

CVIČENÍ 1 : ODBĚR A PŘÍPRAVA VZORKŮ PŮDY K ANALÝZE

Půdní podmínky mohou mít velký význam na získané výsledky pokusů v terénu. Proto je velmi důležité znát alespoň základní vlastnosti půdy na pokusném stanovišti. Před začátkem analýz je třeba si ujasnit:

1. Jaké údaje o vlastnostech půdy jsou pro daný výzkum nejužitečnější
2. Které z těchto údajů lze zjistit z již naměřených dat
3. Jaké finanční a časové možnosti jsou pro danou analýzu k dispozici

Odběr vzorků

Při odběru vzorků se většinou soustředíme na svrchní vrstvy půdy (cca do 50 cm) Na přírodních stanovištích (mimo zemědělsky obdělávané plochy) se snažíme oddělit od sebe vzorky půdního profilu pocházejících z různých půdních horizontů, které pak analyzujeme odděleně.

1. Z povrchu půdy odstraníme hrubý opad odumřelých částí rostlin, případně horní vrstvu drnu s nadzemními částmi rostlin.
2. Sondýrkou potom vykrojíme z půdního profilu váleček o délce cca 30 cm.
3. Po šetrném vytlačení půdy ze sondýrky rozdělíme získaný vzorek na část sahající do hloubky 15 cm a zbývající část ze spodnějších vrstev. Obě části vzorku uložíme odděleně do označených sáčků.

Tento postup opakujeme nejméně 5x tak, abychom odebranými vzorky co nejlépe postihli variabilitu zkoumané plochy.

Příprava vzorků půdy pro analýzu a výpočet podílu jemnozeme v půdě

1. Hned po příchodu z terénu do laboratoře vysypeme obsah sáčků na připravené archy filtračního papíru, dobře půdu promísíme a rozdrobíme větší hrudky.
2. Vzorky necháme vyschnout na vzduchu v místnosti se stálou vlhkostí vzduchu (cca 4-5 dní).
3. Po vyschnutí p oddělíme z celkového odebraného vzorku přiměřeně velkou reprezentativní část (cca 100 g, pomocí kvartačního dělení).
4. Vybranou část půdy zbavíme kořínků, případně jiných rostlinných částí, a opatrně přesejeme přes síto s průměrem otvorů 2 mm. Dáváme přitom pozor abychom rozdrtili eventuální větší hrudky, ale současně abychom neobrušovali kamínky a jiné větší pevné součásti půdního vzorku.
5. Obě oddělené složky – jemnozeme a hrubé části zvážíme a jejich hmotnosti zapíšeme.
6. Vypočteme podíl jemnozeme a hrubých částí na celkové hmotnosti vzorku půdy (v procentech).
7. Jemnozeme potom skladujeme v papírových sáčcích za normální teploty a vlhkosti pro další stanovení.

CVIČENÍ 2 : ANALÝZA PŮDNÍCH VZORKŮ I.

Stanovení pH půdy

1. Navážíme 1g jemnozeme do dvou 100 ml PE lahvíček.
2. Do jedné lahvičky potom nalijeme 25 ml destilované vody a do druhé 25 ml 1M roztoku KCl.
3. Lahvičky popíšeme číslem vzorku a typem extrakčního činidla, uzavřeme víčkem a třepeme na třepačce jednu hodinu.
4. Přímou v suspenzi půdy potom měříme pH pomocí kombinované elektrody.

Stanovení pufrovací kapacity půdy

Schopnost půdy tlumit změny pH vyvolané přísunem nebo úbytkem protonů závisí jednak na velikosti sorpčního komplexu a také na zastoupení různých druhů iontů, koloidů a dalších složek v půdě. Metoda stanovení je založena na sledování změn pH po přidavku kyseliny nebo zásady ke vzorku půdy. Pufrovací kapacita půdy je užitečným měřítkem odolnosti daného typu půdy zejména proti okyselení.

1. Připravíme řadu plastových lahvíček (10 pro každé stanovení) a do každé navážíme 10 g jemnozeme
2. Do každé lahvičky přidáme 100 ml převařené destilované vody obsahující odstupňované množství 0,1 M HCl : 10, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2 a 1 ml
3. Za občasného promíchávání směsi necháme vzorky stát (v temnu a chladu) nejméně 72 hodin.
4. V suspenzi všech vzorků změříme pH
5. Výsledky vyneseme do grafu jako závislost pH vzorku (osa y) na přidavku kyseliny v ml a molárním množství (osa x).

Stanovení obsahu reziduální vody (RWC)

1. Zvážíme nádoby pro stanovení půdní vlhkosti a zapíšeme společně s jejich čísly.
2. Přesně navážíme 10 – 20 g jemnozeme vyschlé na vzduchu a zapíšeme do protokolu společně s číslem misky.
3. Otevřenou misku dáme sušit do sušárny při teplotě 105 °C na 24h.
4. Misku opatrně uzavřeme víčkem, vyndáme ze sušárny a necháme zchladnout.
5. Po zchladnutí uzavřenou misku s půdou zvážíme a po odečtení hmotnosti misky získáme hmotnost půdy po vysušení. Obsah reziduální vody potom vypočteme podle vzorce:

$$RWC = [(W_{\text{vzduch}} - W_{\text{sušárna}}) / W_{\text{vzduch}}] * 100 \quad [\%]$$

CVIČENÍ 2 : ANALÝZA PŮDNÍCH VZORKŮ II.

Stanovení výměnné sorpční kapacity půdy (CEC)

Varianta 1 (pro silně kyselé půdy)

1. Z každého vzorku jemnozemě navážíme do 100 ml PE lahvičky 5 gramů
2. Zalijeme 30 ml 1 M roztoku KCl. Lahvičky třepeme potom na třepačce 1 hodinu.
3. Suspenzi zfiltrujeme za sníženého tlaku a půdu na filtru ještě několikrát roztokem KCl promyjeme.
4. Filtrát (Extrakt 1) přeneseme kvantitativně do 50 ml odměrky, doplníme roztokem KCl po značku použijeme ke stanovení množství vybraných kationtů.
5. Zbytek na filtru promyjeme třikrát 20 ml roztoku 80 % ethanolu.
6. Promytou půdu potom opatrně spláchneme z filtračního papíru do čisté PE nádoby 30 ml 1M roztoku NaCl a třepeme na třepačce 1 hodinu.
7. Suspenzi přefiltrujeme za sníženého tlaku a po skončení filtrace půdu ještě promyjeme trochou čistého roztoku NaCl.
8. Filtrát (Extrakt 2) potom kvantitativně přeneseme do 50 ml odměrky a doplníme po značku roztokem NaCl.
9. Koncentraci K^+ v odměrce stanovíme na plamenovém fotometru.
10. CEC vypočteme pak podle vzorce:

$$CEC = me_K * 20 \quad [me / 100 g \text{ půdy}]$$

me_K - množství K^+ v Extraktu 2 v miliekvivalentech
20 - převodní koeficient na 100 g půdy

$$me_K = n_K / Q$$

n_K - látkové množství K^+ v odměrce (mmol)

Q - valence, pro $K^+ = 1$

Varianta 2 (pro neutrální půdy)

1. Z každého vzorku jemnozemě navážíme do 100 ml PE lahvičky 5 gramů
2. Zalijeme 30 ml 1 M roztoku octanu amonného. Lahvičky třepeme potom na třepačce 1 hodinu.
3. Suspenzi zfiltrujeme za sníženého tlaku, půdu na filtru ještě několikrát roztokem octanu promyjeme.
4. Filtrát přeneseme kvantitativně do 50 ml odměrky, doplníme roztokem octanu po značku a stanovíme v něm množství vybraných kationtů (K^+ , Ca^{2+} , Na^+).
5. Zbytek na filtru promyjeme třikrát 20 ml roztoku 80 % ethanolu.
6. Promytou půdu potom opatrně spláchneme z filtračního papíru do čisté PE nádoby 30 ml 1M roztoku KCl a třepeme na třepačce 1 hodinu.
7. Suspenzi přefiltrujeme za sníženého tlaku a po skončení filtrace půdu ještě promyjeme trochou čistého roztoku KCl.
8. Filtrát kvantitativně přeneseme do 50 ml odměrky a doplníme po značku roztokem KCl.

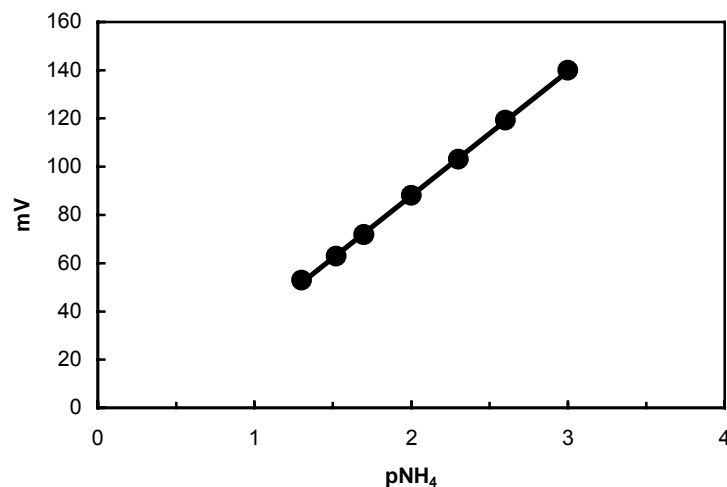
- Stanovíme množství amonných iontů v Extraktu 2 (analýza pomocí amoniakální ISE) a vypočteme CEC stejně jako ve variantě 1. Extrakt analyzujeme ihned po extrakci. Pokud to není možné, uchovááme ho ve zmrazeném stavu.

Stanovení amonných iontů pomocí ISE

- Přístroj zapneme nejméně 30 minut před prvním měřením
- Ze zásobního roztoku NH_4Cl (50 mM) připravíme do 50 ml odměrek řadu kalibračních roztoků koncentrací 0,5 – 1 - 5- 10 - 20 mM.
- Těsně před měřením smícháme vzorek nebo standard s roztokem 10M NaOH v poměru 50 ml vzorku + 1 ml roztoku hydroxidu.
- Při měření vzorek stále mícháme magnetickou míchačkou. K ustálení signálu dojde za cca 2-5 minut.
- Závislost odezvy elektrody v mV na množství iontů v roztoku je lineární v případě, že místo koncentrace použijeme aktivitu amonných iontů v roztoku (pNH_4). Mezi aktivitou a koncentrací platí vztah (stejně jako v případě pH) :

$$\text{pNH}_4 = - \log(c(\text{NH}_4^+))$$

Příklad kalibrační přímky při měření amoniakovou ISE.



Měření koncentrace kationtů pomocí plamenového fotometru

- Půdní extrakty uskladněné v mrazáku (extrakt 1) rozmrazíme v teplé vodě.
- Připravíme kalibrační roztoky pro jednotlivé ionty do 50 ml odměrek zředěním 50 mM zásobních roztoků NaCl, KNO_3 a $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. Výsledné koncentrace po zředění budou 0,5 – 2 - 4 - 8 - 16 mM.
- Zkontrolujeme, jestli jsou půdní extrakty dokonale čiré bez zákalu. Zakalené vzorky je nutné před analýzou zfiltrovat.
- Jakmile jsou kalibrační roztoky i vzorky připraveny, spustíme plamenový fotometr a připravíme ho k práci.
- Nejprve zařadíme filtr pro stanovení draslíku a vápníku a nastavíme maximální rozsahy detektorů. Do přístroje nastříkneme standard draslíku o nejvyšší koncentraci a pomocí potenciometru nastavíme údaj na ukazateli odezvy na 100 %. Tento postup zopakujeme i pro vápník.
- Potom měříme kalibrační roztoky od nejnižších koncentrací po nejvyšší pro oba dva ionty. Následně měříme i půdní extrakty.

7. Po skončení měření vzorků ještě pomocí několika kalibračních roztoků rychle ověříme stabilitu odezvy přístroje (zda údaje naměřené na konci souhlasí s odezvou zjištěnou při měření celé kalibrační řady na počátku).
8. Vyměníme filtr pro stanovení vápníku za filtr pro stanovení sodíku a postupujeme výše popsaným způsobem při stanovení množství sodíku v půdních extraktech. Závislost mezi množstvím sodíku a odezvou detektoru však v tomto případě není lineární jako u předešlých iontů, nýbrž má tvar křivky (u vyšších koncentrací je vzestup odezvy méně strmý než u nižších koncentrací).
9. Kalibraci vyneseme do grafu, proložíme vhodnou funkcí a pomocí této funkce vypočteme koncentraci prvků v extraktech.