

Cvičení z Hydropedologie (V) a Pedologie (Z)

Laboratorní cvičení č. 3

Stanovení aktivní a výměnné půdní reakce (pH) (1,2), konduktivity půdního výluhu (3) a obsahu organické hmoty v půdě (4).

Úkoly:

- stanovte aktivní a výměnnou půdní reakci pro Vámi přinesený půdní vzorek, klasifikujte půdu dle půdní reakce
- stanovte salinitu půdy (konduktivitu) pro Vámi přinesený půdní vzorek pomocí konduktoměru
- stanovte obsah uhličitánů v půdním vzorku pomocí Jankova vápnoměru
- stanovte obsah organického uhlíku v půdě, vypočítejte obsah organické hmoty a označte půdu dle procentuálního zastoupení organické hmoty

Půdní reakce vyjadřuje aktivitu hydroxoniových iontů v půdním výluhu a míru kyselosti či zásaditosti půd.

Aktivní reakce půdy vyjadřuje okamžitý stav volných vodíkových iontů v půdním roztoku.

Výměnná reakce půdy je charakterizována změnou pH způsobenou vodíkovými ionty, vytěsněnými z organominerálního sorpčního komplexu roztokem neutrální draselné sody.

Konduktivita půdního roztoku vyjadřuje vodivost půdního výluhu. Konduktivita půdního výluhu se mění s množstvím soli obsažené v půdě.

Uhličitany představují významnou složku minerálního podílu půdy. V půdě se vyskytují převážně ve formě uhličitanu vápenatého (CaCO_3). Ostatní formy jsou zastoupeny pouze sporadicky. Uhličitany v půdě mají významný vliv při nasycování sorpčního komplexu, dále disponují výraznou tlumící schopností. Přítomnost uhličitánů silně ovlivňuje ostatní půdní vlastnosti.

Obsah organického uhlíku (TOC), vyjadřuje hmotnostní podíl veškerého organického uhlíku k hmotnosti vzorku v procentech. Nepřímo je možné odhadnout z OC také obsah humusu (organické hmoty) v půdě.

výklad teorie a přehled použitých metod naleznete v přednáškách on-line: *Půdní chemie* (Hydropedologie nebo Pedologie) na webu K143

Příprava vzorků

Budete pracovat s dodanou půdou. Nejprve připravíme půdní vzorky pro všechny úlohy. Nesušený půdní vzorek (cca 100 g) rozdružíme třením (nikoliv tlučením!!!) v třecí misce, stejným způsobem jako při přípravě jemnozeme během prvního cvičení. Získaný materiál umístíme na síto 2 mm nad záchytnou miskou a třepáním oddělíme částice nad 2 mm (půdní skelet) a pod 2 mm (jemnozeme). Ze záchytné misky přesypeme jemnozeme do keramické misky. Hmotnostní vlhkost w získáte dokončením měření z prvního cvičení dle následujícího vztahu:

$$w = \frac{m_w}{m_{suš}} \quad \text{kde } m_w = \text{hmotnost před sušením} - \text{hmotnost po sušení}$$

Sušenou půdu neupravujeme. Pro úlohy si připravíme následující vzorky, sušené na vzduchu:

PV1 - 20 g sušené jemnozeme pro stanovení aktivního pH. Navážíme, spočítáme hmotnost sušiny $m_{suš_pH} = \frac{j}{w+1}$ (g), Jemnozeme přelijeme deionizovanou vodou, tak aby výsledné množství vody odpovídalo poměru 5 (ml vody): 2 (g sušiny). Je třeba také uvažovat vodu obsaženou v půdě. Přidejte tedy následující množství vody:

$$V_{pH} = \frac{5}{2} \cdot m_{suš_pH} - w \cdot m_{suš_pH}$$

Po přelití vodou důkladně zamícháme a necháme odstát cca 1 hodinu.

PV2 - 20 g sušené jemnozeme pro výměnné půdní reakce (pH/KCl). Stejný postup jako u předchozího, místo neionizované vody se přilévá odpovídající objem roztoku KCl. Důkladně zamícháme a necháme odstát cca 2 hodiny.

PV3 - 20 g sušené půdy pro měření konduktivity půdního výluhu. Půdu navážíme a zalijeme 100 ml deionizované vody. Půdní suspenzi důkladně promícháme a necháme odstát.

PV4 – 20 g jemnozeme pro měření obsahu uhličitánů.

PV5 – 0.3 g sušené půdy pro měření organického uhlíku. Na analytických vahách připravíme vzorek 0.3 g půdy navážením do křemenné lodičky. Zapišeme přesnou hmotnost navážky j_{TOC} v mg.

1. Stanovení aktivní půdní reakce (pH)

pH = pondus hydrogenii (vodíkový exponent); potential of hydrogen – vyjadřuje míru kyselosti či zásaditosti vodného roztoku. pH půdního roztoku je klíčová chemická vlastnost půdy, která je určující pro procesy zvětrávání, významně ovlivňuje sorpci iontů transport iontů (např. těžkých kovů). V zemědělství je půdní pH určující pro výběr plodin.

princip metody: aktivní půdní reakce závisí na aktivitě volných vodíkových iontů ve vodním roztoku

pomůcky: vzorek PV1, kádinka 100 ml, skleněná tyčinka, deionizovaná voda, pH metr, kombinovaná pH elektroda, laboratorní váhy

pracovní postup:

Aktivní půdní reakci vzorku PV1 změříme pomocí kombinované pH elektrody. Kádinku s půdní suspenzí umístíme pod stojanový držák s pH kombinovanou elektrodou a míchadlem. Elektrodu opláchneme deionizovanou vodou a spolu s míchadlem ponoříme OPATRNĚ do kádinky. Za stálého míchání změříme hodnotu pH. Elektroda je napojena k pH metru (stručný návod k obsluze viz. příloha 1).

Pokyny pro práci s elektrodou:

- diafragma elektrody musí být ponořena v měřeném roztoku
- při změně měřeného roztoku opláchněte elektrodu

- *neodírat elektrodu o stěny kádinky*
- *po měření vložit elektrodu do uchovávacího roztoku, elektroda NIKDY nesmí oschnout!*

2. Stanovení výměnné půdní reakce (pH/KCl)

princip metody: je založen na vytěšňování vodíkových iontů roztokem neutrální draselné soli

pomůcky: vzorek PV2, kádinka 100 ml, skleněná tyčinka, roztok chloridu draselného, pH metr, kombinovaná pH elektroda, laboratorní váhy, vodný roztok KCl o koncentraci 75 g/l KCl.

pracovní postup: pro stanovení výměnné půdní reakce suspenze PV2 využijeme stejný přístroj a kombinovanou elektrodu jako pro měření aktivní půdní reakce.

3. Stanovení konduktivity půdního výluhu

princip metody: vodivost půdy závisí na množství solí v půdě přítomných. V oblastech s vysokou vlhkostí je koncentrace solí v půdě nižší, naopak v aridních oblastech koncentrace stoupá. Vodivost se stanovuje na základě množství elektrického napětí prošlého skrz kondukční celou o známých rozměrech a konfiguraci.

potřeby: vzorek PV3 kádinka 200 ml, skleněná tyčinka, půdní vzorek, deionizovaná voda, odstředivka, pipeta

pracovní postup:

Suspenzi PV3 přelijeme do zkumavky k odstředění. Zkumavku umístíme do odstředivky. Odstředíme 10 min při 4200 RPM. Po odstředění zkumavku opatrně vyjmeme a pipetou odpipetujeme čirý výluh do připravené kádinky. Elektrodu vložíme opatrně do kádinky, stiskneme na přístroji tlačítko MEASURE a změříme hodnotu vodivosti.

4. Stanovení obsahu uhličitánů v půdě pomocí Jankova vápnoměru

princip metody: uhličitany se v půdě rozkládají pomocí kyseliny chlorovodíkové, ze které se následně uvolňuje oxid uhličitý. Množství oxidu uhličitého se stanoví volumetricky pomocí Jankova vápnoměru. Výsledek stanovení se uvádí v procentech CaCO_3 .

pomůcky: vzorek PV4, Jankův vápnoměr, nízká kádinka na HCl, kádinka na odvážení půdního vzorku, váhy, kyselina chlorovodíková 10% (HCl), ochranné pomůcky!!!

pracovní postup: před samotným měřením si připravíme půdní vzorek. Půdu prosijeme sítem 2 mm, a odvážíme si 20 g jemnozeme (PV4). Odváženou jemnozeme vložíme do vyvíjecí nádoby (při předpokládaném obsahu uhličitánů více než 5 % navážku adekvátně snížíme).

Do vratné nádoby nalijeme 10 % roztok HCl až po vyznačenou rysku (POZOR při práci s kyselinou vždy používáme ochranné pomůcky). Vratnou nádobku opatrně vložíme do vyvíjecí nádoby a utěsníme.

Volumetrická trubice vápnoměru naplněná kapalinou se spojí otočením kohoutu s vnější atmosférou a pomocí vyrovnávací nádoby se vyrovná hladina kapaliny v obou ramenech

vápnoměru na počátek stupnice. Po vyrovnání hladiny kohout otočíme do polohy spojující přívodní trubku s nasazenou hadičkou od vyvíjecí nádoby s vápnoměrem.

Nakloněním vyvíjecí nádoby vylijeme kyselinu z vratné nádoby na zeminu. Krouživým pohybem se napomáhá rozkladu uhličitánů v navážce zeminy. Vyvíjecí nádobka se drží za hrdlo a současně se přidržuje zátka v hrdle, aby se zabránilo jejímu případnému uvolnění. Volnou rukou se případně potřeby uvolňuje tlačka na hadičce spojující vápnoměr s vyrovnávací nádobkou, aby se snížila hladina kapaliny v otevřené trubici vápnoměru. Jestliže se po 2 – 3 minutách třepání hladina nemění, odečte se na vápnoměru přímo obsah CaCO_3 v procentech (POZOR platí pouze pro navážku 20 g, pokud bylo použito menší množství je potřeba naměřený výsledek adekvátně zvětšit).

5. Stanovení celkového organického uhlíku (TOC)

Stanovení bude provedeno dle normy ČSN EN 13137, metodou B. Postup spočívá v přípravě vzorku, měření aktuální vlhkosti vzorku, spálení anorganického uhlíku kyselinou chlorovodíkovou a určení organického uhlíku TOC analyzátozem.

princip metody: ze vzorku jsou nejprve odstraněny uhličitany okyselením vzorku. Zahřátí vzorku na teplotu 900 - 1200 v proudu čistého kyslíku dojde k oxidaci veškerého uhlíku ve vzorku. Vzniklý oxid uhličitý se stanoví infračervenou spektrometrií. Z množství uvolněného CO_2 se usuzuje na množství veškerého uhlíku uvolněného oxidací.

pomůcky: vzorek PV5, analytická váha, TOC analyzátor (Analytik Jena C series), křemenná lodička, pinzeta, kyselina chlorovodíková, sušárna

pracovní postup:

Půdu na křemenné lodičce (vzorek PV4) okyselíte co nejmenším množstvím kyseliny chlorovodíkové tak, aby kyselina pronikla do celého objemu vzorku. S křemennou lodičkou manipulujte pomocí pinzety. Okyselený vzorek přemístěte do sušárny nastavené na 40 °C a ponechte 1 hodinu sušit.

Vypočtete si hmotnost půdy přepočtenou na sušinu viz. cvič. 1 (pomocí vlhkosti w).

$$s = \frac{J_{\text{TOC}}}{w + 1} \text{ (g)}$$

Křemennou lodičku vyjměte ze sušárny. V ovládacím software TOC analyzátoru zadejte hmotnost vzorku přepočítanou na sušinu v mg. Zatím nevkládejte vzorek do spalovacího prostoru! Spusťte měření, přístroj bude nejprve kalibrovat nulovou hodnotu infračerveného detektoru. Poté budete vyzváni ke spuštění integrace a vložení vzorku. Stiskněte OK a poté opatrně vložte vzorek do spalovacího prostoru. Na monitoru se bude vykreslovat průběh koncentrace CO_2 v čase, po odeznění peaku (po vyhoření uhlíku) software vyhodnotí plochu pod peakem a vypočítá procentuelní zastoupení uhlíku TOC.

Odhad množství organické hmoty zjistíte podle následujícího vztahu: $H = \text{TOC} \cdot 1,724 \text{ (\%)}$

Poděkování

Toto laboratorní cvičení vzniklo za finanční podpory projektů Fondu rozvoje vysokých škol č. 1945 „Laboratoř pro studium transportních procesů v půdním prostředí“ (řešitelé prof. Ing. Milena Císlarová CSc., Ing. Michal Sněhota Ph.D. a Martin Šanda Ph.D.) a č. 2400 „Inovace laboratorních úloh z půdní chemie“ (řešitel Ing. Martina Sobotková).

Aktualizace návodu k laboratornímu cvičení vznikla za finanční podpory projektu „Podpora distančního vzdělávání v laboratořích: vybavení pro tvorbu a přenos obsahu“ v rámci Nové vnitřní soutěže 2021 Fakulty stavební ČVUT.“