباتات العلف . إن مثل هذا النقص يؤثر على القيمة الغذائية للعلف ويؤدي إلى ظهور إمراض نقص هذه العناصر في الحيوان .

و- **صنف ونوع المادة العلفية (Species and Variety) :** تختلف محتويات المواد العلفية وقيمتها الغذائية من صنف لأخر وخاصة في احتوائها على البروتين . فالبذور البقولية تحتوي بصورة عامة على نسب من البروتين أعلى من البذور أو الحبوب النجيلية , كذلك نباتات العلف البقولية تكون أغنى بالبروتين وبعض العناصر المعدنية (مثل الكالسيوم) من نباتات العلف النجيلية . كذلك نجد اختلافات بين أنواع مختلفة لصنف واحد من المادة العلفية في المركبات الغذائية التي تحتويها . فمثلاً حبوب الشعير الأسود تحتوي على نسبة بروتين أعلى ونسبة كاربوهيدرات ذائبة اقل من الشعير الأبيض كذلك الذرة الصفراء النقية تحتوي على نسبة البروتين أعلى مما تحتويه الذرة الهجينية وأنواع الحنطة تختلف باحتوائها على البروتين ايضاً .

ز- **الخزن (Storage) :** إن للخزن تأثير بالغ احياناً على نوعية المادة العلفية وقيمتها الغذائية ومدى صلاحيتها كغذاء للحيوان . فالحبوب التي تحتوي على نسبة رطوبة عالية وكذلك الدريس كثير الرطوبة سوف تتعرض هذه المواد العلفية للتعفن ونمو الفطريات فيها كما قد تؤدي الرطوبة الزائدة فيها إلى الاحتراق أو الأكسدة والاسوداد عندها لا تصلح عادة للتغذية . إن أكثر ما يحصل في القطر العراقي من ضرر بالنسبة للخزن هو خزن بذور الذرة الصفراء الناتجة في الخريف التي يتطلب تجفيفها قبل خزنها وكذلك الدريس الذي يحضر في الشتاء أو الربيع حيث تكون الحرارة غير كافية لتجفيفه .

كذلك خزن المواد العلفية التي تحتوي على نسبة دهن عالية خلال موسم الصيف يعرضها للتأكسد أو التزنخ بسرعة .

إما إصابة المواد العلفية وخاصة المركزة منها بحشرات المخازن يعرضها للتلف ويقلل من قيمتها الغذائية يتوقف ذلك على درجة الإصابة بهذه الحشرات .

إن الخزن ومدته تؤثر على ما تحتويه المواد العلفية من الفيتامينات فالذرة الصفراء المخزونة تقل نسبة احتوائها على الكاروتين أو فيتامين A كلما زادت فترة الخزن وكذلك يحصل لفيتامين A الموجود في الدريس إثناء الخزن والجفاف الزائد .

طريقة اخذ العينات :

إن عملية اخذ العينات وتحضيرها لغرض التحليل الكيميائي تؤثر بشكل كبير على قيم التحليل , وان الغرض هو اخذ عينة من مادة علفية معينة بحيث العينة تمثل تلك المادة وتحلل كيميائياً بطريقة يجب إن تمثل المادة العلفية التي يأخذها الحيوان فعلاً في الحقل .

وفيما يلي شرح مختصر لأخذ عينات من بعض المواد المهمة مثل الدريس وهو أهم المواد العلفية الخشنة :

1- خذ عينة من الدريس بسمك 7.5-12.5 سم من البالة الواحدة (وعادة الدريس يكبس على شكل بالات) فإذا كان عدد البالات 10 أو اقل خذ عينات من كل البالات وإذا كان عدد البالات أكثر من 60 فخذ عينات من 10 بالات فقط . ضع جميع العينات في كيس كبير ثم اطحنها في طاحونة مختبرية وخذ نموذج منها بحجم 1.5 غ وضعه في إناء محكم الغطاء لحين التحليل .

2- العلف الأخضر : في حالة العلف الأخضر Green forage تعتمد طريقة اخذ العينات من هذا العلف على الغرض من الاختبار فمن الضروري الاحتفاظ بنموذج العلف الأخضر كما استهلكه الحيوان دون إجراء إي تغير في كيس من البلاستيك لغرض تقدير نسبة المادة الجافة . إي إن الأعلاف الخضراء تجفف على مرحلتين :

أ- مجففة جزئياً Partial Dry matter . ب- مجففة كلياً Dry matter .

لغرض اخذ عينات من العلف الأخضر انتخب ما لا يقل عن 10 مناطق من الحقل ويعتمد على حجم الحقل ثم احصد النباتات من المناطق العشرة وإذا أمكن أحفظ العينات في أكياس بلاستيكية إما إذا كانت العينات كبيرة فتقطع إلى أجزاء صغيرة للحصول على نماذج تمثل المادة العلفية . في حالة اخذ نموذج من العلف المستهلك من قبل الحيوان استعمل طريقة

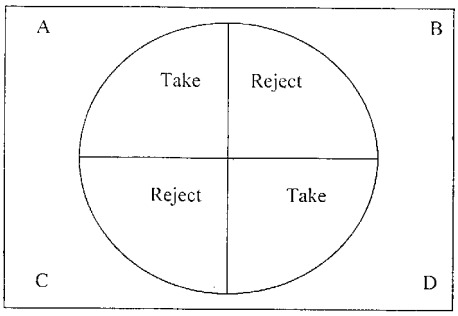
تفريغ المريء أو الكرش وفي حالة المريء قد يستوجب اخذ عينة من العلف الموجود في فم الحيوان لتكون ممثلة لنوع النباتات المستهلكة من قبل الحيوان .

3- السايلج Silage : خذ عينة عشوائية من السايلج الذي أعطي للحيوانات ويجب إن تكون كمية العينة حوالي 4 كغم.

4- الحبوب ومخاليط المركز : استعمل أنبوب معدني ذو شق جانبي أو أخدود جانبي ونهايته مدببة وخذ بواسطته عينة وزن 1 كغم وكما يلي :

- ضع كيس الحبوب افقياً على الأرض وخذ كمية وسطية محصورة بين الخط بين الزاوية والزاوية المقابلة لها . إذا كان عدد الأكياس يتراوح من 1-10 أكياس خذ عينات من كل الأكياس , إما إذا كان عدد الأكياس فما فوق فخذ عينات من 10 أكياس مأخوذة عشوائياً . خذ كميات وسطية كافية من كل كيس يصبح المجموع ما لايقل عن 5 كغم , حجم النموذج إلى الحجم المطلوب عادة 3 أرباع بعد الخلط قسم محتويات المجموعة إلى أربعة مجاميع بصورة متتابعة ثم أحفظ النموذج في إناء محكم الغطاء .
- عملية الطحن واخذ نماذج ثانوية (Sub-Samples): اطحن العينة إلى حجم يمر خلال منخل ذي ثقوب قطر الثقب الواحد 1 ملم , في حالة العينات الكبيرة اطحن أو اجرش في معامل العلف بحجم $\frac{3}{8}$ انج ثم خذ نماذج منها واطحنها ثانية بحجم 4 ملم وخذ نماذج منها واطحنها ثالثة إلى حجم 1ملم من كل هذه الحالات يجب خلط ما تبقى من الطاحونة من الجزء المطحون قبل اخذ النماذج الثانوية بطريقة المربعات ثم أحفظ النماذج في أواني نظيفة .

طريقة المربعات : نأخذ نموذج ونفرشه في مكان مسطح وبشكل مربع ثم نقسمه إلى أربع أقسام متساوية طبعاً بعد الخلط يؤخذ منها قسمان وبهمل القسمان الآخران وهذه العملية تسمى (Quartering) ونخلطها مع بعضها ومرة أخرى نكرر نفس العملية السابقة إلى إن نحصل على كمية 300 غم تقريباً .



حفظ العينات Preseving Samples : أحفظ إن أمكن جميع العينات ذات الرطوبة العالية في مجمدة وفي حالة عدم توفر مجمدة يستوجب تحليل العينات بسرعة وتقديرها .

استلام العينات :

طريقة استلام العينات من المختبر لغرض التحليل عند اخذ أو استلام العينات لغرض التحليل يجب إن توضع على كل عينة المعلومات التالية على ورقة :

1- الرقم ألمختبري للنموذج .
2- تدوين اسم الشخص أو الجهة التي تريد التحليل .
3- مواصفات العينة نوعها وكميتها .
4- اسم الشخص القائم بالعمل في المختبر .
5- تاريخ استلام العينة .
6- مكان اخذ العينة (state) منطقة العينة

هذه المعلومات تدخل في السجل الخاص بالمختبر .

- يتم حفظ العينات في غرفة لخزن العينات حيث تكون مبردة ومجهزة بأماكن مخصصة ومنظمة للعينات حيث يتم الاحتفاظ بهذه العينات لمدة لأتقل عن ثلاثة أشهر . وهذه الغرفة نظيفة ومحكمة ويتم حفظ العينات كما تأتي وتحفظ في أكياس مغلقة ومرقمة ويكتب عليها تاريخ استلام العينة , اسم العينة , اسم الشخص أو الجهة التي تريد التحليل وهنالك عينات قد تحفظ إلى أكثر من 9 أشهر لأسباب معينة .
- عند استلام العينة يجب اتخاذ الإجراءات التالية :

1- جرش العينات التي تحتاج إلى جرش .
2- مزج العينة جيداً لغرض التجانس عند اخذ العينة للتحليل .
3- وضعها في قوارير بلاستيكية بمقدار 500 غرام في اقل تقدير .
4- تسجيل جميع المعلومات عن العينات وتعطى كل عينة رقماً مختبرياً وترسل إلى المختبر لإجراء التحاليل المطلوبة .

التحليلات الخاصة بمختبر الإنتاج الحيواني :

اولاً : تقدير المادة الجافة (فحص الرطوبة) Dry Matter determination :

إن نسبة الرطوبة في المادة العلفية تؤثر على قيمتها الغذائية إذ إن المادة الأكثر جفافاً تحتوي على كمية من المواد الغذائية أكثر من نفس المادة التي هي اقل جفافاً . فمثلاً حبوب الذرة الصفراء الربيعية تكون أكثر جفافاً من حبوب الذرة الصيفية التي تحصد في الخريف . وايضاً الحبوب التي تحتوي على نسبة رطوبة عالية وكذلك الدريس كثير الرطوبة سوف تتعرض هذه المواد العلفية للتعفن ونمو الفطريات فيها كما قد تؤدي الرطوبة الزائدة فيها إلى الاحتراق أو الأكسدة والاسوداد عندها لا تصلح عادة للتغذية .

المواد والأجهزة :

1- ميزان مختبري حساس Analytical balance يقيس لحد أربعة مراتب عشرية بعد الفارزة
2- حاوية زجاجية مع الغطاء Dry matter container with lid .
3- فرن تجفيف مع تهوية 103 ± 2C °
4- مانعة رطوبة مع سليكيا جيل زرقاء Desiccator .

طريقة العمل :

1- تحضير الحاوية الزجاجية حيث يتم ترقيم الحاويات الزجاجية مع ترقيم غطائها ويتم عمل مكررين لكل نموذج .
2- توضع الحاويات الزجاجية في فرن درجة حرارته 130 C° (مع القيام بفتح غطاء الحاوية ووضعه بجانبها) لمدة ساعة واحدة (40 دقيقة).
3- يتم إخراج الحاويات الزجاجية من الفرن حيث يتم تغطيتها بنفس الغطاء داخل الفرن وتوضع في مانعة الرطوبة ويتم إغلاق فتحة التنفيس بعد 30 ثانية . ويتم وضع مانع الرطوبة على عربة خاصة في المختبر .

ملاحظة : الحاويات الزجاجية ساخنة ولا يتم معرفة ذلك بالنظر إلى الزجاجيات لذلك يجب اخذ الحذر عند نقلها .

4- يتم وزن الحاويات الزجاجية الفارغة مع غطائها بعد مرور ساعة واحدة في مانعة الرطوبة ويسجل الوزن .
5- يتم تصفير الميزان مع الحاوية الزجاجية بدون غطاء (التصفير = Tare) .
6- يتم وزن 2-3 غم من المادة الكنترول و4-5 غم من العينة العلفية .
7- يتم تسجيل الوزن .
8- يتم وضع الحاويات الزجاجية في الفرن ويتم فتح غطائها ووضعه بجانب الحاوية الزجاجية (متكئاً عليها) . درجة حرارة الفرن 103 C ° ولمدة 4 ساعات .
9- بعد ذلك يتم تغطيه الحاويات الزجاجية وإخراجها من الفرن بواسطة ادأة مانعة الرطوبة (لتجنب حرق الأصابع عند نقلها) ووضعها في مانعة الرطوبة ويتم إغلاق فتحة التهوية بعد 30 ثانية .
10- يتم وزن الحاويات الزجاجية مع غطائها مع العينة بعد مرور ساعة واحدة في مانعة الرطوبة .
11- يتم إرجاع الحاويات الزجاجية إلى فرن التجفيف (مع وضع الغطاء متكئاً عليها) لمدة 2 ساعة .
12- بعد ذلك يتم إخراج الحاويات الزجاجية بعد تغطيتها بأغطيتها ووضعها في مانعة الرطوبة ويغلق فتحة التنفيس بعد 30 ثانية .
13- يتم وزن الحاويات الزجاجية مع الغطاء مع العينة بعد مرور ساعة واحدة في مانعة الرطوبة ويتم تسجيل الوزن .

الحساب :

DM % مادة جافة غم / كغم = الوزن بعد التجفيف - وزن الحاوية فارغة / وزن العينة × 1000

ملاحظة : الفرق (ليس أكثر من 2 غم / كغم بين المكررات) .

ثانياً : تقدير الرماد Ash determination :

من خلال تقدير نسبة الرماد يمكن احتساب كمية العناصر المعدنية الضرورية في غذاء الحيوان التي هي الكالسيوم والفسفور , تحتوي معظم النباتات والمواد العلفية على معظم هذه العناصر إلا إن نسبة تواجدها يختلف من صنف إلى أخر , فمثلاً تحتوي محاصيل العلف البقولية على كمية جيدة من الكالسيوم بينما يكون تواجد الفسفور محدوداً فيها ولكنه يكثر في الحبوب التي تحتوي على نسبة ضئيلة بالكالسيوم . في حين إن كثير من المواد العلفية المركزة لا تحتوي على هذه العناصر بكميات كافية لذلك يضاف بعضها للعلائق الخاصة بالطيور الداجنة لضمان حصول الطيور على كميات تسد احتياجاتها.

المبدأ :

تحتسب نسبة المواد المعدنية أو الرماد الموجود في العينة العلفية بحرقها في فرن تحت درجة حرارة عالية جداً (500) م° فتتحول كافة المواد المعدنية الموجودة في العينة إلى غازات ولا يبقى منها سوى المواد المعدنية غير قابلة للاحتراق والتي هي الرماد المتبقي من الحرق ثم يوزن الرماد المتبقي من العينة وتكون نسبته كما يأتي :

نسبة الرماد % ={ وزن الرماد / وزن العينة الأصلية } × 100

المواد والأجهزة :

1- ميزان مختبري Analytical balance .
2- جفنات خزفية أو بورسلين Porcelain crucibles .
3- محرقة كهربائية Muffle Furnace (550 ± 10 C°) .
4- مانعة رطوبة مع سليكيا جل زرقاء Desiccator .

طريقة العمل :

1- تحضير الجفنات الخزفية حيث يتم ترقيم الجفنات من الأسفل بواسطة قلم الرصاص .
2- توضع الجفنات في المحرقة 550 م° لمدة ساعة واحدة . ومن ثم تخرج وتوضع في مانعة الرطوبة لمدة ساعة واحدة (يتم وضع 8 جفنات في مانعة الرطوبة) ويتم إغلاق فتحة التنفيس في الدسيكيتر بعد 30 ثانية من وضع الجفنات .
3- يتم وزن الجفنات بعد ذلك وهي فارغة ويسجل الوزن .
4- يتم وضع 3-5 غم من النموذج ألعلفي في الجفنة الخزفية .
5- يتم وضع الجفنات في المحرقة لمدة 3 ساعات وعلى درجة حرارة 550 م° . وبعد ذلك نخرج العينات وتوضع في مانعة الرطوبة لمدة ساعة واحدة ويتم إغلاق فتحة التنفيس في الدسيكيتر بعد 30 ثانية من وضع الجفنات .
6- توزن الجفنات بعد الحرق ويسجل وزن (Ash_1) وتعاد الجفنات إلى المحرقة لمدة ساعة واحدة وعلى درجة حرارة 550 م° وبعد ذلك تخرج الجفنات وتوضع في مانعة الرطوبة لمدة ساعة واحدة وتوزن ويسجل الوزن (Ash_2) .

الحساب :

يتم حساب الرماد :

$$\text{Ash g / kg} = \frac{CrucibleWithAsh - EmptyCrucible}{SampleWeight \times 1000}$$

Crucible With Ash = Ash_2 _ Ash_1

ثالثاً : قياس نسبة الكالسيوم Ca :

المصدر : (A.O.A.C (1970) pag 132)

المحاليل :

1- حامض الهيدروكلوريك المركز HCL يخفف حجم واحد حامض : 3 حجوم ماء مقطر (1:3) .
2- دليل المثيل الأحمر ومحضر من 1 غم مثيل إلى 200 alcohol (C_2H_6O ethanol) absolute و (0.5 غم مثيل إلى 100 مل) .
3- هيدروكسيد الامونيوم NH_4OH مخفف حجم واحد : حجم واحد ماء مقطر (1:1) .
4- محلول اوكزالات الامونيوم ويحضر من إضافة 4.2 غم من مادة اوكزالات الامونيوم إلى 100 مل ماء مقطر أو (16.8في 400 مل) .
5- هيدروكسيد الامونيوم NH_4OH مخفف حجم واحد : 50 حجم ماء مقطر (50:1) 10 مل هيدروكسيد إلى 500 مل ماء مقطر .
6- حامض الكبريتيك المخفف H_2SO_4 وذلك بإضافة 5 حجم حامض الكبريتيك المركز لكل 125 مل ماء مقطر أي 100 مل حامض + 2500 مل ماء مقطر .

طريقة العمل :

1- يوزن 2 غم من العينة التي طحنت بصورة ناعمة في جفنة خزفية .
2- تحرق في فرن كهربائي إلى رماد خالي من الكاربون ولكن تجنب الانصهار (500-600 م°) لمدة ساعتين .
3- يضاف 40 مل حامض الهيدروكلوريك المخفف (3:1) وقطرات قليلة (2 قطرة) من حامض النتريك وتوضع على الهيتر لدرجة الغليان وتقل كميته إلى النصف تقريباً لطرد NO_2 .
4- ينقل المحلول إلى دورق حجمي 250 مل إلى إن يبرد ويكمل إلى الحجم DW ويخلط تماماً مع مراعاة غسل البيكر جيداً .

الترسيب :

5- ينقل بواسطة الماصة 25 مل محلول الرائق إلى دورق حجمي سعة 100 مل ويكمل الحجم إلى 100 مل DW .
6- يضاف قطرتين من دليل المثيل الأحمر .
7- يضاف هيدروكسيد الامونيوم (1:1) بشكل قطرات إلى حد PH = 5.6 كما يستدل من اللون المتوسط بين بني إلى برتقالي (برتقالي مائل إلى الجوزي) .
8- في حالة إضافة هذه القاعدة أكثر من اللازم (وإذا تجاوز الحد) يضاف بواسطة القطارة حامض الهيدروكلوريك (3:1) على شكل قطرات إلى إن نحصل على اللون البرتقالي .
9- يضاف قطرتين من حامض الهيدروكلوريك (3:1) واللون ألان يجب إن يصبح قرنفلي 3-2.5 PH على شكل قطرات والى إن يتحول إلى اللون القرنفلي (وردي) مرة أخرى .
10- نخفف هذا المحلول إلى 150 مل بواسطة الماء المقطر .
11- يسخن هذا المحلول لحد الغليان مع تسخين بيكر من اوكزالات الامونيوم $(NH_4)C_2O_4$.
12- يضاف 10مل من محلول اوكزالات الامونيوم الساخن وتكون الإضافة بهدوء (يجب إن يكون كلا المحلولين حار) .
13- إذا اللون الأحمر تغير إلى البرتقالي أو الأصفر يضاف قطرتين من حامض الهيدروكلوريك (3:1) واللون ألان يجب إن يصبح وردي 3-2.5 = PH .
14- ويترك المحلول طول الليل لكي يترسب تدريجياً .

الترشيح :

15- نرشح مادة كافية بواسطة ورق الترشيح 40-45 نوع whatman أو جفنة مزودة بفلتر .
16- يغسل الراسب الموجود على ورقة الترشيح أو الجفنة مع الراسب بصورة تامة بهيدروكسيد الامونيوم (50:1) لإزالة اثأر الحامض من على ورق الترشيح .
17- توضع الورقة أو الجفنة مع الراسب في الدورق الأصلي ويضاف حامض الكبريتيك المخفف 130 مل (خليط من 125 مل ماء و5 مل حامض الكبريتيك) .
18- يسخن البيكر إلى أكثر أو يساوي (° C 70-80) .
19- ويسحح بواسطة N 0.1 محلول برمنكنات البوتاسيوم $KMnO_4$ بواسطة السحاحة إلى أول لون بنفسجي طفيف (وجود الورقة يجوز إن يسبب تلاشي اللون في ثواني قليلة تصحح النتيجة بالنسبة للفحص الصوري وتحسب النسبة المئوية للكالسيوم) حيث يظهر لون بنفسجي فاتح يثبت اللون حوالي 45 ثانية , دليل الوصول إلى نقطة التعادل نسجل قراءة السحاحة وتطرح منها قراءة البلانك .

الحساب :

نقيس مقدار البرمنكنات الذي عادل محتويات البيكر بعد طرح البلانك Blank .

$$Ca\ \% = \frac{mlOfPotassiumPermanganate \times N(0.1)Permanganate \times 250 \times 100 \times 20(Ca)}{SampleWt \times 25 \times 1000}$$

{ مقدار البرمنكنات الحقيقي من السحاحة × (0.1 عيارية البرمنكنات) × 250O×100×20 (الوزن المكافئ Ca)} / وزن العينة × 25×1000

ملاحظات :

1- طريقة تحضير الكاشف (الكحول الاثيلي الأحمر) : يوزن 0.5 غم من مادة المثيل الأحمر ويضاف إليها 100 مل من محلول كحول الاثيلي ويرج جيداً ويستخدم ككاشف .
2- لعمل محلول برمنكنات البوتاسيوم $KMnO_4$: يحسب الوزن الجزيئي له الذي 158.03 ثم يضرب في × 0.02 لاستخراج الوزن الذي بموجبه يخفف إلى 1 لتر بالماء المقطر للحصول على 0.1N .
3- إضافة برمنكنات البوتاسيوم $KMnO_4$ إلى المحلول (حامض + اوكزالات)

$$2Na + C_2O_4 + 2H^+ + SO_4^{-2} \Leftrightarrow H_2CeCO_4 + 2Na^+ + SO_4^{-2}$$

$$2MnO_4 + 5H_2CeCO_4 + 6H^+ \Leftrightarrow 2Mn^{++} + 10CO_2 + 8H_2O$$

التكافؤ : عدد الالكترونات المفقودة أو المكتسبة .
الوزن المكافئ = الوزن المكافئ / التكافؤ
العدد المكافئ = الحجم × المعيارية .
العدد المكافئ للبرمنكنات = 14 × 0.1 = 1.4
الوزن المكافئ للبرمنكنات = العدد المكافئ للكالسيوم

4- تحفظ البرمنكنات في مكان مغلق .
5- إضافة HCL هو دوره التفاعل مع الكالسيوم وتكوين مركبات Ca .
6- الغليان دوره هو سرعة التفاعل .
7- إضافة حامض HNO_3 هو لأكسدة المواد الغير ذائبة بالحرق .
8- إضافة الاوكزالات هو التفاعل مع Ca وتكوين اوكزالات الكالسيوم وهذه المادة المترسبة على ورق الترشيح .
9- الغسل بالامونيا (50:1) هو لإزالة اثأر الحامض .
10- إضافة حامض H_2SO_4 المخفف هو لتحرير الأوكسجين الطري .

رابعاً : تقدير الفسفور بالطريقة الطيفية أو اللونية :

Determination of phosphorus content in spectrometric method

فكرة الجهاز : يسمى الجهاز المستعمل لقياس نسبة الفسفور Spectrophotometer or Colorimeter أي جهاز قياس نسبة ألوان الطيف ويقوم على أساس وضع العينة داخل الجهاز ثم تسليط حزمة ضوئية على هذه العينة . فالضوء الداخل لهذه العينة قسم منه يمتص وقسم الأخر ينفذ فإذا كان لدينا عينة تحتوي على لون كلما زادت نسبة الفسفور كلما زاد اللون غمقاً وكلما قلت نسبة الفسفور قل اللون غمقاً . فعند تسليط الضوء إذا كان لون العينة غامقاً يمتص الضوء أكثر وينفذ قليلاً وإذا كانت العينة فاتحة تمتص اللون قليلاً وينفذ أكثر .
ويكون قياس الجهاز على أساس إما الضوء النافذ Transilance = T % أو الضوء الممتص Absorbance = A % .

فكرة جهاز Spectrophotometer هي على أساسين :

1- الضوء النافذ : بعد نفوذه من العينة تحسب النفاذية .
النفاذية هي نسبة الضوء النافذ من العينة إلى نسبة الضوء النافذ من البلانك بعد نفوذه من العينة يسقط الضوء النافذ على خلية حساسة وتكون من السلينيوم أو اوكسيد النحاس وهذه الخلية الحساسة ينطلق منها الالكترونات وتنتقل الالكترونات من القطب السالب إلى الموجب فيحدث تيار كهربائي (الذي يسبب حركة المؤشر) وتعتمد حركة المؤشر على كمية الالكترونات وبالتالي على الضوء النافذ .
2- الضوء الممتص : عند وضع البلانك أو أي محلول نقي يستعمل كمعيار لتثبيت التنافذ على 100 وعادة يستعمل 0.5 من standard ويعتبر بلانك فاذأ كان التنافذ 100 معنى هذا الامتصاص = صفر (عكسي) .

يستعمل هذا الجهاز لقياس نسبة الأملاح الأخرى ما عدا Ca حيث يثبت على طول موجي معين يعتمد على نوعية المعدن وهذا مثبت في دليل الجهاز لان كل معدن له طول موجي ثابت .

بالنسبة إلى الفسفور P يستعمل طول موجة مقدارها 430 nm تطبق هذه الطريقة للمادة العلفية المحتوية على اقل من 50 g/kg من الفسفور P , عملياً تستخدم هذه الطريقة للمواد أو العينات ذات مستوى واطئ من الفسفور , إما بالنسبة للعينات ذات المحتوى الأعلى من الفسفور ينصح باستخدام الطريقة الحجمية مستخدماً على سبيل المثال quinoline phosphomolybdate .

المبدأ Principle:
يؤخذ جزء من العينة , إما يرمد في جفنة خزفية عند درجة حرارة عالية ثم يسخن الرماد مع الحامض (في حالة العينة تحتوي على مواد عضوية) . أو تستخدم طريقة الهضم الرطب بمزيج من حامض الكبريتيك وحامض النتريك المركزين (في حالة كون العينة سائلة أو تحتوي على مركبات معدنية) .
ثم يمزج المحلول ألحامضي الناتج في كلتا الحالتين مع كاشف موليبدوفانادات molybdovanadate reagent وتقاس امتصاصية المحلول الأصفر الناتج من المزيج عند طول موجي (430 nm) .

المحاليل Reagents and Materials :

1- كاربونات الكالسيوم ($NaHCO_3$) calcium carbonate .
2- حامض الهيدروكلوريك HCL ≈ 6 mol/L .
3- حامض النتريك HNO_3 ≈ 1 mol/L .
4- حامض النتريك c (HNO_3) = 14 mol/L ذو كثافة ρ (HNO_3) ≈ 1.40 g/ml .
5- حامض الكبريتيك ρ (H_2SO_4) = 1.84 g/ml , c (H_2SO_4) = 18 mol/L .
6- محلول A :
محلول امونيوم هيبتا موليبدات Ammonium heptamolybdate solution :
- يذاب في الماء الحار 100 غم من تراترات الامونيوم هيبتا موليبدات { $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ } .
- أضف 10 مل هيدروكسيد الامونيوم { c(NH_4OH) = 14 mol/L , ρ(NH_4OH) = 0.91 g/ml } , ثم خفف إلى 1 لتر بالماء المقطر .
7- محلول B :
محلول امونيوم أحادي الفاندات Ammonium monovanadate solution :
- يذاب 2.35 غم من الامونيوم أحادي الفاندات (NH_4VO_3) في 400 مل من الماء المقطر الحار .
- حرك جيداً بالتعاقب , ثم ببطء أضف 7 مل من حامض النتريك HNO_3 = 14 mol/L .
- خفف إلى 1 لتر بالماء المقطر .
8- كاشف موليبدوفاندات Molybdovanadate reagent :
- في دورق حجمي volumetric flask سعة 1 لتر , امزج 200 مل من محلول A مع 200 مل من محلول B مع 135 مل من حامض النتريك HNO_3 = 14 mol/L .
- خفف إلى العلامة بالماء المقطر .
- في حالة وجود جزيئات غير ذائبة , رشح الكاشف باستخدام ورقة ترشيح .
9- المحلول المرجع Reference solution :
خفف 10 مل من كاشف موليبدوفاندات Molybdovanadate reagent مع 10 مل من الماء المقطر .
10- محلول الفسفور القياسي phosphorus standard solution (stock solution) :
ρ (P) = 1 mg / ml

- في دورق حجمي volumetric flask سعة 1 لتر , أذب بالماء المقطر 4.394 غم من فوسفات البوتاسيوم ثنائية الهيدروجين KH_2PO_4 المجففة في فرن عند درجة حرارة 103 م° لمدة ساعة واحدة .
- خفف إلى العلامة بالماء المقطر .

الأجهزة :

1. جفن خزفية للرماد مصنوعة من السليكيا أو البورسلين Ashing crucibles .
2. محرقة كهربائية Muffle Furnace (550 ± 20 C°) .
3. دوارق هضم كلداهل سعة 250 مل.
4. دوارق حجمية سعة 500 مل و 1000 مل .
5. جهاز التحليل الطيفي الضوئي أو اللوني عند الطول ألموجي 430 nm (Spectrophotometer) .
6. أنابيب اختبار زجاجية سعة 25-30 مل مع سدادات Glass test tubes with stoppers .
7. حمام رملي Sand bath .
8. بيكرات سعة 250 مل .
9. ماصات مدرجة Graduated pipettes .

النمذجة Sampling :

من الضروري استلام المختبر للعينة التي تكون ممثلة بصورة دقيقة لمجموع المادة العلفية أو المادة المراد تحليلها ويجب ان لا تكون متضررة أو تعرضت لتغيرات إثناء عملية النقل أو الخزن .

تحضير عينة الاختبار Preparation of test sample :

إذا كانت العينة صلبة , تطحن (عادة يؤخذ 500 غ من المادة المراد تحليلها) , ثم تمرر بالكامل من خلال منخل حجم فتحاته (1 mm) وتمزج جيداً .

طريقة العمل Procedure :

اختيار طريقة الهضم :

- إذا كانت العينة تحتوي على مواد عضوية نستخدم طريقة الترميد الجاف .
- إما إذا كانت العينة مادة سائلة , أو تحتوي على مركبات معدنية نستخدم طريقة الهضم الرطب .

1- الترميد الجاف Dry ashing :

- زن حوالي 2.5 غم من العينة المعدة للاختبار , يوضع في جفنة خزفية سعة 1 غم .
- امزج جزء العينة بلطف مع 1 غم من كاربونات الكالسيوم $NaHCO_3$.
- يوضع في المحرقة الكهربائية .
- اضبط درجة الحرارة عند 550 م° حتى نحصل على رماد ابيض أو رمادي اللون (كمية صغيرة من الكاربون لا تتداخل مع القياس المطلوب) .
- انقل الرماد إلى بيكر سعة 250 مل مع 20-50 مل من الماء المقطر .
- أضف حامض الهيدروكلوريك HCL إلى إن يتوقف الفوران .
- أضف 10 مل إضافية من حامض الهيدروكلوريك HCL .
- ضع البيكر في حمام رملي (Sand bath) . ثم بخر إلى حد الجفاف (dryness) لجعل السليكيا غير ذائبة (insoluble) , اتركه ليبرد .
- أضف 10 مل من حامض النتريك ($HNO_3 \approx 1$ mol/L) لغرض الاختزال وسخن الحمام الرملي لمدة 5 دقائق بدون (التبخير لأجل الجفاف) .
- انقل السائل إلى دورق حجمي سعة 500 مل بغسل البيكر عدة مرات باستخدام ماء مقطر حار , اتركه ليبرد , ثم خفف إلى العلامة بالماء المقطر , امزج , ثم رشح (محلول العينة) .

2- الهضم الرطب Wet destruction :

- وزن 1 غ من العينة المعدة للاختبار .
- ضع العينة في دورق هضم كلدال , أضف 20 مل من حامض الكبريتيك (18 mol/L) .
- رج إلى إن تتشبع المادة الموزونة بالكامل مع الحامض , ولمنعها من الالتصاق على جدران الدورق , سخن مع إبقائها عند درجة الغليان لمدة 1 دقيقة .
- اتركه ليبرد قليلاً . أضف 2 مل من حامض النتريك , سخن بلطف ثم اتركه ليبرد قليلاً , أضف بضع قطرات من حامض النتريك ثم أعده إلى نقطة درجة الغليان .

- كرر هذه العملية إلى إن يظهر محلول عديم اللون colorless , برد , أضف قليل من الماء المقطر ثم انقل السائل إلى دورق حجمي سعة 500 مل بغسل دورق كلدال بالماء المقطر الحار .
- اتركه ليبرد , خفف إلى العلامة بالماء المقطر , امزج , ثم رشح (محلول العينة) .

تطور اللون وقياس الامتصاصية Development of the color and measurement of Absorbance :

- خفف السائل المترشح الناتج (محلول العينة) سواء من طريقة الترميد الجاف أو طريقة الهضم الرطب) بالماء المقطر للحصول على محتوى الفسفور لا يتعدى 40 µg / ml .
- انقل بواسطة الماصة , 10 مل من محلول العينة المخفف إلى أنبوبة اختبار .
- أضف (إي باستخدام ماصة أخرى) , 10 مل من كاشف مولبيدوفاندات Molybdovanadate reagent .
- امزج واتركه ليستقر لمدة (على الأقل) 10 دقائق عند درجة حرارة 20 م° .
- انقل جزء من المحلول الذي حصلنا عليه للخلية لأجل قياس الامتصاصية في جهاز السبيكتروفوتوميتر Spectrophotometer عند طول موجي 430 nm ضد المحلول المرجع Reference solution .

تحضير منحنى المعايرة Preparation of the calibration curve :

- باستخدام محلول الفسفور القياسي , حضر محلول يحتوي على 5 , 10 , 20 , 30 , 40 µg / ml .
- انقل بواسطة ماصة 10 مل من كل هذه المحاليل إلى سلسلة من خمسة أنابيب اختبار , أضف , لكل واحدة منها بواسطة ماصة أخرى 10 مل من كاشف مولبيدوفاندات Molybdovanadate reagent .
- امزج واتركه ليستقر لمدة (على الأقل) 10 دقائق عند درجة حرارة 20 م° .
- قس الامتصاصية لكل محلول (كما في فقرة تطور اللون وقياس الامتصاصية) .
- ارسم منحني المعايرة وذلك برسم خط بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي وتراكيز الفسفور في المحاليل القياسية على التوالي بوحدات µg / ml (المنحني يجب إن يكون خطي linear بين 0-40 µg / ml من P) .
- قياس الشاهد Blank : نستخدم أنبوبة اختبار تعامل كما في المحاليل السابقة الذكر ماعدا العينة المراد تحليلها ونقيسها كما في المحاليل القياسية .

يوضع في الجهاز بعد تصفيره من خلال البلانك , ثم تقاس بقية التراكيز وتحتسب كجزء بعد الفارزة , وتعمل عدة مرات ما يقارب 6 مرات وفي كل مرة ترسم على الخطوط البيانية , (بالنسبة إلى stock solution يوضع في الثلاجة وكذلك working solution لأجل المحافظة عليه من التلف) .
عندما نفتح الجهاز : يؤشر التنافذ على درجة الصفر , ويوضع البلانك Blank ويؤشر الامتصاص على درجة صفر وتوضع العينات بالتناوب مع البلانك لغرض دقة القياس .

الحساب Expression of results :

لحساب محتوى الفسفور في العينة Wp , g / kg باستخدام المعادلة التالية :

$$Wp = \frac{50 x f1 x f2 x Wpc x V}{m}$$

حيث إن :

- $f1$ = عامل التخفيف المتبادل لمحلول العينة المرشح (الذي خفف بالماء المقطر في فقرة تطور اللون وقياس الامتصاصية) .
- $f2$ = عامل تصحيح الوحدات g/mg ($f2 = 10^{-3}$ g/mg) .
- Wpc = كمية الفسفور مقاسه µg/ml , لجزء السائل المخفف الذي أخذت قراءته من منحني المعايرة القياسي (من خلال التسقيط) .
- V = حجم (مل) لكل من محاليل المعايرة (V= 10 ml) .
- m = وزن العينة (غم) المأخوذة سواء في الترميد الجاف أو الهضم الرطب .

ملاحظة :
للحصول على دقة أكثر يجب إن نحلل العينة نفسها وبنفس طريقة العمل وعلى نفس الجهاز وباستخدام نفس المحاليل ولو بفارق زمني بسيط (إي عمل مكررات للعينة) حيث وجد انه تفرق بنسبة ليس أكثر من 5% في حالات التكرار لكل 1 g/kg من النموذج .

خامساً : تقدير محتوى النتروجين وحساب محتوى البروتين الخام بطريقة كلدال :

Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content – kjeldahl method

إن للبروتين أهمية في تركيب جسم الحيوان إذ انه يدخل في تركيب الأنسجة وفي تكوين بعض الإفرازات والهرمونات في الجسم ولذلك تعتبر البروتينات من ابرز المركبات الغذائية من حيث أهميتها لحيوانات المزرعة لأنها مادة ضرورية للحياة . إن الغرض من تقدير النتروجين في المادة العلفية هو لحساب نسبة البروتين فيها وهي طريقة غير مباشرة وتشمل حساب جميع المركبات النتروجينية protein nitrogen الموجودة في العينة سواء كانت مركبات بروتينية أم مركبات نترو جينية لابروتينية non-protein nitrogen ويطلق على هذا البروتين بالبروتين الخام ويقدر النتروجين الموجود في العينة بطريقة الكلدال (kjeldahl) .

المبدأ Principle:

يتم استخدام حامض الكبريتيك النقي والمركز (H_2SO_4) مع التسخين لغرض هضم النموذج بطريقة كلدال وذلك بتحويل النتروجين العضوي الى صيغة الامونيا المتحررة (NH_4^+ - N) التي سوف تقطر ثم تسحح , يحسب محتوى النتروجين وتضرب النتيجة بعامل متعارف عليه للوصول على نسبة البروتين الخام crude protein content .

المحاليل Reagents and Materials :

يجب إن تكون المحاليل (ماعدا المحاليل القياسية) خالية من المركبات النتروجينية .

1- مادة كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) Potassium Sulfate .
2- عامل مساعد إما – أ – أو – ب - :
أ- نحاس (II) المؤكسد (CuO) .
ب- نحاس (II) كبريتات خماسي الهيدروجين ($CuSO_4.5H_2O$) Copper (II) Sulfate Pentahydrate
3- حامض الكبريتيك ρ_{20} (H_2SO_4) = 1.84 g/ml , c(H_2SO_4) = 18mol/L .
4- شمع البارافين Paraffin Wax .
5- سكروز Saccharose .
6- محاليل قياسية إما –أ- أو –ب- :
أ- استيل انلايد Acetanilide ذو درجة غليان 114 م˚ , محتوى النتروجين (N) = 103.6 g/kg .
ب- تربتوفان Tryptophan ذو درجة غليان 282 م˚ , محتوى النتروجين فيه (N) = 137.2 g/kg . يجفف قبل الاستخدام .
7- محلول هيدروكسيد الصوديوم
8- محلول الاستلام إما- أ- أو- ب - :
أ- حامض الكبريتيك , محلول قياسي عياريته c(H_2SO_4) = 0.05 mol/L أو c(H_2SO_4) = 0.125mol/L
ب- حامض البوريك $\rho(H_3BO_3)$ = 40 g/L .
9- محاليل لأجل التسحيح إما- أ- أو- ب - :
أ- هيدروكسيد الصوديوم , محلول قياسي c(NaOH) = 0.1 mol/L أو c(NaOH) = 0.25 mol/L .
ب- حامض الكبريتيك , محلول قياسي c(H_2SO_4) = 0.125 mol/L أو c(H_2SO_4) = 0.05 mol/L .
10 - مزيج الدلائل عند درجة PH (4.4-5.8) :
أذب 2 غم من المثيل الأحمر Methyl red و 1 غ من المثلين الأزرق Methylene blue في 1000 مل من الكحول الايثيلي (ايثانول) C2H5OH = 95% .
11- ورقة عباد الشمس PH indicator paper (Litmus Paper) .
12- عوامل غليان مساعدة , مثل حجر الخفان , أو كرّيات زجاجية بسمك (5 – 7 mm) , أو رقائق الكاربورنديوم carborundum chips المغسولة بحامض الهيدروكلوريك والماء المقطر وترمد ثم تستعمل .

الأجهزة Apparatus :

1- ميزان حساس Analytical balance .
2- وحدة هضم Digestion , وحدة تقطير Distillation , وحدة تسحيح Titration .

النمذجة Sampling :

من الضروري استلام المختبر للعينة التي تكون ممثلة بصورة دقيقة لمجموع المادة العلفية أو المادة المراد تحليلها ويجب إن لا تكون متضررة أو تعرضت لتغيرات إثناء عملية النقل أو الخزن .
ويجب إن تكون عملية الخزن بصورة مناسبة بحيث لا تتغير فيها مركبات العينة عند إعادة تقديرها مرة أخرى .

تحضير العينة للتحليل Preparation of test Sample :

إذا كانت العينة صلبة , تطحن (عادة يؤخذ 500 غ من المادة المراد تحليلها) , ثم تمرر بالكامل من خلال منخل حجم فتحاته (1 mm) وتمزج جيداً .

طريقة العمل Procedure :

تحذير : يجب إن يتم الهضم في داخل هود (hood) مقاوم لحامض الكبريتيك .

1- **الوزن :** وزن ما يقارب 1 غ من العينة , نختار كمية النموذج طبقاً لما هو متوقع من كمية النتروجين التي تحتويه وبذلك جزء العينة المعدة للتحليل يجب إن تحتوي ما بين (0.2-0.005 g) من النتروجين ويفضل أكثر من 0.02g .
كتلة جزء العينة المعدة للتحليل التي تكون متجانسة ومجففة هوائياً يجب إن تكون بين (2.0-0.5 g) , إما جزء العينة المعدة للتحليل التي تكون رطبة وغير متجانسة يجب إن تكون مابين (5.0-2.5 g) .

2- التقدير Determination :

أ- هضم المادة العضوية Digestion of organic matter :

انقل العينة الموزونة إلى دورق كلدال ذو حجم مناسب (عادة 800 مل) .
1- أضف 15 غم من كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) .
2- أضف كمية من العوامل المساعدة محضرة كما يلي :
0.3 غم من النحاس Copper (II)Oxide , أو (1.2-0.9) غم من Copper (II)Sulfate Pentahydrate .
3- أضف 25 مل من حامض الكبريتيك لأول غرام من المادة الجافة للنموذج و (12-6) مل لكل إضافة من الغرام للمادة الجافة . امزج ببطء , للتأكد من ترطيب النموذج بشكل تام .
4- اسند الدورق على الهيتر بشكل مناسب .
5- سخن الدورق باعتدال في البداية لتجنب صعود الرغوة إلى حد عنق الدورق أو خروج المادة من الدورق .
ملاحظة : ينصح بإضافة مادة مضادة للرغوة anti-foaming agent مثل شمع البارافين Paraffin Wax .
6- سخن باعتدال , مع التحريك الدائري بين فترة وأخرى إلى إن تهضم المادة وتختفي الرغوة , ثم سخن أكثر بصورة مركزة إلى إن يبدأ السائل بالغليان بصورة منتظمة .
ملاحظة : التسخين يفي بالغرض إذا كان الحامض المغلي يتركز باتجاه منتصف عنق دورق كلدال .
7- تجنب الزيادة في التسخين لمنع تلاصق السائل مع جدران الدورق .
ملاحظة : في حالة استخدام اللهب (في التسخين) يمكن منع الزيادة في التسخين بوضع عازل (مادة مقاومة) للحرارة (مثل مشبك معدني بسمك قليل اقل من مستوى السائل في الدورق) .
8- بعد إن يصبح السائل رائقاً بلون ازرق – مخضر , سخن لمدة ساعتين .
9- تتركه ليبرد . في حالة بدأت المادة المهضومة بالتصلب , أضف القليل من الماء وامزج مع التحريك الدائري .

ب- عملية تقطير الامونيا Distillation of ammonia :

1- بحذر أضف (350-250) مل من الماء المقطر لإذابة الكبريتات بصورة تامة , وإذا اقتضت الضرورة ذوب بتسخين الدورق في ماء دافئ , امزج بالتحريك الدائري واتركه ليبرد .
2- أضف بعض أحجار الغليان . لبعض أنواع معينة من العينات , الكبريتات لا تذوب بصورة تامة في الماء المقطر المضاف , في هذه الحالة من الممكن إعادة الهضم مع إضافة كمية من كبريتات البوتاسيوم .

3- باستخدام الماصة , انقل إلى دورق التجميع لجهاز التقطير 25 مل من حامض الكبريتيك (محلول قياسي) $c(H_2SO_4) = 0.125$ mol/L أو $c(H_2SO_4) = 0.05$ mol/L نختار التركيز الذي نستخدمه طبقاً لكمية النتروجين المتوقعة في العينة .
4- أضف (100-150) مل ماء مقطر. ثم أضف قطرات قليلة من مزيج الدلائل الذي حضر مسبقاً . ثم أكمل طبقاً لما سيأتي ذكره في -6- .
5- انقل ببطء إلى دورق التجميع (100-250) مل من حامض البوريك مع إضافة قطرات قليلة من مزيج الدلائل mixed indicator , ثم تسحح متزامن للامونيا (كما في الفقرة ج -3- التي سيأتي ذكرها لاحقاً) .
6- اغمر نهاية المكثف في السائل الموجود في دورق التجميع لعمق على الأقل 1 سم . ببطء اسكب 100 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH على جدران دورق الهضم . ثم مباشرة اربط الدورق بجهاز التقطير , سخن الدورق بحيث نجمع 150 مل من المادة المقطرة في 30 دقيقة , عند انتهاء الوقت تأكد من PH المادة المقطرة عند طرف (حافة) المكثف باستخدام ورقة عباد الشمس Litmus paper , إذا كان التفاعل قاعدي استمر بالتقطير .

ملاحظة مهمة : ارفع المكثف من السائل قبل نهاية التقطير لمنع رجوع السائل backflow .
في حالة استخدم حامض الكبريتيك خلال التقطير كسائل للتجميع Collecting Liquid , محتويات دورق التجميع تصبح قاعدية alkaline ولذلك يوصى القائم بالعمل على إجراء تعديل مناسب .

ج- التسحيح Titration :

1. التسحيح باستخدام جهاز PH – meter بواسطة إظهار نقطة نهاية التفاعل بصورة أوتوماتيكية . أو يمكن إظهار نقطة نهاية التفاعل بالتغير الحاصل لمزيج الدلائل المضاف .
2. إذا استخدم حامض الكبريتيك كسائل للتجميع , سحح , في دورق التجميع , الزيادة من حامض الكبريتيك مع محلول هيدروكسيد الصوديوم $c(NaOH) = 0.1$ mol/L أو $c(Noah) = 0.25$ mol/L المحضر , إلى إن تظهر نقطة نهاية التفاعل بواسطة جهاز PH – meter أو إلى إن يحصل تغيير في اللون من البنفسجي violet إلى الأخضر green .
3. إذا استخدم حامض البوريك كسائل للتجميع , سحح الامونيا مع حامض الكبريتيك $c(H_2SO_4) = 0.05$ mol/L أو $c(H_2SO_4) = 0.125$mol/L المحضر , إلى إن تظهر نقطة نهاية التفاعل بواسطة جهاز PH – meter أو إلى إن يحصل تغيير في اللون من الأخضر green إلى البنفسجي violet .
4. التسحيح المتزامن غير ممكن (كما في الفقرة ب -5-) حيث يجب إن نقوم بالتسحيح مباشرة بعد انتهاء التقطير , مع التأكد بان درجة حرارة السائل المقطر لا تتجاوز 25 م° , وبذلك تحت هذه الظروف نتجنب فقدان الامونيا .

د- اختبار البلانك أو الشاهد (Blank) :
حضر البلانك باستخدام حوالي 1 غم من السكروز Saccharose بدلاً من النموذج .

ز- اختبار التحقق Check test :
حضر اختبار التحقق من خلال تقدير محتوى النتروجين في مادة استيل انلايد Acetanilide أو مادة تربتوفان Tryptophan بعد إضافة 1 غم من السكروز Saccharose . إن اختيار أي من المادتين أعلاه للاختبار التحقق يجب إن يرتبط مع قابلية هضم العينات (النماذج) التي تحلل . إن مادة استيل انلايد Acetanilide أسهل هضماً , بينما تحليل مادة تربتوفان Tryptophan أكثر صعوبة .
إن استخلاص النتروجين من مادة استيل انلايد Acetanilide أو مادة تربتوفان Tryptophan يجب إن يكون على الأقل 99.5% لمادة استيل انلايد Acetanilide ويكون على الأقل 99.0% لمادة تربتوفان Tryptophan .

<u>الحسابات والتعبير عن النتائج Calculation and Expression of Results :</u>

1- حساب محتوى النتروجين :
أ- عند استخدام حامض الكبريتيك كسائل للتجميع , إن حجوم حامض الكبريتيك المستخدم في جمع الامونيا المعدة لأجل التقدير , ومن اجل اختبار البلانك (Blank) تكون متساوية , نحسب محتوى النتروجين Wn1 بالغرامات مقسومة على الكيلو غرامات gm/kg للعينة من خلال المعادلة التالية :

$$Wn1 = \frac{(V0 - V1) \times C1 \times M}{m}$$

حيث إن :

$V0$ = حجم (مل) لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المطلوب للبلانك (Blank) .
$V1$ = حجم (مل) لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المطلوب للعينة المعدة للتقدير .
$C1$ = التركيز (مول/لتر) لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المستخدم بالتسحيح .
M = الوزن المولاري للنتروجين (M = 14 g/mol) .
m = وزن العينة المعدة للتقدير (غم) .

ب- عند استخدام حامض البوريك كسائل للتجميع , لحساب محتوى النتروجين في العينة باستخدام المعادلة :

$$Wn2 = \frac{2(V3-V2)\times C2\times M}{m}$$

حيث إن :

Wn2 = محتوى النتروجين (gm/kg) للعينة .
$V2$ = حجم (مل) لحامض الكبريتيك المطلوب للبلانك .
$V3$ = حجم (مل) لحامض الكبريتيك المطلوب للعينة المعدة للتقدير .
$C2$ = التركيز (مول/لتر) لحامض الكبريتيك المستخدم بالتسحيح .
M =الوزن المولاري للنتروجين (M = 14 g/mol) .
m = وزن العينة المعدة للتقدير (غم) .

2- حساب محتوى البروتين الخام crude protein content (gm/kg) , لحساب محتوى البروتين الخام في العينة :

Wn = 6.25 Wp g/kg

أو :

Wp = 0.625 Wn %

حيث إن :
Wp = هو محتوى البروتين الخام crude protein content (gm/kg) أو بالنسبة المئوية % .
Wn = هو محتوى النتروجين (gm/kg) للعينة المعدة للتقدير .

إن المعامل 6.25 قد من كون البروتين الخام يحتوي على 16% نتروجين وعند تقسيم 100 على 16 تحصل على المعامل 6.25 .

<u>ملاحظة :</u>

بما أن المواد العلفية المختلفة تحتوي على نسب مختلفة من البروتين وبما أن نسبة هضم البروتين يختلف في المواد العلفية المختلفة لذلك تحتسب نسبة البروتين المهضوم في المادة العلفية بمجرد حاصل ضرب نسبة البروتين الخام في المادة العلفية بمعامل هضم البروتين . فمثلاً إذا كانت الذرة الصفراء تحتوي على نسبة 8.9 % بروتين خام وكان معامل هضم البروتين 77% لذلك فان البروتين المهضوم Digestible Protein في حبوب الذرة المذكورة يكون :

(0.77 × 0.089) = 0.0685 كغم / 1 كيلوغرام من الذرة
100 × 0.069 = 6.9 %

فيما يأتي بعضاً من معاملات تحويل النسبة المئوية للنتروجين إلى النسبة المئوية للبروتين :

معامل البروتين العام	= 6.25
معامل البروتين للحبوب	= 5.70
معامل البروتين للحليب	= 6.38
معامل البروتين للبيض	= 6.68
معامل البروتين للجيلاتين	= 5.55

سادساً : قياس اليوريا :

المحاليل :

1- يذاب 16 غم من 4 – داي مثيل امينو بنزلديهايد في لتر من الماء المقطر في دورق حجمي سعة لتر واحد ويضاف إليه 100 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز ويترك لمدة شهر كامل وبعدها يستعمل .
2- تحضير خلات الزنك : يذاب 22 غم من خلات الزنك المائية $Zn(OAC).2H_2O$ ويضاف إليه 3 مل من حامض الخليك المركز ثم يخفف المحلول إلى 100 مل في دورق حجم 100 مل بواسطة الماء المقطر (الخلات المائية تذاب بواسطة الماء أو الماء والتكسير حتى نوصل إلى سائل رائق بعدها يكمل إلى 100 مل ماء مقطر) .
3- فيروسيانيد البوتاسيوم Potassium Ferroyanide : يذاب 10.6 غم من فيروسيانيد البوتاسيوم في 100 مل بواسطة ماء مقطر في دورق حجمي 100 مل .
4- محلول البفر :
يذاب 3.403 غم من KH_2PO_4
يذاب 4.355 غم من K_2HPO_4 في 100 مل ماء مقطر .
ويخلط المحلولين في دورق سعة 1 لتر ويخفف بالماء المقطر لحد العلامة .
5- محلول اليوريا القياسي .
6- يوزن 1 غم من الفحم النباتي الأسود Vegetable Charcoal ويضاف لكل عينة .

طريقة العمل :

1- نزن 1 غم من عينة وتوضع في دورق مخروطي 500 مل .
2- يضاف 1 غم فحم نباتي .
3- يخلط في دورق ويضاف إليه 250 مل ماء مقطر .
4- يضاف اله 5 مل خلات الخارصين (OAC_2 , Zinc Acetate
5- يضاف إليه 5 مل فيروسيانيد البوتاسيوم $K_2Fe(CN)_5$
6- يرج لمدة نصف ساعة (بواسطة الرجاج الكهربائي) .
7- يخفف المحلول إلى 55 مل بالماء المقطر (بإضافة 250 مل ماء مقطر).
8- تترك العينة لكي تركد لمدة قصيرة .
9- بعدها يرشح في ورق ترشيح نوع whatman 40 and whatman 1 .
10- يوضع الراشح في دورق 500 مل إلى العلامة .
11- بعدها ينقل للفحص في جهاز سبيكتروفوتوميتر spectrophotometer .

تهيئة العينات الجهاز :

1- نأخذ 5 مل من البلانك نضعها في أنبوبة 20 مل , نأخذ 5 مل من العينة ونضعها في أنبوبة 20 مل ويضاف إليها دايو مثيل أمين بنزلديهايد (5 مل) DMAB .
2- نضع التيوب في حمام مائي بدرجة 25-30 م° وترج لمدة 10 دقائق .

عمل الجهاز :

نضغط على On Tungsten من خلال مفتاح On / Off Date. Run وبعدها يقاس الطول ألموجي لليوريا 420 nm من خلال U-Wave – Length للقياس على ABS يصفر الجهاز بواسطة set Ref نضع في الخلايا ويمسح , ثم نضع البلانك

ملاحظات :

دائماً تظهر قراءة البلانك 0.90 – 0.80 وليس أكثر من 1 .

النسبة المئوية لليوريا :

$$\text{Urea \%} = \frac{1 \times 100 \times ABC}{0.45 \times 10} \text{ x } 100$$

يحضر البلانك :

ABC = Factor = 1.00 = ABC = Buffer

بواسطة البفر ويكون عمره اقل من شهر وتظهر من خلال القراءة في الجهاز .

فحص نقاوة الماء المقطر :

يجب التأكد قبل المباشرة بأي تحليل من جودة الماء المقطر النازل من جهاز التقطير :

توضع كمية في بيكر ثم يضاف إليه ملعقة شاي من كلوريد الباريوم $BaCl_2$ فإذا تعكر لون الماء يعني التقطير غير جيد وإذا لم يتعكر أي إن التقطير جيد .

المصادر

المصادر العربية :

- **إحياء التربة المجهرية (العملي)** تأليف د. راضي كاظم الراشدي و منذر ماجد تاج الدين / وزارة التعليم العالي والبحث العلمي / جامعة البصرة
- **الغذاء والتغذية** تاليف د. احمد الحاج طه صالح / أستاذ – قسم الثروة الحيوانية / كلية الزراعة والغابات / جامعة الموصل و د. شاكر محمد علي فرحان / أستاذ – قسم الثروة الحيوانية / كلية الزراعة / جامعة بغداد / وزارة التعليم العالي والبحث العلمي لسنة 1980 م .
- **تحليل التربة والنبات / دليل مختبري** / المركز الدولي للبحوث الزراعية في المناطق الجافة (ICARDA) / إعداد جون راين وجورج اسطفان .

المصادر الاجنبية

- American Public Health Association and American Water work Association (1946,p.1).
- Association of Official Analytical Chemists (AOAC).1990. Official methods of analysis. 15th edition. AOAC, Arlington, Virginia, USA.
- International Standard ISO 5983-1 : 2005(E) Animal Feeding Stuffs
- International Standard ISO 6491 : 1998(E) Reference number, Animal Feeding Stuffs
- IRAQ FIELD GUIDE by Ministry of Agriculture , State Board for Agricultural Research , Baghdad, Iraq .Ministry of Higher Education , College of Agriculture, University of Baghdad, Iraq . Version 1.0 November , 2007