

## 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.

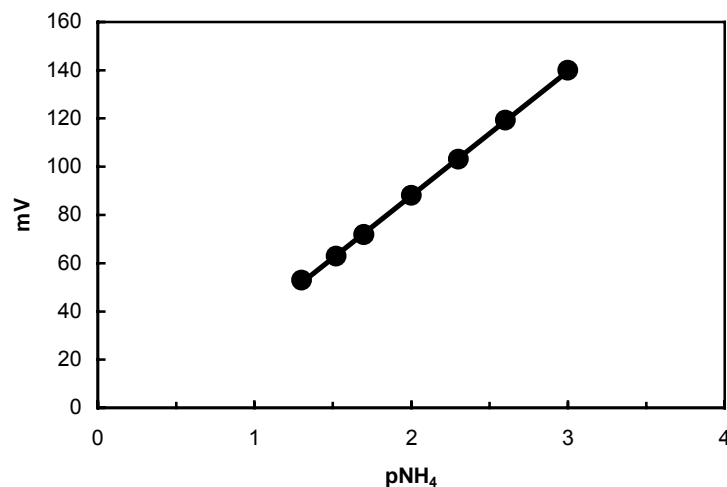
- Stanovíme množství amonných iontů v Extraktu 2 (analýza pomocí amoniakální ISE) a vypočteme CEC stejně jako ve variantě 1. Extrakt analyzujeme ihned po extrakci. Pokud to není možné, uchovááme ho ve zmrazeném stavu.

### Stanovení amonných iontů pomocí ISE

- Přístroj zapneme nejméně 30 minut před prvním měřením
- Ze zásobního roztoku  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (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 ( $\text{pNH}_4$ ). 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,  $\text{KNO}_3$  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 zfiltrvat.
- 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.