

Uniwersytet Wrocławski
Instytut Geografii i Rozwoju Regionalnego
Zakład Geografii Fizycznej

Bartosz Korabiewski

Analityka laboratoryjna gruntów i wód

Metodyka badań wykonywanych w Laboratorium Gruntoznawczym
przy Zakładzie Geografii Fizycznej

2005

wersja 2

Spis treści:

SKŁAD GRANULOMETRYCZNY	2
1. PODSTAWOWE POJĘCIA	2
1.1. SKŁAD GRANULOMETRYCZNY – KLASYFIKACJA WG PTGLEB 1976	2
1.2. SKŁAD GRANULOMETRYCZNY – KLASYFIKACJA WG PN 1998	4
2. METODY OZNACZANIA SKŁADU GRANULOMETRYCZNEGO	8
2.1. ORGANOLEPTYCZNE OKREŚLANIE GRUP GRANULOMETRYCZNYCH UTWORÓW GLEBOWYCH.....	8
2.2. OZNACZANIE SKŁADU GRANULOMETRYCZNEGO GLEBY METODĄ AREOMETRYCZNĄ BOUYOUCOSA W MODYFIKACJI CASAGRANDE`A I PRÓSZYŃSKIEGO	11
2.3. OZNACZANIE SKŁADU GRANULOMETRYCZNEGO METODĄ DYFRAKTOMETRII LASEROWEJ	15
PRÓCHNICA	17
3. METODY OZNACZANIA WĘGLA ORGANICZNEGO	17
3.1. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI PRÓCHNICY W GLEBIE METODĄ TIURINA	17
3.2. OZNACZENIE POPIELNOŚCI / STRATY PRAŻENIA GLEB I MATERIAŁÓW ORGANICZNYCH.....	20
WĘGLAN WAPNIA	21
4. WAPŃ W GLEBIE	21
4.1. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CaCO_3 W GLEBIE METODĄ SCHEIBLERA	22
4.2. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CaCO_3 W GLEBIE METODĄ CALCITBOMBY	24
ODCZYN GRUNTÓW	26
5. WARUNKI KSZTAŁTOWANIA ODCZYNU GLEB	26
5.1. OZNACZANIE pH GLEBY METODĄ POTENCJOMETRYCZNĄ	27
5.1. OZNACZANIE pH GLEBY METODĄ KOLORYMETRYCZNĄ.....	27
PIEWRIASTKI ŚLADOWE W GRUNTACH	28
6.1. METODA AAS	28

SKŁAD GRANULOMETRYCZNY

1. Podstawowe pojęcia

Fracja granulometryczna - zbiór cząstek glebowych o określonych wymiarach grupowanych w zbiory na podstawie średnicy.

Procentowa zawartość poszczególnych frakcji granulometrycznych jest składem granulometrycznym gleby w części mineralnej.

Grunty są zazwyczaj utworami wielofrakcyjnymi, dlatego dzieli się je na grupy (grupy granulometryczne, typu lub rodzaje) ze względu na procentowy udział frakcji podstawowych i pozostałych. Nazwy grup granulometrycznych są zbieżne z nazwami frakcji dominujących czy podstawowych.

Wielkość frakcji wyrażana jest w:

- **mm**,
- **μm** (wartość w mm $\times$ 0,001)
- **ϕ (*phi*)** $\phi = -\log_2 d$, gdzie d-średnica ziarna w mm

Grupa granulometryczna (typ gruntu) – nazwa utworu, która jest pochodną zawartość poszczególnych frakcji z uwzględnieniem frakcji podstawowej. W gleboznawstwie takim pierwszorzędym kryterium jest frakcja dominująca (jej udział wynosi $> 50\%$ z wyjątkiem pyłów, o których mówi się, że są dominujące, jeśli frakcji pylastej jest $> 40\%$), następnie ilość części spławialnych oraz zawartość frakcji pylastej.

1.1. Skład granulometryczny – klasyfikacja wg PTGleb 1976

Podział osadów klastycznych na podstawie uziarnienia wg PTGleb (1976).

CZĘŚCI SZKIELETOWE					CZĘŚCI ZIEMISTE							
											CZ. SPŁAWIALNE	
KAMIEŃ			ŻWIR		PIASEK			PYŁ		IŁ		
grube	średnie	drobne	gruby	drobny	gruby	średni	drobny	gruby	drobny	pyłowy gruby	pyłowy drobny	koloidalny
[mm]	200	100	20	10	1,0	0,5	0,25	0,1	0,05	0,02	0,006	0,002

phi

- 5

0

1

2

3

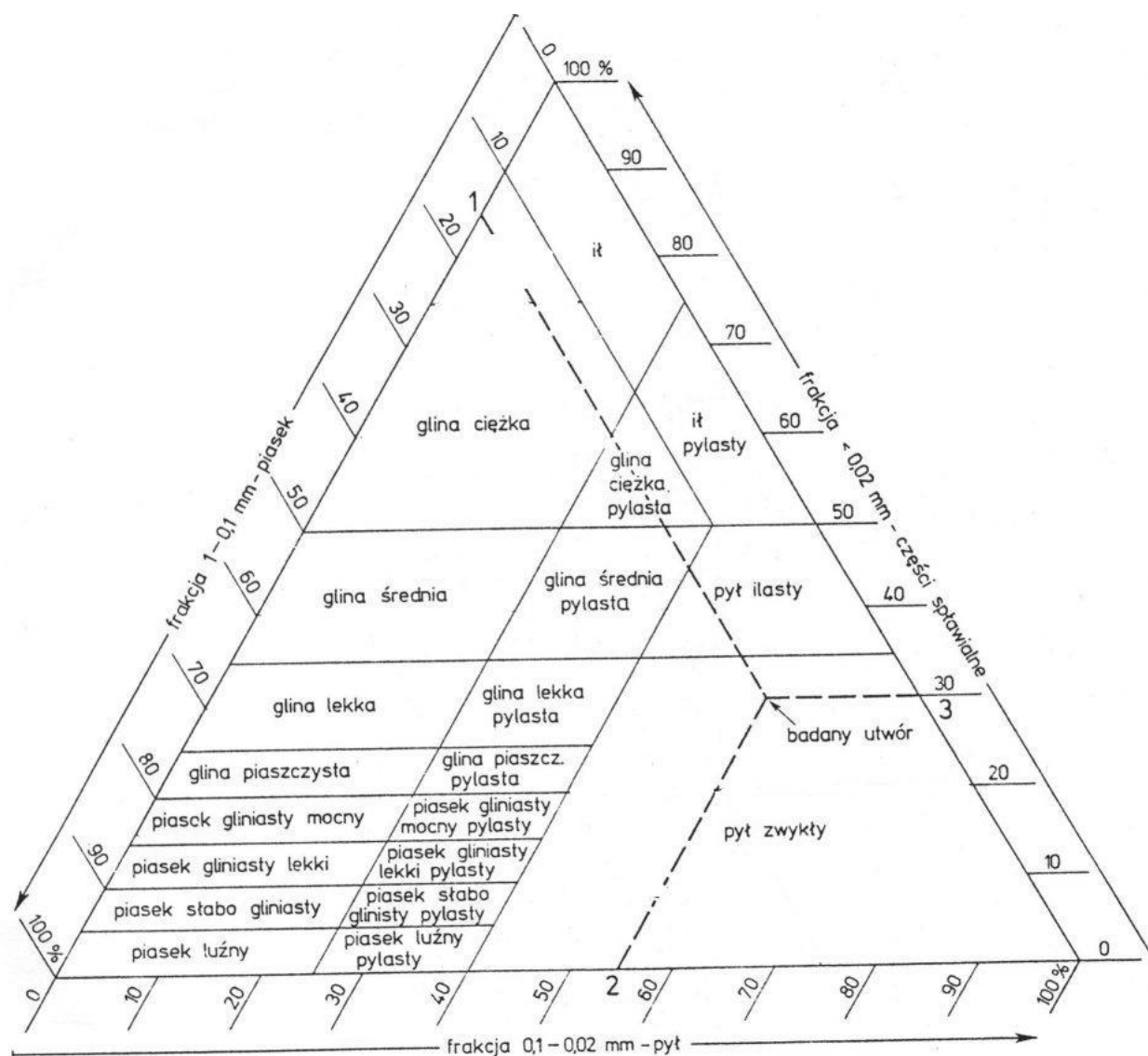
4

5

Podział na grupy granulometryczne wg PTGleB (tabela uproszczona).

GRUPA GRANULOMETRYCZNA	% udział poszczególnych frakcji				
	kamienie >20mm	żwir 20-1	piasek 1-0.1	pył 0.1-0.02	cz. spław. <0.02
1. UTWORY KAMIENISTE					
2. UTWORY ŻWIROWE [żwiry]	>50%	>50%			
żwir piaszczysty		"	przewaga		<10
żwir gliniasty					>10
3. UTWORY PIASZCZyste [piaski]			>50%		<20%
piasek luźny			"		0 - 5
piasek słabogliniasty			"		6 - 10
piasek gliniasty lekki			"		11 - 15
piasek gliniasty mocny			"		16 - 20
4. UTWORY PYŁOWE [pyły]				>40%	<50%
pył zwykły				"	<35
pył ilasty				"	36 - 50
5. UTWORY ILASTE [iły]	brak	brak	<10%		>50%
ił	-	-	<10%	"	>50%
6. UTWORY GLINIASTE [gliny]					>20%
gлина lekka silnie spiaszczona					20 - 25
gлина lekka słabo spiaszczona					26 - 35
gлина średnia					36 - 50
gлина ciężka					>50

Żwiry, piaski, gliny, iły zawierające 25-40% frakcji pyłu dodatkowo określane są jako „pylaste”.



1.2. Skład granulometryczny – klasyfikacja wg PN 1998

Podział osadów klastycznych na podstawie uziarnienia wg PN (1998).

CZĘŚCI SZKIELETOWE						CZĘŚCI ZIEMISTE								
KAMIEŃ			ŻWIR			PIASEK					PYŁ		IŁ	
duże	średnie	małe	gruby	średni	drobny	bardzo gruby	gruby	średni	drobny	bardzo drobny	gruby	drobny	gruby	drobny
500	250	75	20	5.0	2.0	1.0	0.5	0.25	0.1	0.05	0.02		0.002	0.0002

Podział mineralnych utworów glebowych na grupy i podgrupy granulometryczne wg PN-R-04033 (1998).

Utwory glebowe dzieli się w zależności od procentowej zawartości części szkieletowych na:

- utwory zwykłe – do 5%
- utwory szkieletowate – 5 – 60%
- utwory szkieletowe – powyżej 60%

Podział utworów zwykłych: **p** – piasek luźny; **ps** – piasek słabogliniasty; **pg** – piasek gliniasty; **gp** – glina piaszczysta; **gl** – glina lekka; **g** – glina; **gcp** – glina ciężka piaszczysta; **gc** – glina ciężka; **gpl** – glina pylasta; **plp** – pył piaszczysty; **pl** – pył; **pli** – pył ilasty; **ip** – ił piaszczysty; **ipl** – ił pylasty; **i** – ił; **ic** – ił ciężki

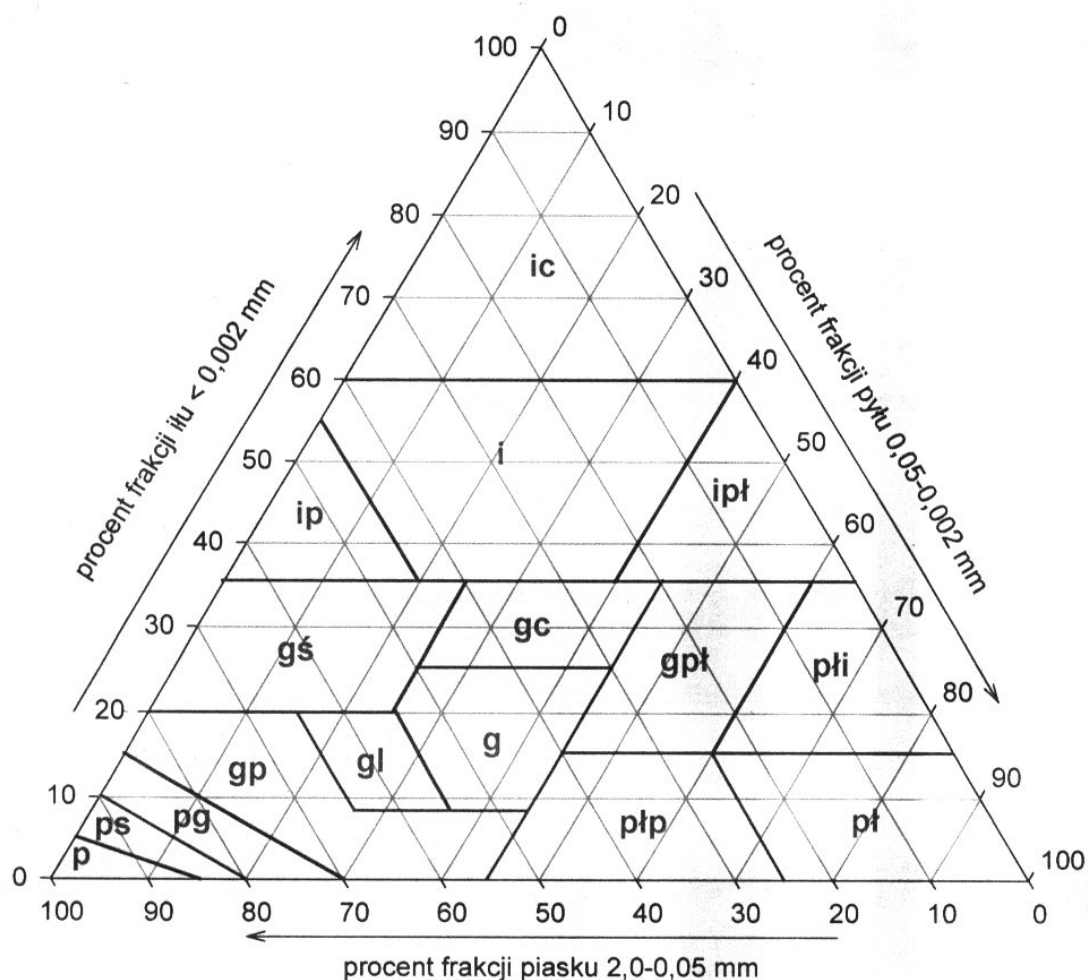


Diagram podziału mineralnych utworów zwykłych na grupy i podgrupy granulometryczne

Utwory zwykle zawierają:

Do 5% części szkieletowych

Oznaczenie dominującej frakcji piasku

- a) gruboziarniste** - 25% i więcej piasku bardzo grubego i grubego oraz < 50% piasku o innej granulacji,
- b) średnioziarniste** - 25% i więcej piasku bardzo grubego, grubego i średniego oraz <50% piasku drobnego i bardzo drobnego,
- c) drobnoziarniste** - 50% i więcej piasku drobnego lub mniej niż 25% piasku bardzo grubego, grubego i średniego oraz mniej niż 50% piasku bardzo drobnego,
- d) bardzo drobnoziarniste** - 50% i więcej piasku bardzo drobnego.

np. *piasek gliniasty gruboziarnisty*
 glina lekka grubopiaszczysta

Utwory szkieletowate zawierają

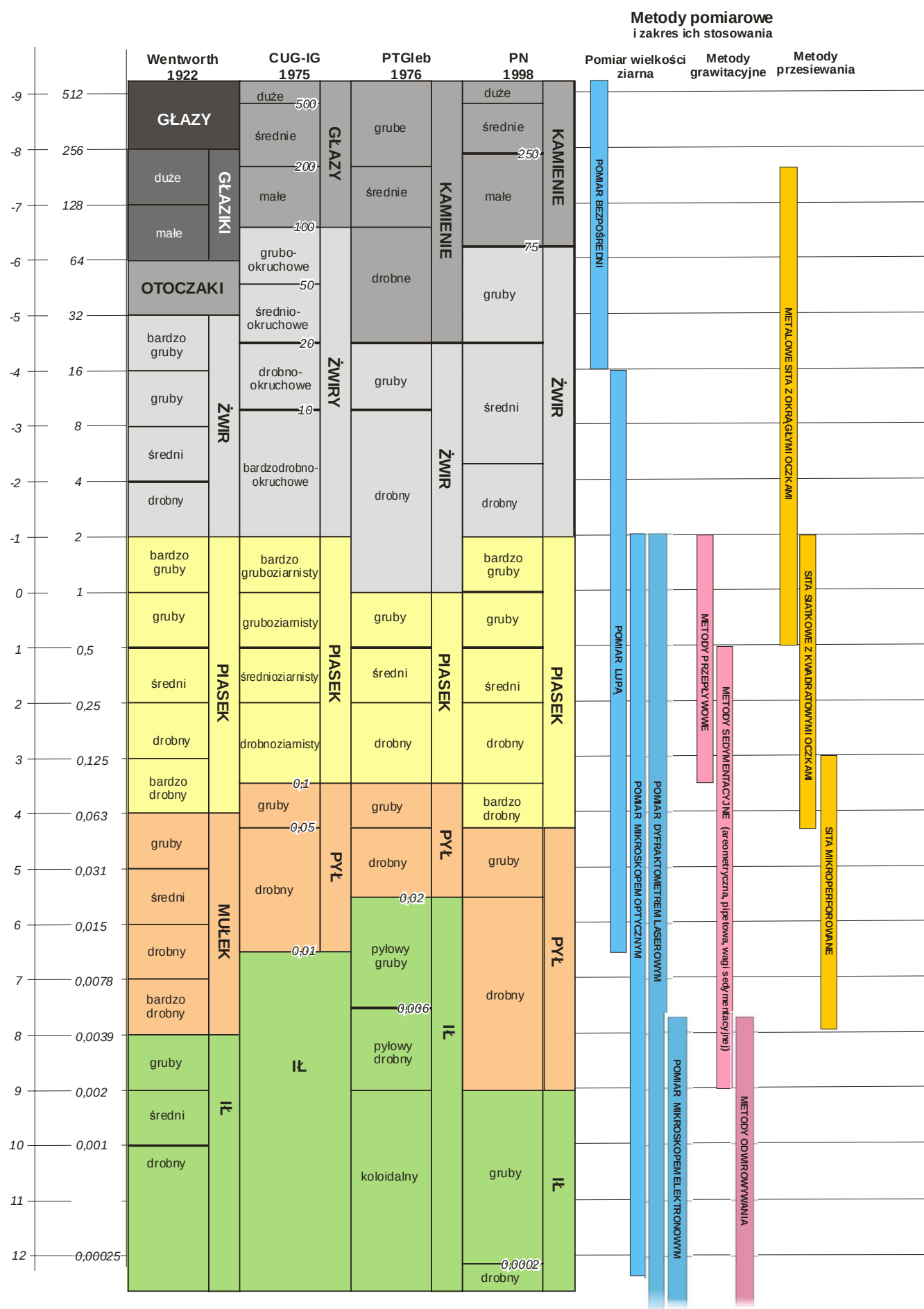
od 5 do 60% części szkieletowych w całej masie glebowej:

- a) **słabo szkieletowate** – 5-15% części szkieletowych (np. glina średnia słabo kamienista – gsk1),
- b) **szkieletowate** – 15-25% cz. szkielet. (np. glina średnia kamienista – gsk2),
- c) **mocno szkieletowate** – 25-35% cz. szkieletowych (np. glina średnia mocno kamienista – gsk3),
- d) **bardzo mocno szkieletowate** – 35-60% cz. szkieletowych (np. glina średnia bardzo mocno kamienista – gsk4).

Utwory szkieletowe > 60% części szkieletowych:

- a) **piaszczysto-szkieletowe** (żp, kp)
- b) **gliniasto-szkieletowe** (żg, kg)
- c) **ilasto-szkieletowe** (żi, ki)
- d) **szkieletowe** (ż, k) - gdy zawierają tak mało części ziemistych, że nie zapełniają on przestworów międzyszkieletowych większych od 1 mm średnicy

Podział osadów klastycznych na podstawie uziarnienia wg różnych autorów i norm, oraz metody ich pomiaru



Określanie nazw grup granulometrycznych wg klasyfikacji PTGleń 1976 - przykłady

Piaski, gliny, iły zawierające 25-40% frakcji pyłu - "pylaste".

żwir	cz. ziemiste	piasek	pył	cz. spław.	NAZWA GRUPY
20 - 1	<1	1 - 0.1	0.1 - 0.02	<0.02	
75	25	90	4	6	
5	95	70	23	7	
0	100	20	55	25	
8	92	45	22	33	
10	90	70	26	4	
5	95	8	33	59	
-	100	8	33	59	
11	81	51	26	23	
25	75	12	20	68	

	części szkielet.	części ziemiste	piasek	pył	ił	Grupa granulometryczna wg PTGleń.
Lp.	> 1 mm	< 1 mm	1.0-0.1	0.1-0.02	< 0.02	
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						
6.						
7.						
8.						
9.						
10.						
11.						
12.						
13.						
14.						
15.						

2. Metody oznaczania składu granulometrycznego

Szereg metod ma na celu określenie % zawartości poszczególnych frakcji utworu glebowego. Wyróżnia się kilka grup metod:

1. **SITOWE** – żwiry, piaski [do 0.1 mm, poniżej obarczone dużym błędem]. sita metalowe z okrągłymi oczkami (dla dużych frakcji – gł. kamienie i żwiry), sita siatkowe z kwadratowymi oczkami (frakcje nieco mniejsze, gł. piaski), sita mikroperforowane (frakcje pylaste) . Sitowa na mokro.
2. **GRAWITACYJNE** - [poniżej 0.1 mm]
 - 2.1. **Przepływowe** [Kopeckego] - szybkość prądu wody przepływającej przez szereg naczyń połączonych (z dołu ku górze) o różnych średnicach jest odwrotnie proporcjonalna do ich średnicy.
 - 2.2. **Sedymentacyjne**:
 - **wagowe**: Atterberga -dekantacja zawiesiny; pipetowa [Köhna].
 - **badanie gęstości zawiesiny**: areometryczna [Bouyoucosa, modyf. Casagrande, a i Prószyńskiego]
 - **wagi sedymentacyjnej**
 - **badania fotoekstynkcyj zawiesiny** – badanie zmian natężenia światła przechodzącego przez zawiesinę
 - 2.3. **Odwirowywania** - frakcje najdrobniejsze.
3. **OPTYCZNE**
 - 3.1. Bezpośredni pomiar składników pod mikroskopem.
 - 3.2. Dyfrakcji laserowej
4. **RENTGENOGRAFICZNE**

2.1. Organoleptyczne określanie grup granulometrycznych utworów glebowych

W zależności od składu granulometrycznego poszczególne grupy granulometryczne wykazują charakterystyczne cechy w stanie zarówno suchym jak i wilgotnym.

Pierwsze obserwacje:

- zwięźłość (stopień zgrużlenia, agregaty i ich kształt, twardość).
- łupliwość.

Dalsze obserwacje.

W stanie suchym:

- rozcieranie w moździerzu (łatwość rozcierania; czy zgrzyta- ił nie zgrzyta, pył słabo, piasek mocno).
- rozcieranie w palcach (piasek drażni skórę, szorstki; pył lekko szorstki, mączysty; ił niewyczuwalne frakcje, tłusty, śliski).

W stanie wilgotnym:

- szybkość chłonięcia wody.
- lepkość.
- plastyczność.
- zdolność do wałeczkowania (ił daje cienkie, długie wałeczki nie łamiące się przy zginaniu; pył daje grubsze wałeczki łamiące się przy zginaniu, miejsce pęknięcia poszarpane; piasek luźny nie wykazuje plastyczności, łatwo się rozpada, nie wałeczkuje się).

Poczynione i zapisane w tabeli obserwacje porównujemy z tabelą zawierającą szczegółową charakterystykę poszczególnych utworów glebowych i klasyfikujemy badany utwór.

Próbka nr:

Określanie na podstawie obserwacji wzrokowej	Zachowanie się gleby w stanie		Grupa granulometryczna
	suchym	wilgotnym	

Cechy organoleptyczne różnych grup granulometrycznych wg BN

Grupa granulometryczna	Określanie na podstawie obserwacji wzrokowej	Zachowanie się gleby w stanie	
		suchym	wilgotnym
Żwir piaszczysty (żp)	przewaga cz. żwirowych nad innymi frakcjami; cz. spławialnych brak lub bardzo mało	utwór sypki	utwór nieplastyczny
Żwir gliniasty (żg)	przewaga cz. żwirowych nad innymi frakcjami; znaczna domieszka cz. spławialnych	tworzy bryły żwiru scementowanego częściami spławialnymi; trzeba pewnego wysiłku aby je rozkruszyć	części żwirowe zlepione częściami spławialnymi; części ziemiste wykazują dużą plastyczność
Piasek luźny (pl)	widoczne głównie ziarno piasku; często obecne frakcje szkieletowe	utwór sypki, przy rozcieraniu w palcach szorstki, nie brudzi palców	tworzy niekiedy skupiska ziarn, rozpadające się przy bardzo lekkim nacisku, oraz przy wysychaniu; nie brudzi ręki
Piasek słabogliniasty (ps)	widoczne części piaszczyste z bardzo niewielką ilością części drobniejszych	sypki; przy rozcieraniu szorstki; pozostaje niewielka ilość części spławialnych na palcach	nieplastyczny; tworzy nietrwałe agregaty rozpadające się przy bardzo lekkim nacisku mechanicznym, lekko brudzi palce przy rozcieraniu
Piasek gliniasty lekki (pgl)	widoczne części piaszczyste, a także części drobniejsze	przy rozcieraniu wyczuwalny w przewodzie piasek, lecz występują agregaty, które przy niewielkim nacisku mechanicznym, rozpadają się; brudzi palce	utwór nieplastyczny; tworzy agregaty rozpadające się przy bardzo małym nacisku mechanicznym; brudzi wyraźnie palce
Piasek gliniasty mocny (pgm)	widoczna przewaga części piaszczystych, lecz dość dużo części drobniejszych	przy rozcieraniu wyczuwa się przewagę piasku, a także części spławialne; brudzi wyraźnie palce; tworzy wyraźne agregaty rozpadające się przy lekkim nacisku mechanicznym	tworzy agregaty różnej wielkości, rozpadające się przy słabym nacisku na drobniejsze; przy rozcieraniu szorstki, brudzi palce i ma małą plastyczność, zlepia się, przy wałeczkowaniu nie tworzy wałeczków
Gлина lekka (gl)	wyraźnie widoczne są ziarenka piasku i szkieletu na tle drobniejszego materiału	przy rozcieraniu szorstka; agregaty przy małym nacisku kruszą się i rozpadają na drobniejsze, ostrokrawędziste	tworzy agregaty, w dotyku wyczuwa się wyraźną szorstkość; brudzi palce, plastyczność i lepkość niewielka, przy wałeczkowaniu nie otrzymuje się długiego sznurka, sznurek łatwo pęka przy zginaniu
Gлина średnia (gś)	widoczne są jeszcze ziarenka piasku i szkieletu na tle drobniejszego materiału	tworzy twarde, ostrokrawędziste agregaty, rozpadające się na drobniejsze przy dość silnym nacisku mechanicznym; przy rozcieraniu wyczuwa się szorstkość, brudzi palce	tworzy agregaty umiarkowanie miękkie, nie rozpadające się przy nacisku mechanicznym; plastyczność i lepkość wyraźna, przy wałeczkowaniu otrzymuje się długi sznureczek pękający przy zginaniu, brudzi palce, nie daje się wygładzić do połysku
Gлина ciężka (gc)	na tle gliniastej masy widoczne nieliczne ziarenka piasku i szkieletu	tworzy agregaty bardzo twarde i zbite, ostrokrawędziste; silny nacisk mechaniczny kruszy je na drobniejsze odłamki; brudzi palce	tworzy twarde agregaty; przy nacisku mechanicznym, uformowana kuleczka pęka na obwodzie; przy wałeczkowaniu można otrzymać długie i cienkie sznureczki pękające przy zginaniu; silnie brudzi palce; nie daje się wygładzić paznokciem do połysku
Iły (i)	jednolita drobnoziarnista masa	bardzo twardy i zbity, rozpada się pod bardzo silnym naciskiem mechanicznym na ostrokrawędziste agregaty; przy rozcieraniu w palcach śliski, nie wyczuwa się ziarenek piasku, brudzi palce, daje rysę polerowaną	tworzy ostrokrawędziste agregaty różnej wielkości; bardzo plastyczny i lepki; w stanie wilgotnym przy rozcieraniu nie wyczuwa się piasku; przy wałeczkowaniu sznureczek jest długi i cienki, nie pękający przy zginaniu; wygładza się paznokciem do połysku; silnie brudzi palce
Pył zwykły (plz)	jednolita, drobnoziarnista masa; ziarenka piasku prawie niewidoczne; powierzchnia łupliwości matowa	może występować w stanie sypkim lub w postaci agregatów, które łatwo się kruszą przy nacisku mechanicznym na drobniejsze, przy rozcieraniu słabo wyczuwalne ziarenka piasku; daje wrażenie suchej mąki	tworzy drobne agregaty rozsypujące się przy lekkim nacisku mechanicznym, miękki w dotyku; przy rozcieraniu matowy, nie śliski a raczej nieco szorstki; uformować można jedynie bardzo grube, nietrwałe wałeczki pękające przy zginaniu
Pył ilasty (pli)	jednolita drobnoziarnista masa; powierzchnia przełomu matowa	tworzy agregaty, które przy nacisku mechanicznym rozsypują się na drobniejsze, przy rozcieraniu w palcach nie wyczuwa się piasku; pozostawia wrażenie suchej mąki; bardziej śliskiej niż przy pyłach zwykłych	jest plastyczny, lecz nie można uzyskać długiego i cienkiego sznureczka, gdyż kruszy się i rozpada na szereg drobniejszych

Cechy pomocnicze do określania organoleptycznego grup granulometrycznych zgodne z PN z 1998

Grupa granulometryczna	Szorstkość przy rozcieraniu (obecność piasku)	Kształt i trwałość agregatów	Cechy w stanie wilgotnym
piasek (<i>p</i>)	Bardzo duża szorstkość (przewaga ziaren piasku)	brak lub bardzo nietrwałe	nie plastyczny, nie brudzi palców
piasek słabogliniasty (<i>ps</i>)		agregaty ostrokrawędziste bardzo nietrwałe	nie plastyczny; bardzo nietrwałe kulki, nie tworzy wałeczków; słabo brudzi palce
piasek gliniasty (<i>pg</i>)		agregaty ostrokrawędziste nietrwałe	wałeczki grubości ołówka, bardzo nietrwałe; wyraźnie brudzi palce
glina piaszczysta (<i>gp</i>)	Duża szorstkość (ziarna piasku wyraźnie widoczne)	agregaty dość trwałe	wałeczki grubości ołówka lub nawet cieńsze, lecz nietrwałe; brudzi palce
glina lekka (<i>gl</i>)			z łatwością uzyskuje się wałeczki o grubości połowy ołówka, lecz łamliwe pod słabym naciskiem
glina (<i>g</i>)	Średnia szorstkość (ziarna piasku widoczne i wyczuwalne)	ostrokrawędziste trwałe agregaty	z łatwością uzyskuje się wałeczki o grubości połowy ołówka, lecz łamliwe pod słabym naciskiem
glina średnia (<i>gs</i>)			wałeczki grubości połowy ołówka, trwałe, nie pękające
ił piaszczysty (<i>ip</i>)			można formować bardzo cienkie „sznurki” i „obraczki”; bardzo plastyczny i lepki
pył piaszczysty (<i>płp</i>)	Mała szorstkość (ziarna piasku słabo widoczne i słabo wyczuwalne)	drobne nietrwałe agregaty	grube wałeczki, bardzo kruche i spękane; bardzo silnie brudzi palce
glina ciężka (<i>gc</i>)		agregaty duże i bardzo trwałe	wałeczki grubości połowy ołówka i cieńsze, trwałe, nie pękające
glina pylasta (<i>gpl</i>)	Bardzo mała szorstkość (ziarna piasku na ogół nie widoczne i nie wyczuwalne)	agregaty duże i na ogół dość trwałe	z łatwością uzyskuje się wałeczki o grubości połowy ołówka, lecz wyraźnie spękane i kruche
pył (<i>pł</i>)		drobne nietrwałe agregaty	grube wałeczki, bardzo kruche i spękane; bardzo silnie brudzi palce
pył ilasty (<i>płi</i>)		agregaty dość duże lecz łatwo rozpadające się	z łatwością uzyskuje się wałeczki o grubości połowy ołówka, lecz wyraźnie spękane
ił pylasty (<i>ipl</i>)		agregaty duże, ostrokrawędziste, trwałe	można formować cienkie „sznurki” i „obraczki” lecz z czasem pękające
ił (<i>i</i>)		agregaty duże, ostrokrawędziste, bardzo trwałe	można formować bardzo cienkie „sznurki” i „obraczki”; bardzo plastyczny i lepki
ił ciężki (<i>ic</i>)		agregaty duże, ostrokrawędziste, bardzo trwałe	można formować bardzo cienkie „sznurki” i „obraczki”; szczególnie plastyczny i lepki

2.2. Oznaczanie składu granulometrycznego gleby metodą areometryczną Bouyoucosa w modyfikacji Casagrande'a i Prószyńskiego

Jest to metoda kombinowana, w której udział frakcji drobniejszych ($< 0,1$ mm) oznacza się areometrem, opierającą się na pomiarze gęstości zawiesiny glebowej w cylindrze pomiarowym, sporządzonej z części ziemistych ($< 1,0$ mm). Procentowy udział frakcji grubszych (piaszczystych) wyznacza się metodą sitową, po uprzednim odcedzeniu frakcji drobniejszych ($< 0,1$ mm).

Zasada metody Prószyńskiego:

1. Pomiar areometrem gęstości wstępnie spreparowanej zawiesiny glebowej w takich odstępach czasu w jakich z tej zawiesiny opadają kolejne, coraz mniejsze frakcje cząstek glebowych.
2. Areometr Prószyńskiego zamiast gęstości określa bezpośrednio zawartość % cząstek (mniejszych od danej średnicy) pozostających w zawieszynie w momencie pomiaru [% cząstek o określonym pozostających w zawieszynie = %z - %pk].
3. Prószyński dla poszczególnych utworów glebowych opracował tabele sedymentacyjne, gdzie (biorąc pod uwagę ilość części spławialnych i uwzględniając temperaturę) podał czasy po upływie których pomiary areometrem pozwolą wyliczyć % udziału poszczególnych frakcji.
4. Metody sedymentacyjne nie pozwalają na uchwycenie rzeczywistych wymiarów cząstek glebowych. Pojęcie średnicy zastępczej ziarna - średnica cząstki kulistej, która opada w cieczy z taką samą prędkością, co badana cząstka kształtu niekulistego o tym samym ciężarze właściwym. Cząstki < 0.005 mm mają postać płytek i blaszek.
5. Metoda szybka i wystarczająco dokładna. Daje jednak niedokładne wyniki odnośnie frakcji pyłu.
6. Dyspersja utworu glebowego mająca na celu rozdrobnienie agregatów glebowych. Do gleby zawierające więcej węglanu wapnia dodaje się więcej peptyzatora.
 - a. gotowanie 30 min z dodatkiem peptyzatora (np. węglan sodowy Na_2CO_3) i wody destylowanej.
 - b. mieszanie mieszadłem rotacyjnym próbki glebowej z wodą destylowaną i peptyzatorem (CALGON - metaheksaforan sodu $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{12}$)

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

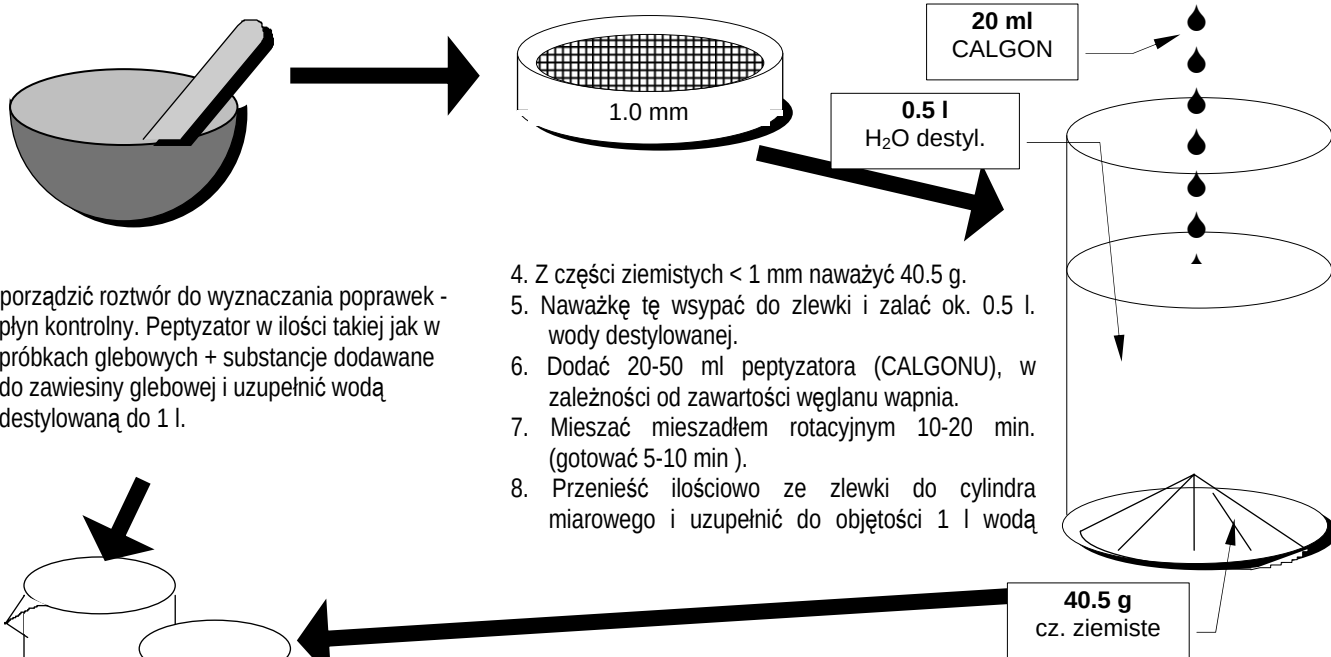
- próba gruntu (pow. 100 g lub w przypadku utworu bezszkieletowego ok. 50 g) powietrznie sucha (wysuszona w 105°C)
- calgon (metaheksaforan sodu $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{12}$) – peptyzator (20-40 ml)
- woda destylowana – pow. 1l na próbę
- tryskawka
- cylindry miarowe o obj. 1 l
- zlewki 1 l
- stoper
- areometr
- termometr
- mieszadło rotacyjne lub kuchenka elektryczna
- waga analityczna
- sита stalowe (10; 5; 2 i 1,0 mm dla odseparowania frakcji szkieletowej, oraz 0,1; 0,25; 0,5 mm)
- młódkier porcelanowy

Etapy wykonania analizy:

1. Oznaczenie frakcji szkieletowej metodą sitową (pkt. 1-3)
2. Dyspersja próbki glebowej (części ziemiste) (pkt. 4-11)
3. Pomiar kontrolny (oznaczenie % zawartości sumy frakcji $< 0,02$ mm) (pkt. 12-13)
4. Pomiar właściwy (oznaczenie % zawartości sumy frakcji $< 0,1$ mm i mniejszych) (pkt. 14-17)
5. Oznaczenie frakcji piasku (1,0-0,1 mm) metodą sitową (pkt. 18-19)
6. Obliczanie wyników (pkt. 20-24)
7. Graficzne przedstawienie

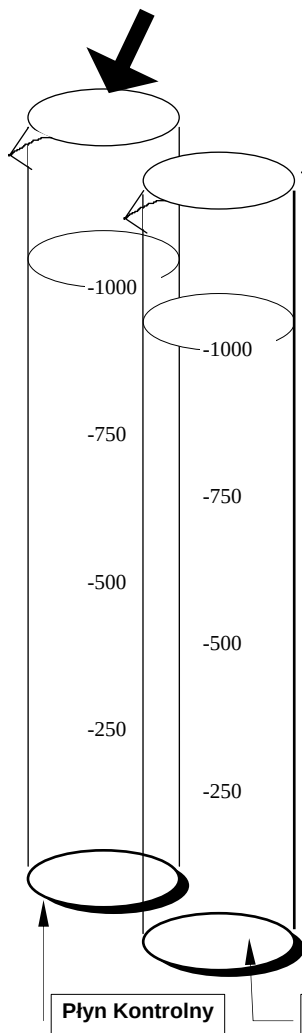
PROCEDURA OZNACZANIA SKŁADU GRANULOMETRYCZNEGO METODĄ PRÓSZYŃSKIEGO.

1. Pobrać losowo 120-150 g (w glebach szkieletowych do 500 g) suchej próbki glebowej i rozetrzeć w moździerzu.
2. Odważyć 100 g rozartej próbki i przesiać przez sito fi 1 mm.
3. Zważyć, obliczyć % udział części szkieletowych >1 mm w stosunku do próbki, dodatkowo % zawartość kamieni i żwirów. Gdy próbka = 100g, to 1g=1%



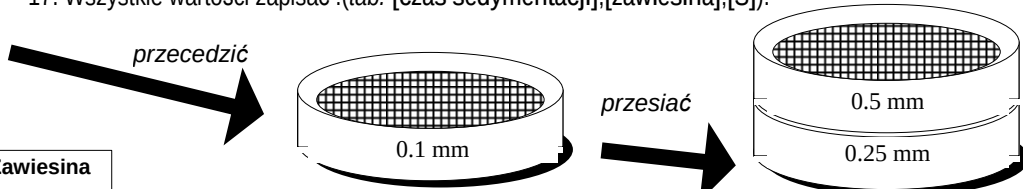
9. Sporządzić roztwór do wyznaczania poprawek - płyn kontrolny. Peptyzator w ilości takiej jak w próbkach glebowych + substancje dodawane do zawiesiny glebowej i uzupełnić wodą destylowaną do 1 l.

4. Z części ziemistych < 1 mm naważyć 40.5 g.
5. Naważkę tę wysypać do zlewki i zalać ok. 0.5 l. wody destylowanej.
6. Dodać 20-50 ml peptyzatora (CALGONU), w zależności od zawartości węgla wapnia.
7. Mieszać mieszadłem rotacyjnym 10-20 min. (gotować 5-10 min.).
8. Przenieść ilościowo ze zlewki do cylindra miarowego i uzupełnić do objętości 1 l wodą



Wyznaczyć czasy odczytów i oznaczyć % zawartość frakcji części ziemistych.

10. Uzupełnić braki w zawieszynie i płynie kontrolnym do 1 l.
11. Zmierzyć i wyrównać temperaturę, wpisać w tab. [temp.]. Dopuszczalna różnica 0.5 °C.
12. Oznaczyć organoleptycznie grupę granulometryczną i na tej podstawie wybrać odpowiednią tabelę do pomiaru kontrolnego. Dla zmierzonej temperatury odczytać czas sedimentacji części spławialnych. Wpisać w tab. [czas sedimentacji <0.02 kontrolny].
13. Pomiar kontrolny (cząstek $\phi < 0.02$ mm). Wymieszać zawieszinę (30 odwróceń cylindra). Na 30 sek. przed pomiarem włożyć areometr do zawiesziny. Odczyt w ustalonym czasie. Następnie do płynu kontrolnego. Odczyty wpisać w tab. [płyn kontrolny.], [zawiesina]. Różnica wskazań w PK i Z oznacza kontrolną zawartość cz. spław. (tab. [suma < 0.02]).
14. Sprawdzić, czy % wartość części spławialnych (poniżej 0.02 mm) wyznaczonych z pomiaru kontrolnego (tab. [Σ]) mieści się w przedziale wartości wcześniej wybranej tablicy. Gdy nie, w oparciu o pierwszy wynik skorygować wybór tabeli.
15. Pomiar właściwy sumy części spławialnych po czasie dobranym wg wskazań nowej tabeli. Na ćwiczeniach 3 pierwsze odczyty (frakcje pyłu < 0.1 mm < 0.05 mm, i sumy cz. spławialnych < 0.02 mm).
16. Obliczyć % zawartość frakcji oznaczonych areometrycznie (od sumy frakcji grubszych odejmuje się sumę frakcji drobniejszych, % cz. spławialnych otrzymuje się bezpośrednio z różnicy wskazań areometru w zawieszynie i płynie kontrolnym). (tab. [%]).
17. Wszystkie wartości zapisać. (tab. [czas sedimentacji], [zawiesina], [S]).



18. Zawieszinę przećdzić przez sito 0.1 mm i wysuszyć w parowniczce. Otrzymaną zawartość frakcji piasku oznaczyć wagowo. Rozsiać na podfrakcje (piasek gruby 1-0.5, piasek średni 0.5-0.25, piasek drobny 0.25-0.1).
19. Obliczyć % zawartość każdej z nich mnożąc jej wagę przez 2.5 (40 g cz. ziemistych = 100 %, 1 g = 2.5 %). Wynik w % wpisać w tabelę.
20. Suma wszystkich frakcji w obrębie cz. ziemistych musi wynosić 97 - 103 %. Większe różnice dyskwalifikują analizę.
21. Różnice do 3 % dopisujemy lub odejmujemy od frakcji pyłu gr. 0.1-0.05.
22. Dla utworów piaszczystych korekta w obrębie frakcji piasku drobnego.
23. Ogólną sumę fr. szkieł. wpisać w tabelę >1], następnie odjąć od 100% a różnicę wpisać [<1]. Z tabeli areometrycznej przepisać ogólną sumę fr. piasku (1.0-0.5 + 0.5-0.25 + 0.25-0.1), pyłu (0.1-0.05 + 0.05-0.02) i iłu (<0.02) i wpisać odpowiednio w tab. [1.0-0.1], [0.1-0.02] [<0.02]. Suma fr. w obrębie cz. ziemistych ma być wyrównana do 100%.
24. Do analiz statystycznych, wykreślenia rzywej kumulatywnej potrzeba uwzględnić obecność fr. szkieletowej rozbitej na podfrakcje i wliczonej do ogólnej sumy wszystkich frakcji (% cz. szkieł. + % cz. ziem. = 100%) - przedostatnia kolumna. Każdy gram fr. szkieł. = 1%, który proporcjonalnie należy rozłożyć w obrębie cz. ziemistych.

Próbka nr:

Pomiar kontrolny

Nazwa grupy gran. oznaczone organoleptycznie
i nr tab. wybranej do pomiaru kontrolnego

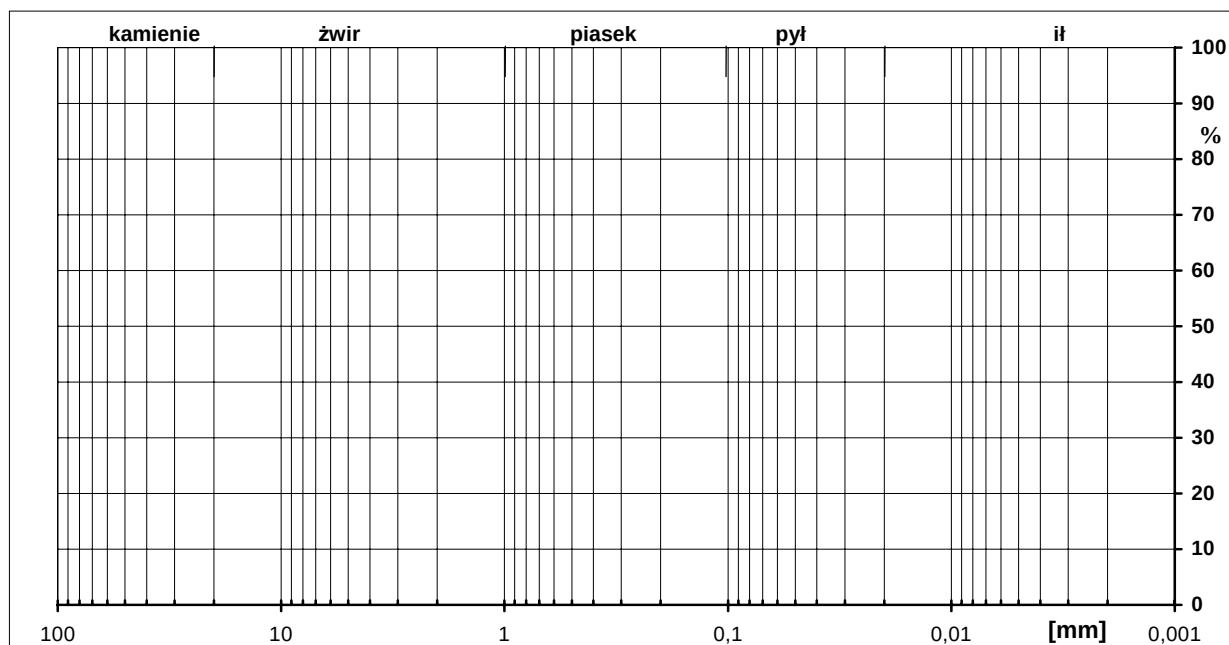
FRAKCJA GRANULOMETRYCZNA	TEMP [°C]	CZAS			ZAWIESINA	PŁYN KONTROLNY	Suma fr.<0.02 (Z-PK)	%
		nastawienia	sedymentacji	odczytu				
< 0,02 kontrolny								

Pomiar właściwy

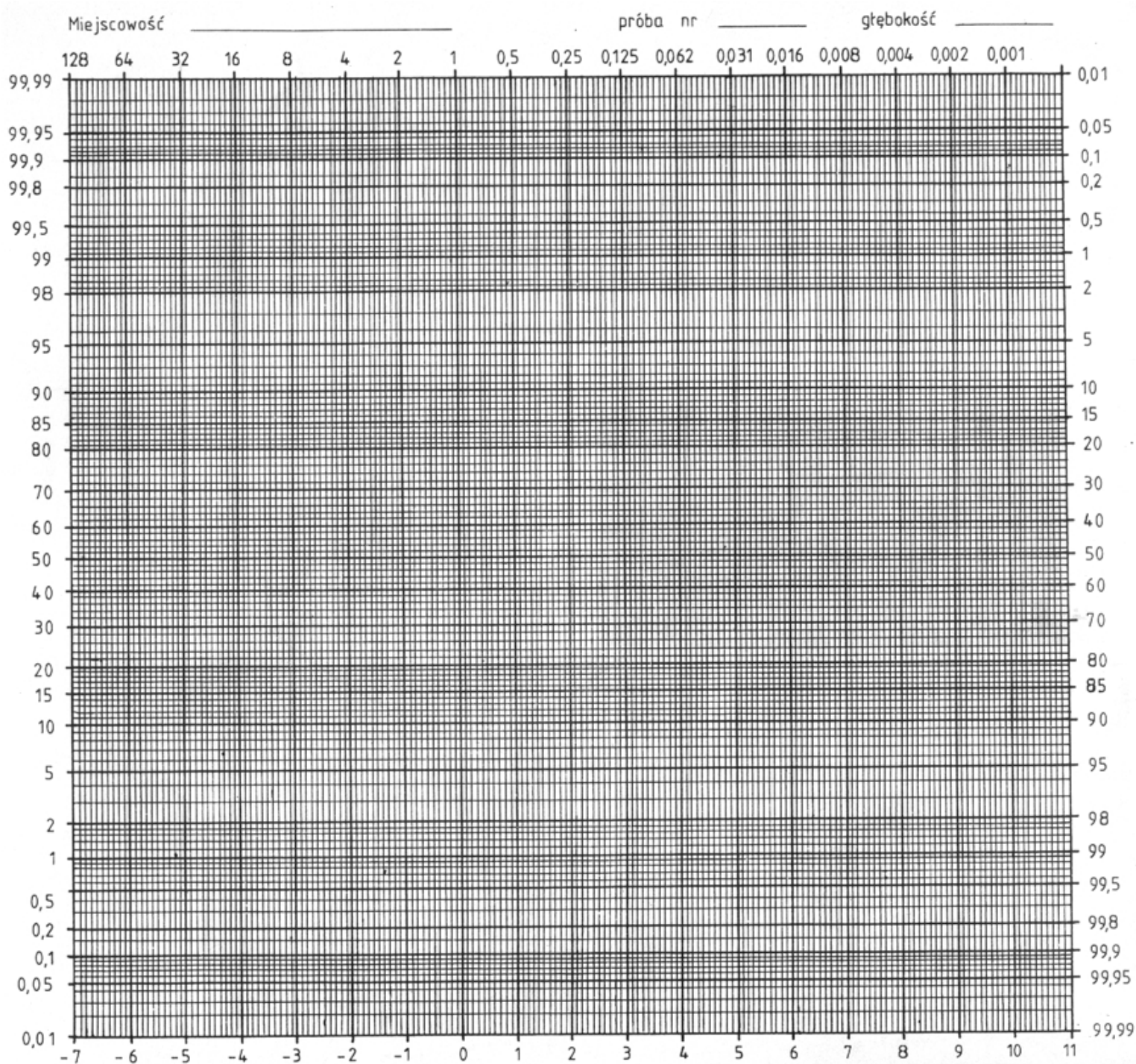
Nazwa grupy gran. i nr tab. oznaczonej
po pomiarze kontrolnym do pomiaru właściwego

FRAKCJA GRANULOMETRYCZNA	TEMP [°C]	CZAS			ZAWIESINA Z	PŁYN KONTROLNY PK	Suma frakcji <0.01 (Z-PK)	%	%	%
		nastawienia	sedymentacji	odczytu						
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
>10								g		
10-5								g		
5-2								g		
2-1								g		
1,0-0,5					g					
0,5-0,25					g					
0,25-0,1					g					
0,1-0,05							±			
0,05-0,02										
0,02 -0,006										
0,006-0,002										
poniżej 0,002										

	kolumna 10		kolumna 9			Grupa granulometryczna wg PTGleeb.
	części szkielet.	części ziemiste	piasek	pył	ił	
	> 1 mm	< 1 mm	1.0-0.1	0.1-0.02	< 0.02	
areometr						
dyfraktometr						



Ryc. Wykres półlogarytmiczny



Ryc. Wykres w skali prawdopodobieństwa

2.3. Oznaczanie składu granulometrycznego metodą dyfraktometrii laserowej

Metoda optyczna wykorzystująca zjawisko dyfrakcji wiązki światła przechodzącej przez zawieszinę na brzegach cząstek mineralnych w niej zawartych.

Badania rozkładu rozmiarów cząstek ciał stałych metodą dyfrakcji laserowej w Laboratorium Gruntoznawczym ZGF przeprowadza się z wykorzystaniem analizatora Mastersizer 2000 firmy Malvern Instruments.

Rozkład ziarnowy mierzony jest "na mokro", tzn. w emulsjach i zawiesinach.

W celu lepszej dyspersji zawiesiny glebowej, przyrząd wyposażony jest w przystawkę zawierającą mieszadło, oraz głowicę generującą ultradźwięki.

Dyfrakcja to zjawisko fizyczne zmiany kierunku rozchodzenia się fali na krawędziach przeszkód. Jeżeli wiązka fal przechodzi przez wąską szczelinę lub omija bardzo cienki obiekt, to zachodzi zjawisko ugięcia. Zgodnie z zasadą Huygensa każdy punkt w pobliżu krawędzi przeszkody staje się nowym źródłem fali.

Istnieje wiele modeli opisujących sposób rozpraszania i absorpcji światła przez cząsteczki materii. Jednym z podstawowych jest model Fraunhofera. W analizie wielkości ziarna dyfraktometrem Mastersizer wykorzystywany jest bardziej precyzyjny model Mie.

Zakres wielkości cząstek mierzonych przez urządzenie mieści się w przedziale od $0,02\mu\text{m}$ do $2000\mu\text{m}$, czyli $0,00002\text{mm}$ – 2mm .

Cząstki znajdujące się w zawieszynie, przechodzą przez celę pomiarową, gdzie skanowane są przez wiązkę laserową. Rozmiar cząstek jest obliczany z wyniku pomiaru pola dyfrakcji wiązki laserowej powstającej na cząstkach, a odczytywany na powierzchni detektora. Detektor składa się z wielu osobnych czujników, z których każdy zbiera rozproszone światło z pewnego zakresu kątów. Szereg detektora robi „ujęcie” światła rozproszonego na cząstkach przechodzących akurat przez wiązkę laserową. Zrobienie tylko jednego „ujęcia” nie byłoby reprezentatywne dla całej próbki, dlatego aparat robi wiele „ujęć” i wyciąga średnią z wyników. Zazwyczaj podczas każdego pomiaru, jest wykonywanych około 2000 „ujęć” a każde trwa 1 ms.

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

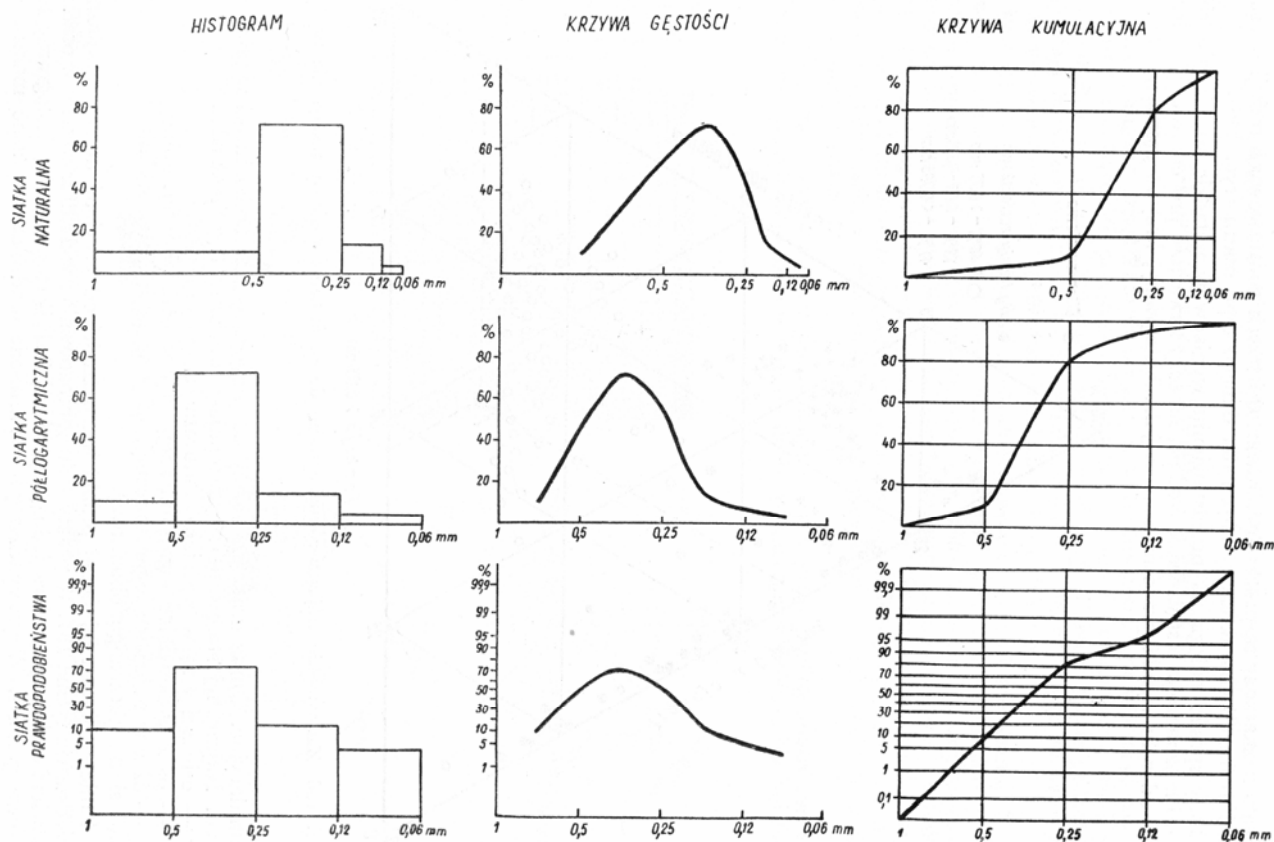
- woda destylowana do sporządzania zawiesiny (w dużej ilości)
- próba gruntu powietrznie sucha (do kilku gram)
- dyfraktometr laserowy (mastersizer 2000 + przystawka Hydro 2000)
- sito $1,0\text{ mm}$ (do oddzielenia części szkieletowych)

Etapy wykonania analizy:

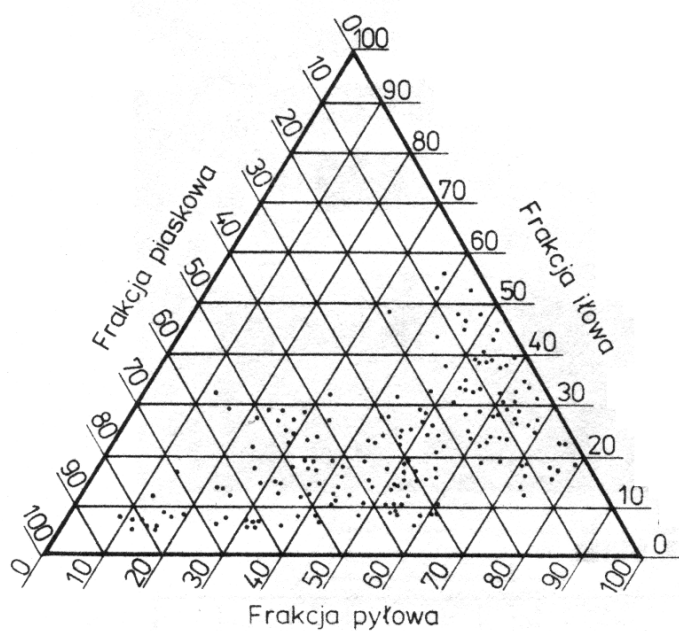
3. wstępna preparacja materiału
 - suszenie w temp. 105°C
 - wstępne rozcieranie w moździerzu
 - sporządzanie zawiesiny w zlewce z przy użyciu przystawki wyposażonej w mieszadło oraz głowicę ultradźwiękową dokonującą dyspersji zawiesiny
4. pomiar właściwy pod kontrolą programu komputerowego
5. automatyczna obróbka danych przy użyciu programu obsługującego wg modelu Mie.

Graficzne przedstawianie wyników.

- histogramu,
- krzywej kumulacyjnej (siatka półlogarytmiczna lub prawdopodobieństwa)
- na trójkącie Fereta.



Graficzne warianty przedstawiania analizy uziarnienia (Ruhle 1973)



Skład granulometryczny mad z doliny Wisły przedstawiony na trójkącie Fereta (Myślińska 1992)

PRÓCHNICA

3. Metody oznaczania węgla organicznego

Metody ilościowego oznaczania próchnicy w glebie polegają na ilościowym oznaczeniu węgla - podstawowego składnika wszystkich związków organicznych. Metody polegają na jego utlenieniu do CO₂. Istnieją metody:

1. **wagowe** - spalanie, wychwycenie CO₂ w urządzeniach absorbujących.

Przyrost wagi do wzoru:

$$C [\%] = (a \cdot 0.2727 / m) \cdot 100$$

a - masa CO₂ [g].

0.2727 - wsp.przeliczeniowy CO₂ na C

[12/44=0.2727].

m - naważka [g].

Spalanie suche (m. Terlikowskiego) lub mokre (m. Knoppa, Allisona).

2. **objętościowe** - spalanie substancji organicznej na mokro przy użyciu silnego utleniacza stosowanego w nadmiarze [K₂Cr₂O₇ lub KMnO₄], który po reakcji odmiareczkowuje się roztworami redukującymi [sól Mohra, Fe₂SO₄, tiosiarczan sodu]. Metoda Westerhoffa, Springera, Walhley-Flacka, Tiurana].

3. **kulometryczne**

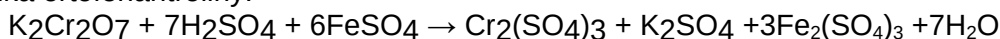
3.1. Oznaczanie zawartości próchnicy w glebie metodą Tiurina

Zasada metody Tiurina

1. Utlenianie węgla w związkach organicznych silnym utleniaczem w środowisku kwaśnym. Jest nim K₂Cr₂O₇ - dwuchromian potasu, sporządzony na bazie H₂SO₄ - kwasu siarkowego.
2. Reakcję przyspiesza katalizator HgSO₄ - siarczan rtęci, lub Ag₂SO₄ - siarczan srebra.
3. Dwuchromian potasu utlenia węgiel do CO₂ sam redukując się do siarczanu potasu i siarczanu chromu.



4. Nadmiar utleniacza, który nie przereagował odmiareczkowuje się (zobojętnia się) solą Mohra - FeSO₄(NH₄)₂ (SO₄)₂ • 6 H₂O - siarczan żelazawo-amonowy w obecności wskaźnika ortofenantroliny.



5. Metoda skuteczna dla gleb o zawartości próchnicy poniżej 15 %.

Etapy wykonania analizy metodą Tiurina

- I. Oznaczanie miana nadmanganianu potasu :
- II. Oznaczanie miana soli Mohra:
- III. Pomiar właściwy.
- IV. Obliczenie wyników

Wykonanie analizy:**Materiały i przyrządy:**

- sito 0,25 mm
- waga laboratoryjna
- kolbka stożkowa 100 ml
- lejek na kolbkę
- biureta 50 ml (może być półautomatyczna) do miareczkowania solą Mohra
- pipeta automatyczna 10 ml do odmierzania dwuchromianu potasu
- kuchenka elektryczna
- sól Mohra $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (po ok. 40 ml na próbę)
- dwuchromian potasu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (po 10 ml na próbę)
- ortofenantrolina
- katalizator HgSO_4
- próba gruntu (0,1- 0,5 g)
- pumeks lub wyprażony piasek kwarcowy (0,5 g na 1 próbę)

Etapy wykonania analizy (pomiar właściwy):

1. wstępna preparacja materiału (ok. 5 g części ziemistych) (pkt.1)
 - suszenie w temp. 105°C
 - rozcieranie w moździerzu
 - przesiewanie przez sito 0,25 mm
2. określenie naważki w zależności od szacunkowej zawartości próchnicy (na podstawie barwy):

0.1 g	dla gleb barwy czarnej	7-15 %
0.2 g	„ barwy ciemno szarej	5-7 %
0.3 g	„ barwy szarej	2-5 %
0.5 g	„ barwy jasno szarej	poniżej 2 % próchnicy

Stosowane naważki 0,1 – 0,5 g

3. umieszczenie naważki gruntu z katalizatorem w kolbce stożkowej i zalanie utleniaczem (pkt. 2-4)
4. gotowanie roztworu pod przykryciem lejka (pkt. 5)
5. sporządzić próbę kontrolną (pkt. 6)
6. miareczkowanie solą Mohra w obecności wskaźnika koloryzującego (pkt. 7-10)
7. obliczanie % zawartości węgla organicznego na podstawie wzoru: (pkt. 11)

$$C[\%] = \frac{(a - b) \cdot n \cdot 0,003}{g} \cdot 100$$

a - ilość soli Mohra zużyta do miareczkowania próby kontrolnej

b - ilość soli Mohra zużyta do miareczkowania próby glebowej

n - miano roztworu soli Mohra (ok. 0,1) – oznaczenie miana wykonywać w dniu przeprowadzania analizy

0.003 - miligramorównoważnik węgla

g - naważka gleby

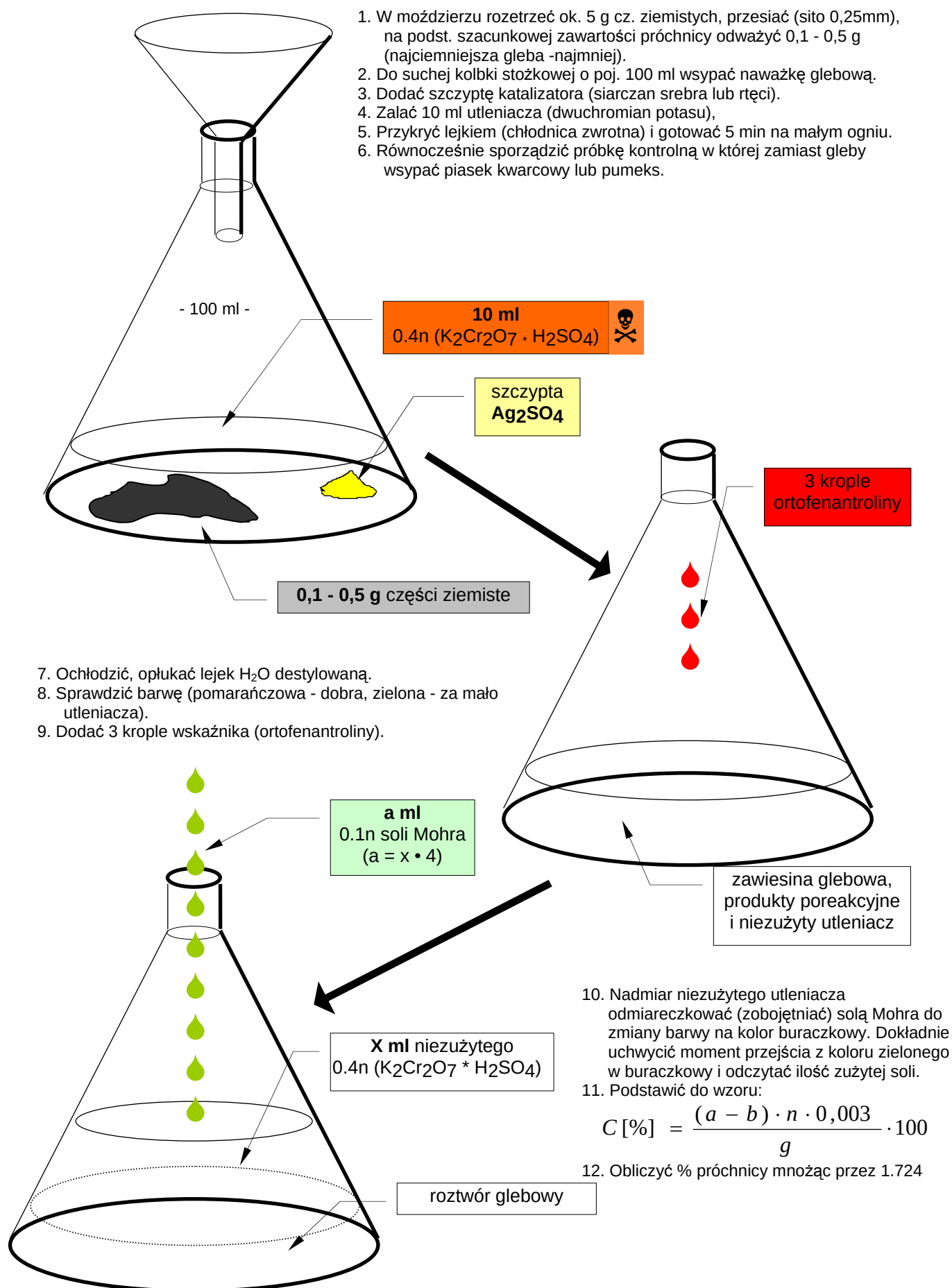
8. obliczenie % próchnicy. Znając średnią zawartość węgla w próchnicy (ok. 58 %), chcąc obliczyć % próchnicy mnożymy $C[\%]$ przez **1,724** (100:58). (pkt. 12)

Próbka nr:

Zawartość C organicznego

Zawartość próchnicy

PROCEDURA OZNACZENIA WĘGLA ORGANICZNEGO W GLEBIE METODĄ TIURINA



3.2. Oznaczenie popielności / straty prażenia gleb i materiałów organicznych

Na podstawie materiałów: dra C. Kabały, dr A. Karczewskiej

Analizę wykonuje się w co najmniej dwóch powtórzeniach dla każdej próbki.
Oznaczenie straty prażenia **musi** być poprzedzone oznaczeniem absolutnie suchej masy próbki, gdyż do niej odnosi się stratę prażenia (popielność).

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

- waga analityczna (do 3 miejsc po przecinku)
- suszarka laboratoryjna
- piec muflowy
- ekzykator
- szczypcy
- tygielki porcelanowe (średnica 2-5 cm)

Etapy wykonania analizy:

Oznaczenie absolutnie suchej masy próbki.

1. Wyprażyć tygielkę porcelanową w piecu muflowym w 500°C przez około 2 godz., następnie przenieść do ekzykatorka zawierającego CaCl₂ i wystudzić do temperatury pokojowej (ok. 30 minut).
2. Zważyć tygielkę z dokładnością przynajmniej do tysięcznej grama – waga M_t.
3. Do tygielki wsypać 2-5 g suchej gleby lub materiału roślinnego i zważyć tygielkę z próbką – waga M_p (może posłużyć do obliczenia zawartości wody higroskopowej)

Stosowane naważki: 2-5 lub 10 g

4. Wstawić tygielkę do suszarki i suszyć w temperaturze 105°C około 5 godzin, następnie przenieść do ekzykatorka i wystudzić.
5. Ponownie zważyć naczynko z próbką – waga M_k.
6. Dla upewnienia się, że próbka jest dobrze wysuszona, należy ją powtórnie wstawić do suszarki i suszyć przez 1,5 godziny, po czym wystudzić w ekzykatorze i zważyć.
7. Jeśli waga nie zmieniła się, analizę uznajemy za zakończoną.
8. Jeśli waga próbki obniżyła się, suszenie, studzenie i ważenie próbki należy dotąd powtarzać aż próbka osiągnie stałą masę (ostateczną wagę M_k).

Oznaczenie straty żarowej (popielności)

9. Tygielkę z próbką umieścić w piecu muflowym i prażyć w temp. 500°C przez co najmniej 5 godz.
10. Za pomocą szczyptic laboratoryjnych przenieść tygielki do ekzykatorka i wystudzić (około 30 minut).
11. Zważyć tygielkę z próbką wyprażoną – waga M_s.
12. Dla upewnienia się, że próbka jest dobrze wyprażona, należy ją powtórnie wstawić do pieca i prażyć przez 1 godzinę, po czym wystudzić w ekzykatorze i zważyć.
13. Jeśli waga nie zmieniła się, analizę uznajemy za zakończoną.
14. Jeśli waga próbki obniżyła się, prażenie, studzenie i ważenie próbki należy dotąd powtarzać, aż próbka osiągnie stałą masę (ostateczną wagę M_s).

Obliczenie wyników

Stratę żarową L_i (od angielskiego: loss on ignition) oblicza się następująco:

$$L_i = \frac{(M_k - M_t) - (M_s - M_t)}{M_k - M_t} * 100 \quad [\%]$$

Popielność próbki będzie wówczas równa:

$$P = 100 - L_i \quad [\%]$$

Próbka nr:

Popielność

WĘGLAN WAPNIA

4. Wapń w glebie

1. Wapń jako makroelement.
2. Związki wapnia mogą występować w glebie w formie:
 - a). mineralnej - kalcyt, opoka, margiel, gips, aragonit.
 - b). soli rozpuszczalnych- $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$.
 - c). połączeń próchniczno-mineralnych (Ca-humiany).
 - d). kationów związanych wymiennie przez kompleks sorpcyjny.
3. Najczęściej spotykany w formie węglanu CaCO_3 (nierozpuszczalna sól silnej zasady i słabego kwasu $\text{Ca}(\text{OH})_2$ i H_2CO_3) tworzy się w wyniku sorpcji chemicznej w glebie. W lessach wytrąca się w postaci kukiełek lessowych.

$$\text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{H}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{CaCO}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$$
4. Działając na tę sól silnym kwasem (HCl) uzyskamy sól zawierającą kation Ca^{2+} silnej zasady i anion Cl^- silnego kwasu, oraz powstanie słaby kwas węglowy.

$$\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{CO}_3$$

$$\downarrow$$

$$\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$$
5. W polskich warunkach klimatycznych rzadko występuje w warstwie przypowierzchniowej. Głębokość jego zalegania może być wskaźnikiem stopnia wylugowania gleby, które zachodzi przy wzroście zakwaszenia i zstępującym ruchu wody.
6. Węglan wapnia pod wpływem opadów i dwutlenku węgla w glebie przechodzi w łatwo rozpuszczalny kwaśny węglan wapnia $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ (w tej postaci Ca^{2+} jest łatwo wymywany, sorbowany do kompleksu sorpcyjnego, przyswajany przez rośliny). Jest to forma aktywna węglanu wapnia.

$$\text{CaCO}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$$
7. Dzięki łatwości przechodzenia węglanu wapnia w formę rozpuszczalną wzbogaca on roztwór glebowy i kompleks sorpcyjny w jony Ca^{2+} zapobiegające zakwaszeniu gleby i sprzyjające powstawaniu Ca-humianów.
8. Połączenia wapnia ze związkami próchnicznymi ulegają koagulacji (koagulacyjne działanie kationów Ca^{2+}) a potem dehydratacji. Następuje sklejenie cząstek glebowych i tworzenie agregatów strukturalnych poprawiające właściwości wodno-powietrzne gleby. Gleby ciężkie ulegają rozluźnieniu, gleby lekkie uzyskują strukturę gruzełkową.
9. Występujący w glebie węglan wapnia tworzy z kwasem węglowym znajdującym się w roztworze - układ buforowy zapobiegający nagłym zmianom odczynu.

4.1. Oznaczanie zawartości CaCO_3 w glebie metodą Scheiblera

Metoda Scheiblera należy do metod objętościowych, gdyż oznaczana jest w niej objętość dwutlenku węgla, jaki powstaje w wyniku reakcji węglanu wapnia zawartego w próbce gruntu z 10% kwasem solnym

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

- aparat Scheiblera
- kolbka stożkowa o obj. 300 ml
- pipeta do odmierzenia HCl
- waga laboratoryjna
- sito 1,0 mm (do oddzielenia części szkieletowych)
- próba gruntu powietrznie sucha (do 20 gram)

Etapy wykonania analizy:

1. wstępna preparacja materiału (pkt. 1)
 - suszenie w temp. 105°C
 - rozcieranie w moździerzu
 - odsiewanie części szkieletowych
2. szacunkowe określenie % zawartości węglanów metodą polową w celu wyznaczenia wielkości naważki (pkt. 2-3)
 - brak burzenia - do 1 %
 - słabe 1-3 %
 - silne, krótkie 3-5 %
 - silne, długie pow. 5 %
- Stosowane naważki 1-20 g
3. oznaczenie objętości dwutlenku węgla (pkt. 4-8)
4. odczytanie wartości miligramorównoważnika węglanu wapnia (pkt. 9)
5. obliczenie wyników wg wzoru: (pkt. 10)

$$\text{CaCO}_3 [\%] = \frac{Q \cdot a}{m} \cdot 100$$

Q - Objętość wydzielonego CO_2 (różnica wskazań przed i po pomiarze) $[\text{cm}^3]$

a - współczynnik odczytany z tabeli. Ilość miligramów CaCO_3 jaki jest potrzebny, aby w danych warunkach ciśnienia i temperatury wydzielić $1 \text{ cm}^3 \text{ CO}_2$ $[\text{mg}]$.

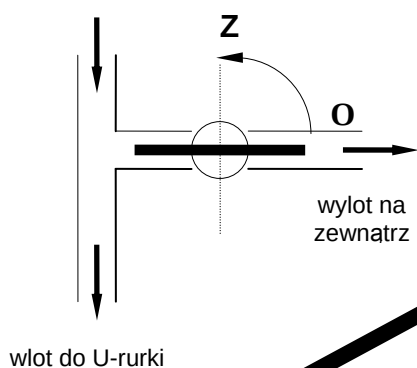
m - naważka gleby $[\text{g}]$ Pomnożyć przez 1000.

Masa CaCO_3 (mg/cm^3) odpowiadająca wydzielającemu się CO_2 w danej temperaturze i ciśnieniu

ciśn.	989	993	995	999	1001	1003	1008	1011	1013	1017	1020	1023	1025	1028	1032
temp	742	744,5	747	749	751	753,5	756	758	760	762,5	765	767	769	771	774
28	4,044	4,057	4,073	4,087	4,103	4,116	4,132	4,146	4,157	4,169	4,178	4,189	4,201	4,212	4,221
27	4,057	4,071	4,087	4,100	4,116	4,130	4,146	4,160	4,171	4,182	4,191	4,203	4,214	4,226	4,237
26	4,073	4,087	4,100	4,114	4,130	4,144	4,166	4,173	4,185	4,196	4,205	4,216	4,228	4,239	4,251
25	4,087	4,100	4,116	4,130	4,145	4,160	4,176	4,189	4,201	4,212	4,221	4,232	4,244	4,255	4,267
24	4,100	4,114	4,130	4,144	4,160	4,173	4,189	4,203	4,214	4,226	4,235	4,246	4,257	4,269	4,280
23	4,114	4,128	4,144	4,157	4,173	4,197	4,203	4,216	4,228	4,239	4,248	4,260	4,271	4,282	4,294
22	4,128	4,141	4,157	4,171	4,187	4,201	4,216	4,230	4,241	4,253	4,264	4,276	4,287	4,298	4,310
21	4,144	4,157	4,173	4,187	4,203	4,216	4,232	4,246	4,257	4,269	4,280	4,292	4,303	4,314	4,326
20	4,157	4,171	4,187	4,202	4,216	4,230	4,246	4,260	4,271	4,282	4,294	4,305	4,317	4,328	4,339
19	4,171	4,185	4,201	4,214	4,230	4,244	4,260	4,273	4,285	4,296	4,307	4,319	4,330	4,342	4,353
18	4,185	4,198	4,214	4,228	4,244	4,257	4,273	4,287	4,298	4,310	4,321	4,332	4,344	4,355	4,367
17	4,198	4,214	4,230	4,224	4,260	4,273	4,289	4,303	4,314	4,326	4,337	4,348	4,360	4,371	4,382
16	4,214	4,230	4,244	4,260	4,273	4,289	4,303	4,317	4,328	4,339	4,351	4,362	4,373	4,385	4,396
15	4,228	4,244	4,257	4,273	4,289	4,303	4,319	4,332	4,344	4,355	4,367	4,378	4,389	4,401	4,412

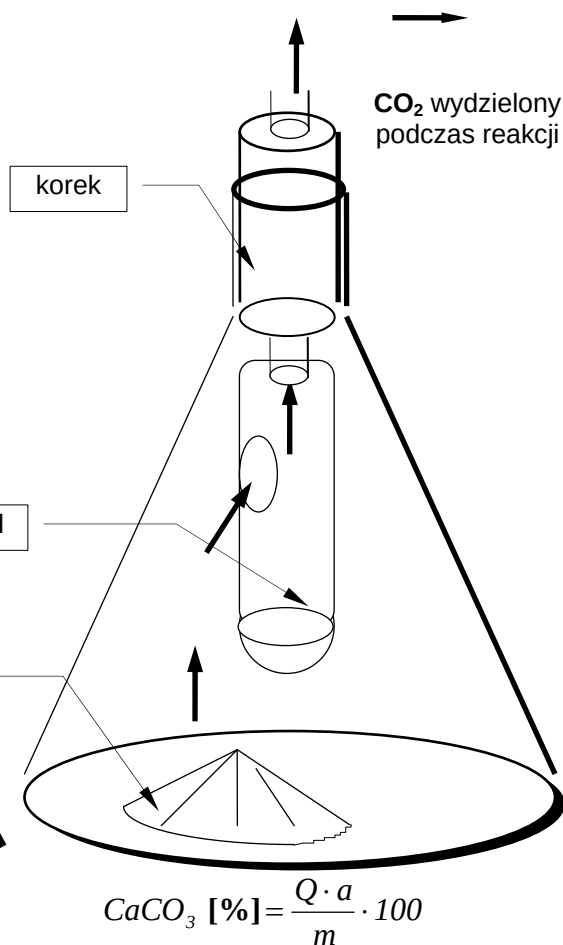
PROCEDURA OZNACZANIA WĘGLANU WAPNIA METODĄ SCHEIBLERA

1. Próbkę rozetrzeć, przesiać przez sito $\phi 1\text{mm}$.
2. Określić orientacyjnie zawartość CaCO_3 .
3. Odważyć odpowiednią naważkę (od 1 g dla silnie węglanowych, do 20 g dla nisko węglanowych).
4. Umieścić w naczyniu reakcyjnym.
5. Do naczynka w korku wlać pipetą 10 cm^3 10 % HCl i szczelnie zamknąć.
6. Zakręcić kurek odpowietrzający, odczytać poziom płynu nasyconego NaCl (lub 2% CaCl_2 lub CuSO_4).
7. Powoli wylewać kwas, wytrząsać dopóki nie przestanie się wydzielać dwutlenek węgla.
8. Wyrównać poziom płynu w obu ramionach U-rurki, odczytać poziom płynu (różnica - ilość CO_2 w cm^3).
9. Odszukać w tabeli wartość współczynnika określającego masę węglanu wapnia odpowiadającą 1 cm^3 wydzielonego CO_2 w zależności od temperatury i ciśnienia atmosferycznego.
10. Podstawić do wzoru:



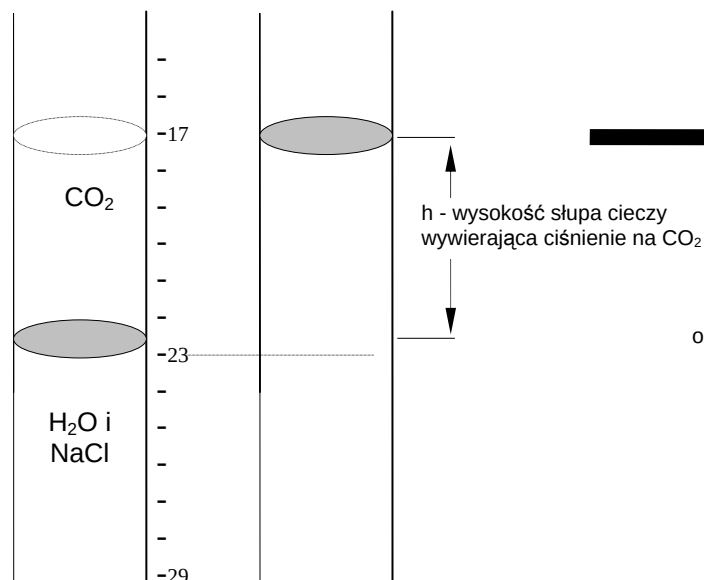
1 - 20 g gleby

10% HCl

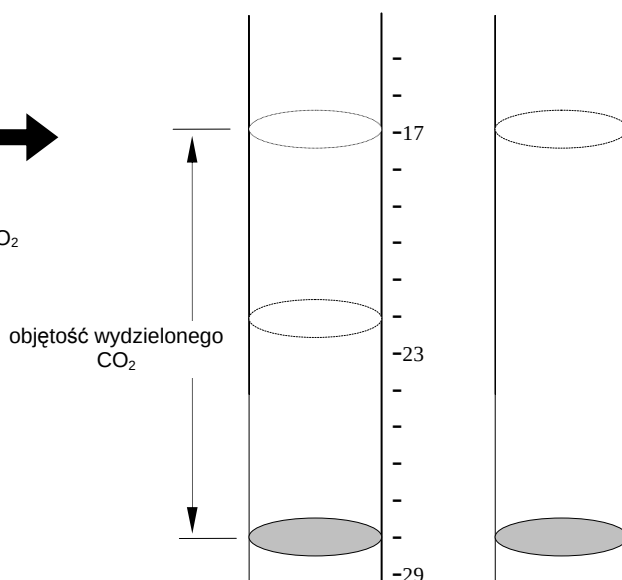


Q - Objętość wydzielonego CO_2 (różnica wskazań przed i po pomiarze) [cm^3]
 a - współczynnik odczytany z tabeli. Ilość miligramów CaCO_3 jaki jest potrzebny, aby w danych warunkach ciśnienia i temperatury wydzielić 1 cm^3 CO_2 . [mg].
 m - naważka gleby [g] Pomnożyć przez 1000.

**poziom płynu przed wyrównaniem
poziomu cieczy w U-rurce**



**poziom płynu po wyrównaniu
poziomu cieczy w U-rurce**



4.2. Oznaczanie zawartości CaCO_3 w glebie metodą calcitbomby

Na podstawie materiałów: mgr-a J. Raczyka

Tab. 1

Klasa zawartości węglanów PN-75/B-04481	Przybliżona, procentowa zawartość CaCO_3	Reakcja z HCl	Naważka gleby (g)
I	< 1	ślady lub brak burzenia	4
II	1 - 3	burzy słabo i krótko	"-"
III	3 - 5	burzy silnie lecz krótko	3,5
IV	5 - 10	burzy silnie i długo	3
	10 - 15	"-"	2
	15 - 30	"-"	1
	30 - 60	"-"	0,75
	> 60	"-"	0,5

Tab. 2

Zakres wskazań manometru	Współczynnik
5-10	1,27
10-15	1,10
15-20	1,00
20-25	0,97
25-30	0,95
30-35	0,92
35-40	0,89
40-45	0,87
45-50	0,85
50-55	0,84
55-60	0,83
60-65	0,81
65-70	0,80
70-80	0,79
80-100	0,78

Dolna granica oznaczalności węglanów w powyższej metodzie : **~1,5 %**, tzn. że przy użyciu 4 gramowej próby o zaw. węglanów 1,5% wskazanie na manometrze będzie równe ~5.

Próbka nr:

CaCO_3 met. Scheiblera

CaCO_3 met. calcitbomby

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

- waga analityczna
- suszarka laboratoryjna
- calcitbomba (szklany pojemnik ze szczelnym korkiem z wyskalowanym manometrem)
- próba gruntu (do 5 g)
- sito 0,25 mm

Etapy wykonania analizy:

Przygotowanie próbki:

1. próbę wysuszyć w 105°C
2. rozetrzeć w moździerzu
3. przesiać przez sito 0,25 mm

Pomiar:

4. oszacować wielkość naważki (wg wskazań z Tab. 1)

Stosowane naważki: 0,5 – 4,0 g

Uwaga! Zbyt duża ilość wysokowęglanowej próby użytej do pomiaru może spowodować uszkodzenie aparatu. Ponadto przekroczenie 4 g naważki powoduje problemy ze zwilżalnością próby.

5. do fiolki pod manometrem nalać 20% HCl (do wyznaczonej kreski) – dokładność odmierzenia HCl nie ma wpływu na pomiar.
6. nakręcić korek z manometrem na słoik i delikatnie przechylić, aby kwas wylał się na próbkę
7. kolistymi ruchami wymieszać roztwór

Obliczenie wyników:

8. po ustaniu reakcji odczytać wynik z manometru
9. ustalić współczynnik z Tab. 2
10. obliczyć % zawartość węglanów wg wzoru:

współczynnik · wskazanie

naważka (g)

ODCZYN GRUNTÓW

5. Warunki kształtowania odczynu gleb

1. Odczyn gleby kształtowany jest na podstawie wzajemnego stosunku jonów H do OH (wodorowych do wodorotlenowych).
2. Odczyn środowiska wyrażamy w jednostkach pH (ujemny logarytm dziesiętny ze stężenia jonów wodorowych).
3. Na odczyn gleby wpływają:
 - działalność fizjologiczna organizmów glebowych (kwasy organiczne w wyniku rozkładu substancji organicznej, wydzielanie CO₂).
 - warunki klimatyczne (zstępujący ruch wody, wymywanie składników alkalicznych, klimat arydalny-suchy - gromadzenie składników alkalicznych).
 - stosowanie kwaśnych nawozów mineralnych, lub nawozów wapniowych.
 - kwaśne opady, emisja pyłów zawierających CaO.
4. W Polsce przewaga gleb kwaśnych (80%), w tym 50% kwaśnych i silnie kwaśnych.
Przyczyny:
 - mały udział gleb wytworzonych ze skał wapiennych, oraz utworów macierzystych zawierających CaCO₃ (lessy, gliny margliste).
 - klimat Polski.
 - w przeszłości cała powierzchnia zajęta była przez lasy i bory (zakwaszenie).
5. Kwasowość :
 - a) czynna - pochodzi od wolnych jonów H⁺ znajdujących się aktualnie w roztworze.
 - b) potencjalna - od jonów H⁺ i Al³⁺ znajdujących się w kompleksie sorpcyjnym. Ze względu na siłę powiązania jonów decydujących o kwasowości, dzieli się na :
 - k. wymienna - zależy od jonów bardziej ruchliwych. Ujawnia się w wyniku działania na glebę roztworem soli obojętnej np. 1N KCl. Pojawiają się w roztworze H⁺ i Al³⁺ słabiej związane z kompleksem sorpcyjnym.
 - k. hydrolityczna - zależy od jonów H⁺ i Al³⁺ silnie związanych z kompleksem sorpcyjnym, które są z niego wyparte dopiero przez kationy soli hydrolizujących zasadowo (np. 1N octan sodu lub wapnia). Kationy te wypierają z kompleksu sorpcyjnego zarówno H⁺ i Al³⁺ silnie jak i słabo związane. Tak zmierzona kwasowość hydrolityczna odpowiada całkowitej kwasowości gleby.
6. Metody oznaczania kwasowości.
 - 6.1. kolorymetryczna (Hellige) - k. czynna. Odczynnik -czerwień metylowa, alkohol etylowy, 0.1N NaOH, H₂O destylowana, błękit bromotymolowy).
 - 6.2. potencjometryczna (elektrometryczna).

5.1. Oznaczanie pH gleby metodą potencjometryczną

Wykonanie analizy:

Materiały i przyrządy:

- waga analityczna
- suszarka laboratoryjna
- pH-metr
- elektroda
- roztwory buforowe (wzorcowe) o pH 3, 5 i 7
- woda destylowana (ok. 25 ml na próbę)
- roztwór KCl (po ok. 25 ml na próbę)
- zlewki 50 ml
- próba gruntu (ok. 20-40 g)
- sito 1,0 mm

Etapy wykonania analizy:

Wstępne przygotowanie próbki:

1. próbę wysuszyć w 105°C
2. rozetrzeć w moździerzu
3. przesiać przez sito 1,0 mm
4. dokonać kalibracji elektrody przy pomocy roztworów buforowych

Przygotowanie próbki do badania kwasowości czynnej:

5. odważyć 10 g suchej, przesianej gleby i wsypać do 50 ml zlewki
6. zalać 25 ml H₂O destylowanej, zamieszać i pozostawić na ok. 20 h (oznaczanie pH wykonuje się w zawiesinie glebowej w stosunku 1 : 2,5, w glebach piaszczystych 1:1)
- 7.

Przygotowanie próbki do badania kwasowości potencjalnej:

8. odważyć 10 g suchej, przesianej gleby i wsypać do 50 ml zlewki
9. Zalać 25 ml 1n KCl i pozostawić na ok. 20 h.

Pomiar:

10. zanurzyć elektrodę pomiarową w zawiesinie, dokonać odczytu po ustabilizowaniu

5.1. Oznaczanie pH gleby metodą kolorymetryczną

1. Cechy metod kolorymetrycznych:

- szybkość wykonania
- łatwość wykonania (często wykonywane w warunkach polowych)
- mała dokładność (do 0,5 pH)
- oznaczanie kwasowości czynnej

2. Popularne metody kolorymetryczne:

- metoda Hellige'a
- metoda „papierka lakmusowego”

Próbka nr:

pH metodą potencjometryczną

pH metodą kolorymetryczną

PIEWRIASTKI ŚLADOWE W GRUNTACH

6.1. Metoda AAS

Mineralizacja to w chemii analitycznej proces całkowitego rozkład substancji do prostych stałych związków nieorganicznych, zazwyczaj poprzez ostrożne utlenianie lub odparowywanie. Na skutek tego procesu, z próbki jest całkowicie usuwany **tlen, wodór, węgiel, siarka, fosfor i azot**, które odparowują w postaci pary wodnej i odpowiednich gazowych tlenków, zaś pozostałość to tlenki i sole innych pierwiastków obecnych w analizowanej substancji.

Do niedawna mineralizację przeprowadzano tzw. metodą moką - zwykle poprzez ogrzewanie próbek z dodatkiem silnych kwasów utleniających takich jak np: kwas siarkowy. Obecnie stosuje się metodę suchą, która polega na ogrzewaniu próbek w dobrze wentylowanych piecach mikrofalowych o dużej mocy, lub w tych samych piecach wykonuje się mineralizację w roztworach silnych kwasów (azotowy, „woda królewska”)

Mineralizację prowadzi się zazwyczaj w celu stwierdzenia obecności i ustalenia stężenia pierwiastków śladowych w badanej substancji.

Spektrofotometr – przyrząd pełniący jednocześnie funkcje spektrometru i fotometru, tzn. służący do wytwarzania widm optycznych i dokonywania pomiarów fotometrycznych dla różnych długości fali światła. Zwykle spektrofotometr stanowi monochromator z obracanym pryzmatem (co pozwala uzyskać światło monochromatyczne o danej długości fali w danym zakresie) sprzężony odpowiednio z odbiornikiem światła (zwykle z komórką fotoelektryczną), za pomocą którego mierzy się natężenie światła monochromatycznego wytwarzanego przez monochromator.

Spektrofotometr absorpcji atomowej (AAS) służy do oznaczania ok. 70 pierwiastków, głównie metali. Oznaczanie wykonuje się w roztworach sporządzonych podczas procesu mineralizacji w mineralizatorze mikrofalowym. Po zastosowaniu odpowiednich przystawek oznaczenia można również wykonywać w ciałach stałych i gazach.

Próbka zasysana jest do nebulizera gdzie następuje jej rozpylenie. Powstały aerozol miesza się z powietrzem i acetylenem a następnie spala w palniku. Tu odpowiednia lampa wytwarza promieniowanie widzialne o długości charakterystycznej dla danego pierwiastka. Lampy (dla każdego pierwiastka osobna lampa) umieszczone są na ruchomym bębnie w celu łatwej i szybkiej zmiany badanych pierwiastków. Na płomień skierowana zostaje wiązka promieniowania o określonej długości. Następuje absorpcja promieniowania proporcjonalna do stężenia atomów danego pierwiastka w próbce.

Oznaczenia prowadzi się najczęściej metodą krzywej wzorcowej.

Poziomy oznaczanych stężeń wahają się od kilku ppb (mikrogramy na kilogram) do kilkunastu % wagowych. Pomiar trwa ok. 1 minuty. Do oznaczenia 1 pierwiastka potrzeba ok. 5 ml roztworu. Metoda charakteryzuje się dużą precyzją i szybkością wykonania i jest jedną z podstawowych technik analitycznych współczesnej chemii.

Dodatkowym modulem jest kuweta grafitowa. Umożliwia ona oznaczanie śladów metali na poziomie ppb (ug/dm) dając szerokie możliwości badań środowiskowych.

W Laboratorium Gruntoznawczym Zakładu Geografii Fizycznej możemy obecnie oznaczać: Ca, Mg, Na, K, Fe, Ti, Mn, Pb, Zn, Cu, Cd, Cr, Ni, As, Mo, Co, Sn, Sr, Ba, Ag, Al, B, P, Si

¹Średnie odchylenie standardowe (RSD): podawane przez producenta 0,5%.

Aparat: Spektrofotometr absorpcji atomowej Avanta Σ firmy GBC-Australia w wersji płomieniowej + kuweta grafitowa

¹ *podkreślone pierwiastki – oznaczane tylko w kuwecie.*

Wykonanie analizy:**Materiały i przyrządy:**

- waga analityczna
- suszarka laboratoryjna
- mineralizator mikrofalowy
- stężony kwas azotowy ultraczysty
- woda bidestylowana lub demineralizowana
- kolbki stożkowe
- lejek
- pipeta automatyczna
- próba gruntu (min. ok. 2-3 g)
- sito PP lub PE 1,0 mm

Etapy wykonania analizy:**Wstępne przygotowanie próbki:**

1. próbę wysuszyć w 105°C
2. rozetrzeć w moździerzu
3. przesiać przez sito **PP** lub **PE 1,0** mm (próba nie powinna mieć kontaktu z żadnymi metalowymi przyrządami)
4. precyzyjnie odważyć ok. 1 g próby z dokładnością do 3 miejsc przecinku

Mineralizacja próby:

5. naważkę wsypać do teflonowego naczynia w jednej z 2 komór mineralizatora
- Uwaga! Podczas mineralizacji obydwie komory powinny zawierać próby!!!**
6. zalać 3 ml HNO_3 przy użyciu pipety
7. zatkać naczynia teflonowymi przykrywkami z tytanowymi podkładkami
8. zakręcić ostrożnie głowice
9. założyć końcówki wyciągu nad głowicami
10. włączyć mineralizator przy użyciu zdalnego pilota
11. odczekać do zakończenia procesu mineralizacji i ostudzenia prób (parametry zadawane na urządzeniu sterującym)
12. przenieść zmineralizowany roztwór do menzurki przy użyciu lejka i wody bidestylowanej
13. uzupełnić do objętości 50 ml
14. przenieść do kolbek stożkowych o obj. 100 ml
15. pozostawić roztwór do dekantacji na okres kilku – kilkunastu godzin

Oznaczenie:

16. zdekantowane roztwory oznaczać w spektrofotometrze

Próbka nr:

Pierwiastek	Zawartość (ppm)
Cu	
Pb	
Zn	
Cd	

Literatura przedmiotu:

- Bednarek R., Dziadowiec H., Pokojka U., Prusinkiewicz Z.**, 2004; Badania ekologiczno-gleboznawcze, PWN, Warszawa, s. 342.
- Gradziński R., Kostecka A., Radomski A., Unrug R.**, 1986; Zarys sedimentologii; Wydawnictwa Geologiczne, Warszawa, s. 628.
- Lindner L.** (red.), 1992; Czwartorzęd. Osady, metody badań, stratygrafia, Wydawnictwo PAE, Warszawa, s. 683.
- Myślińska E.**, 1992; Laboratoryjne badania gruntów, Wyd. Naukowe PWN, Warszawa, , s. 244.
- Myślińska E.**, 1996; Leksykon gruntoznawstwa, PIG, Warszawa, s. 146
- Pluta, M.**, 1982. Mikroskopia optyczna, PWN, Warszawa, s. 960.
- Racinowski R., Szczypek, T., Wach J.**, 2001; Prezentacja i interpretacja wyników badań uziarnienia osadów czwartorzędowych, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, s. 146.
- Richling A.** (red.), 1993; Metody szczegółowych badań geografii fizycznej, PWN, Warszawa, s. 284.
- Ruhle E.** (red.), 1973; Metodyka badań osadów czwartorzędowych, Wydawnictwo Geologiczne, Warszawa, s. 688.