

URČENÍ ZÁKLADNÍCH PARAMETRŮ PŮDY

Úvod:

Rozbor půdy představuje celou řadu skupin analytických stanovení. V základním rozboru jde o horninový rozbor (stanovení oxidů prvků), navazuje pedologický typový rozbor (určení podle skeletu, zrnitosti, obsahu písku, jílu, kaolinitu, montmorillonitu, atd.), cílený rozbor (stanovení obsahu hnoji, reziduí pesticidů, atd.).

V zemědělsky využívaných půdách se pravidelně kontrolují parametry, které vypovídají o schopnosti půdy produkovat kulturní rostliny a o ekologicky nežádoucích změnách. Zde jde především o kontrolu obsahu živin, organické hmoty, iontovýměnné kapacity a schopnosti, acidity a opět kontrolu reziduí.

Důležitým prvkem všech rozborů je technika odběru vzorků. Vzorky půdy se odebírají sondážními tyčemi, průměrný vzorek se skládá z minimálně 30 odběrových míst. Hloubka odběru se řídí především typem pěstovaných plodin.

Odebrané vzorky (papírové nebo plastové obaly) se nechávají pro většinu rozborů obeschnout na vzduchu, zbaví se hrubších částí skeletu a rostlinných zbytků a podrobí se sítové analýze. Pro většinu stanovení se využívá tzv. „jemnozemně I“ (propad přes síto s průměrem oka 2 mm), méně tzv. „jemnozemně II“ (propad přes oko 0,25 mm).

Úkol:

Stanovit vybrané základní parametry zemědělské půdy:

1. Výměnné pH
2. Přijatelný draslík
3. Přijatelný hořčík
4. Přijatelný fosfor
5. Obsah dusičnanů
6. Obsah organických látek (humusu).

1. Určení výměnného pH a potřeby vápnění

Výměnné pH je důležitým parametrem charakterizujícím aciditu půdy (i vliv kyselých dešťů).

Postup:

Do kádinky 150 ml se naváží 20 g vzorku (jemnozem I), přidá se 50 ml 1M KCl a sonifikuje na UZ lázni 2 hod. Vloží se míchadlo a elektroodový systém sklo-SKE nastavený na fosfátový pufr. Po 2 minutách míchání se zaznamená hodnota pH.

Jestliže je měřené pH menší než 6,5 titruje se suspenze za stálého míchání odměrným roztokem 0,12M NaOH v 1 ml inkrementech. Po každém přidavku se po 1 minutě odečte pH a titrace se ukončí při pH 7,0. Ze spotřeby se vypočítá „potřeba vápnění“ jako:

$T_{un} CaO/ha = \text{spotřeba} \cdot 0,5$ nebo $tun CaCO_3/ha = \text{spotřeba} \cdot 0,9$

Výměnné pH se zaokrouhluje na 1 desetinné místo, potřeba vápnění se udává v tunách na hektar a zaokrouhluje na 0,5 t/ha.

2. Stanovení přijatelného draslíku

Draselný ion patří k základním živinám rostlin. Zvyšuje asimilační potenci rostli, odolnost proti vymrzání a chorobám, má být v rovnováze s obsahem sodíku (antagonismus). Za dostatečnou zásobu draslíku v zemědělské půdě se považuje obsah 160 – 180 mg K⁺ v 1 kg půdy. Stanovení je založeno na vytěsnění iontu z iontoměničového půdního komplexu směsí octanu a šťavelanu amonného a obvykle následuje stanovení draslíku plamenovou fotometrií.

Postup:

10 g půdy se naváží do zábrusové Erlenmayerovy baňky 100 ml a zalije se 25 ml elučního roztoku (octan + šťavelan amonný). Vzorek se eluuje 2 hod. na UZ lázni a po usazení se filtruje (filtrát má být čirý). Filtrát se použije k plamenově fotometrickému stanovení draslíku podle návodu u přístroje. Pro zhotovení kalibrační křivky se fotometr kalibruje sadou kalibračních roztoků.

Kalibrační roztoky:

5,10,20,30 a 40 ml základního roztoku K⁺ se napipetuje a doplní vodou v odměrných baňkách 1 l (volíme samozřejmě jiné odpovídající objemy). Roztoky obsahují 20, 40 160 mg K⁺/l a odpovídají obsahu 50, 100, 200, 300 a 400 mg K⁺ v jednom kg půdy. Kalibrační roztoky se přechovávají v PE lahvích.

Výsledek se udává v mg K na 1 kg půdy s přesností ± 1 mg/kg.

3. Stanovení přijatelného hořčíku

Obsah hořčíku reguluje fotosyntetické procesy. Po eluci roztokem chloridu vápenatého se stanovuje spektrofotometricky (titanová žlut') nebo AAS.

Postup:

Naváží se 5g půdy (rychlovážky) do Erlenmayerovi baňky 100 ml a zalije 50 ml elučního roztoku CaCl₂. Třepe se 1 hod. na třepačce nebo se sonifikuje na UZ lázni. Po usazení se roztok filtruje (bílá páska), prvních 5 ml filtrátu se vylije. Filtrovaný výluh se přímo nasává rozprašovačem AAS spektrometru (obsah Mg prakticky ve všech půdách je takový, že část filtrátu pro první měření hned 10-krát ředíme elučním roztokem). Používá se svítivý plamen acetylen-vzduch, šterbinový hořák v poloze „napříč“.

Kalibrace:

Základní roztok (obsahuje 100 mg/l) se zředí 10x elučním roztokem chloridu vápenatého (25/250 ml). Ze zředěného roztoku se pipetuje 0, 0,5, 1, 2, 5, a 10 a 20 ml a doplní do 100 ml elučním roztokem chloridu vápenatého. Roztoky obsahují 0 (slepý pokus) 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1 a 2 mg/l, což odpovídá obsahu 0, 0,5, 1, 2, 5, 10 a 20 mg v 1 kg půdy (platí samozřejmě pro AAS měření neředěného filtrátu).

Měřená absorbance vzorku i kalibračního roztoku s nejvyšším obsahem Mg nemá přesáhnout hodnotu 0,6.

Výsledek se udává v mg Mg/1 kg půdy s přesností ± 1 mg/kg.

4. Stanovení přijatelného fosforu

Obsah fosforu reguluje růst (zpomaluje), urychluje nasazování plodů a zrání, podporuje kvetení. Za dostatečnou zásobu se považuje obsah 250 mg P₂O₅/kg, přihnojení je žádoucí při obsahu menším než 150 mg P₂O₅/kg. Při stanovení fosforu se půda eluuje roztokem mléčnanu vápenatého a následuje spektrofotometrické stanovení založené na tvorbě fosfomolybdenové modři.

Postup:

Do Erlnm. baňky 500 ml se na rychlovázkách odváží 5g půdy, přelije 250 ml elučního pracovního roztoku a třepe se na třepačce 1,5 hod., nebo sonifikuje 1 hod. na UZ lázni. Po usazení se filtruje přes filtr střední hustoty (bílá páska) prvních 10 ml se vylije. Z filtrátu se pipetuje 25 ml do zábrusové zkumavky, přidá se 1 ml činidla a 1 ml reduktans, promíchá. Zkumavky se vzorkem a kalibrační roztoky se umístí do vroucí vodní lázně na 30 min. (od počátku varu). Po zchladnutí se roztoky fotometrují při 690 nm proti slepému pokusu. Naměřené hodnoty absorbancí se převedou pomocí kalibrační závislosti na obsahu P.

Kalibrace:

Základní roztok P se zředí 100x (10 ml do 1000 ml v odměrné baňce). Tento pracovní roztok obsahuje 2,5 ug P/ml. Z pracovního roztoku se pipetuje 0 (slepý pokus), 4, 8, 12, 16 a 20 ml do zábrusových zkumavek. Do každé zkumavky se přidá 1 ml neředěného elučního roztoku a doplní se vodou přesně do 25 ml. Přidá se 1 ml činidla a 1 ml reduktans, promíchá a pokračuje podle postupu. Standardy odpovídají 0, 20, 40, 60, 80 a 100 mg P v 1 kg půdy. Výsledky se vyjadřují v mg P (nebo P₂O₅) na 1 kg půdy s přesností ± 1 mg/kg.

5. Stanovení dusičnanů ISE

Dusík jako živina je nutný pro tvorbu rostlinných bílkovin a chlorofylu, podmiňuje růst rostlin. Přijatelné formy jsou dusík amoniakový, amidový a nitrátový (s výjimkou motýlokvětých – luštěnin). Za minerální dusík se považuje suma amonného a nitrátového dusíku, jehož obsah pro pěstování kulturních rostlin nemá být menší než 120 až 150 mg N/kg půdy. Předmětem analytické kontroly je stanovení celkového dusíku, NH₄⁺ dusíku a nitrátového dusíku. Nitrátový dusík je nepřiliš žádoucí komponentou, i když rostliny převádějí i podstatnou část ostatních forem na dusičnan. Obsah dusičnanu v půdě se kontroluje nejčastěji spektrofotometricky (Nesslerovo činidlo, nitrace fenolů), nebo ISE elektrodou s kapalnou membránou. Elučním činidlem při stanovení dusíku je roztok síranu draselného.

Postup:

15g půdy se naváží na rychlovázkách do Erlenn. Baňky 100 ml a zalije 75 ml 1% roztoku K₂SO₄. Suspenze se třepe 1 hod. na lineární třepačce nebo sonifikuje na UZ lázni. Po usazení se filtruje skládaným filtrem napřed promytým horkou vodou (promývací voda musí zcela odkapat). Filtrát se konzervuje několika kapkami chloroformu a je-li zakalený, filtruje se znovu přes hustý filtr (modrá páska) opět předem promytý horkou vodou. Filtrát se jímá v suché kádince a obsah dusičnanů měří potenciometricky membránovou elektrodou ISE. ISE se před promytím otre filtračním papírem a obnoví její povrch. odkápnutím roztoku kapalného ionexu. ISE a srovnávací elektroda (merkurosulfová nebo kalomelová s můstkem naplněným nasyceným K₂SO₄) se ponoří do kádinky se vzorkem a po ustálení potenciálu (cca 1 min.) se zaznamená hodnota elektromotorického napětí.

Elektrody se vyjmou z roztoku, srovnávací elektroda (můstek) se opláchne, ISE se utře filtračním papírem a odkápnutím kapalného ionexu se obnoví povrch.

Upozornění:

Kapalný ionex je rozpuštěn v nitrobenzenu, který má negativní vliv na krevní obraz (může vyvolat leukémii při dlouhodobé práci s nitrobenzenem), resorbuje se přes kůži.

Kalibrace:

20 ml základního roztoku dusičnanu se doplní po značku v odměrné baňce 100 ml 1%-ním roztokem K_2SO_4 – pracovní roztok obsahující 20 mg N/l. Z pracovního roztoku se připraví kalibrační roztoky o obsahu 0,2 až 20 mg N/l tak, aby co nejlépe pokrývaly logaritmickou stupnici koncentrací. Kalibrační rozsah odpovídá obsahu dusíku v půdě v mezích 1 až 100 mg N/kg. Pipetovaná množství pracovního roztoku se doplňují ve zvolených odměrných baňkách opět 1%-ním roztokem K_2SO_4 a minimálně pro 5 kalibračních roztoků se změří EMN. Pro změřené EMN ve výluhu půdy se odečte koncentrace c (mg/l) a obsah dusíku v 1 kg půdy se vypočte podle

$$\text{mg N/kg půdy} = 5 \cdot c$$

Výsledek se udává v mg N na 1 kg půdy s přesností ± 2 mg/kg.

Poznámka:

Selektivita ISE není dostatečná pro vyšší obsah chloridů a hydrogenuhličitanů ve výluhu půdy. Dává-li 1 ml výluhu zřetelný zákal nebo sraženinu s 1 ml 0,1 mol/l $AgNO_3$, přidáváme k výluhu pevný Ag_2SO_4 , dokud se tvoří sraženina $AgCl$ (sraženinu není nutné před měřením odfiltrovat). Pokud bylo výměnné pH větší než 7,2 přidáme do výluhu před měřením 1 kapku H_2SO_4 (1:1).

6. Obsah organických látek (humusu)

Stanovení organických látek je založeno na totální oxidaci směsí oxidací směsí kyseliny sírové a chromové (analogie CHSK). Organická složka půdy je mimořádně významná pro produkci kulturních plodin, její obsah by měl být minimálně 2,5%, podstatná je ovšem její kvalita. V přírodně vyrovnaných půdách obsah organické hmoty koreluje s obsahem humusu. Organická složka půdy podstatně ovlivňuje výsledky (recovery) stanovení jednotlivých organických komponent. např. i reziduí pesticidů. Proto je stanovení OL mimořádně významné. Provádí se z jemnozemmě II.

Postup:

0,2 g jemnozemmě II se naváží do titrační baňky 100 ml. Z byrety nebo automatické pipety se přidá přesně 10 ml oxidačního agens a obsah se promíchá tak, aby půda neulpěla na stěnách. Současně se do 3 titračních baněk odměří po 10 ml oxidačního agens na slepý pokus. Baňky se přikryjí hodinovým sklem a současně se vloží do sušárny vyhřáté na 125 °C na dobu 45 minut (přesně). Po vyjmutí ze sušárny se baňky nechají vychládnout 10 min. a obsah se titruje odměrným roztokem síranu železnatoamonného na ferrouin výsledné zbarvení je červeno (zeleno) hnědé, nutno předem testovat. Nutno je okyselit i vzorek. Přesná koncentrace odměrného činidla se určí titrací 20 ml standardního roztoku dichromanu okyseleného 2,5 ml konc. H_2SO_4 odměrným činidlem.

Výpočet:

Obsah organického uhlíku (%) se vypočte podle vztahu

$$c_{ox} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 10 \cdot c \cdot 0,03}{n}$$

a obsah humusu jako % humusu = $C_{ox} \cdot 1,724$, kde

V_1 je průměr spotřeb odm. činidla na slepé pokusy, V_2 je spotřeba na titraci vzorku (ml), c je přesná koncentrace odm. činidla. Faktor 0,03 odpovídá předpokladu, že 1 ml standardního roztoku dichromanu odpovídá 0,3 mg organického uhlíku, n je navážka vzorku v g.

Výsledky se udávají s přesností 0,01%

Poznámky:

1. spotřeba oxidačního agens vyjádřena rozdílem $V_1 - V_2$ musí být v mezích 1 – 15 ml, jinak se musí volit vhodnější navážka.
2. Přesná koncentrace odm. činidla se kontroluje denně.
3. Reprodukovatelnost je závislá na přesném dodržení teploty (125 °C) a doby (45 min.) oxidace.
4. Ruší přítomnost anorganických oxidovatelných komponent v půdě, vyžaduje nezávislé stanovení (Fe^{2+} , S^{2-} , i mnoho Cl).