

# PRINCÍPY CHEMICKÝCH ROZBOROV PÔDNYCH VZORIEK Z POĽNOHOSPODÁRSKÝCH POZEMKOV (PP) A Z LESNÝCH POZEMKOV (LP)

## 1. Základné agrochemické parametre

### a) pôdna reakcia a jej formy

Medzi vylúhovacím roztokom a pôdou nastane rovnováha medzi iónmi vodíka v roztoku a iónmi vodíka viazanými v sorpčnom komplexe pôdy. Aktivita iónov sa stanovuje potenciometricky

- aktuálna forma vo vodnom výluhu,
- potenciálna forma vo výluhu neutrálnej soli (najčastejšie je to roztok chloridu draselného alebo chloridu vápenatého).

### b) stanovenie podielu výmennej acidity v sorpčnom komplexe (pp)

pH tlmivého roztoku pridaného do pôdnej suspenzie sa zmení pod vplyvom uvoľnených hydroxóniových iónov. Závislosť je v bežnom rozsahu pôdnych vzoriek lineárna a zmena pH suspenzie po pridaní tlmivého roztoku sa vyjadří ako množstvo uvoľnených hydroxóniových iónov zo sorpčného komplexu pôdy.

### c) stanovenie obsahu prijateľných živín

Obsahy prístupných (rastlinami prijateľných) živín sa stanovujú vo vhodne zvolených extraktoch. Najčastejšie používané sú extrakčné roztoky podľa Mehlicha II (lp), Mehlicha III(pp), Berger – Truoga, Barona a Lindsay – Norvella.

#### *Extrakčný roztok MEHLICH II (lp)*

Metóda je stanovená predovšetkým pre kyslé až neutrálne pôdy. V extrakte sa stanovuje fosfor, draslík, vápnik, horčík, je možné stanoviť aj sodík.

#### *Extrakčný roztok MEHLICH III(pp)*

Tento extrakčný roztok dobre modeluje prístupnosť živín v pôde pre rastliny. V extrakte sa stanovuje fosfor, draslík, vápnik, horčík, je možné stanoviť aj sodík, meď, mangán, zinok, hliník, bór a železo.

Koncentrácia horčíka a vápnika v extrakte sa stanovuje metódou atómovej absorpčnej spektrometrie po odstránení rušivých vplyvov prídavkom lantánu. Koncentrácia draslíka sa stanovuje metódou plameňovej fotometrie alebo atómovej emisnej spektrometrie a koncentrácia fosforu sa stanovuje spektrofotometricky po reakcii s molybdénanom amónnym v kyslom prostredí ako molybdénová modrá. Síru, horčík, vápnik, draslík a fosfor možno stanoviť aj metódou optickej emisnej spektrometrie v indukčne viazanej plazme. Vo všetkých prípadoch sa na vyhodnotenie využíva metóda kalibračnej krivky.

### d) stanovenie obsahu uhličitanov (pp)

Uhličitan v pôde sa rozkladajú kyselinou chlorovodíkovou. Objem uvoľneného oxidu uhličitého je úmerný obsahu uhličitanov vo vzorke.

### e) stanovenie obsahu oxidovateľného uhlíka

Organický uhlík v pôde sa spravidla detekuje infračervenou spektroskopiou ako oxid uhličitý uvoľnený spálením vzorky. Pri vzorke s prítomnosťou karbonátov sa od hodnoty stanoveného celkového uhlíka odpočíta anorganický uhlík na základe zmeranej hodnoty ekvivalentu karbonátov.

#### **f) stanovenie obsahu celkového dusíka**

Celkový dusík sa stanovuje metódou podľa Kjeldahla alebo je možné stanoviť dusík na jednoúčelových automatických analyzátoroch s tepelnovodivostnou detekciou.

### **2. Stanovenie stopových prvkov**

#### **a) stanovenie medi, zinku, mangánu a železa v extrakte podľa Lindsaya a Norvella**

Uvedený extrakčný postup sa používa na stanovenie medi, zinku, mangánu, železa, olova, kadmia, niklu a chrómu. Mierne alkalická reakcia extrakčného činidla a prítomnosť iónov vápnika obmedzuje rozpúšťanie karbonátov, takže sa zníži aj extrakcia okludovaných mikroelementov, ktoré sú pre rastliny neprístupné.

Jednotlivé prvky sa stanovujú metódou atómovej absorpčnej spektrometrie alebo metódou optickej emisnej spektrometrie v indukčne viazanej plazme metódou kalibračnej krivky.

#### **b) stanovenie bóru a molybdénu – extrakcia pôdy vodou za varu (podľa Bergera a Truoga)**

V extrakte vodou za varu sa stanovuje predovšetkým bór a molybdén pre výbornú koreláciu s príjmom týchto prvkov rastlinami.

Vzorka pôdy sa extrahuje vodou počas varu. V extrakte sa dané prvky stanovia spektrofotometrickou metódou. Bór je možno stanoviť aj metódou optickej emisnej spektrometrie v indukčne viazanej plazme.

#### **c) stanovenie prístupných mikroelementov extrakciou podľa Barona**

Metóda je stanovená predovšetkým pre kyslé až neutrálne pôdy. V extrakte sa stanovuje železo, zinok, mangán, meď, vápnik, horčík, ťažké kovy, napríklad kadmium, olovo, ortuť, chróm, nikel.

### **3. Stanovenie celkového obsahu vybraných prvkov a cudzorodých látok**

Rozklad vzoriek sa robí dvomi základnými postupmi, a to metódou kyselinovej mineralizácie a metódou tlakovej mineralizácie s mikrovlnným ohrevom.

V extraktoch a mineralizátoroch sa jednotlivé elementy stanovujú vhodne zvolenými validovanými analytickými postupmi. Kritériom pre voľbu je vhodnosť použitia metodiky pre daný prvok a jeho detekčný limit.

Odporúčanými metódami sú najmä plameňová atómová absorpčná spektrometria, atómová absorpčná spektrometria s hydridovou technikou, atómová absorpčná spektrometria s elektrotermickou atomizáciou a atómová emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou.

#### **a) stanovenie obsahu rizikových prvkov v extrakte lúčavky kráľovskej za horúca**

Upravená vzorka pôdy sa extrahuje zmesou kyseliny chlorovodíkovej a kyseliny dusičnej počas varu. Obsahy jednotlivých prvkov v extrakte sa stanovujú najvhodnejšou metódou optickej emisnej spektrometrie alebo hmotnostnej spektrometrie v indukčne viazanej plazme. Možno využiť aj atómovú absorpčnú spektrometriu s atomizáciou v plameni alebo elektrotermickú alebo hydridovú metódu.

Postup je stanovený pre vzorky minerálnych a organických pôd nielen pre rizikové prvky. Metódou je možné stanoviť tieto prvky: Li, Be, Na, Mg, Al, P, K, Ca, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Sr, Mo, Cd, Sn, Sb, Ba, Pb, Bi a ďalšie.

#### **b) stanovenie ortuťi**

Celkový obsah ortuťi je vhodné stanovovať metódou studených pár po predchádzajúcej mineralizácii zmesou kyselín v Klainovom systéme alebo na jednocelovom automatickom ortuťovom analyzátore so spektrometrickou detekciou.

#### **c) stanovenie polycyklických aromatických uhl'ovodíkov (PAH) (pp)**

Pôda sa extrahuje vhodným organickým rozpúšťadlom (acetón, toulén, zmes hexánu a acetónu, dichlórmetán, chloroform). Obsah jednotlivých PAH v extrakte sa stanovuje metódou vysoko účinnej kvapalinovej chromatografie s fluorescenčným detektorom alebo plynovou chromatografiou s hmotnostným detektorom.

#### **d) stanovenie obsahu adsorbovatel'ného, organicky viazaného chlóru (AOCl) (pp)**

Zlúčeniny s organicky viazaným chlórom sa adsorbujú na aktívne uhlie. Po termickom rozklade sa ich obsah stanovuje mikrocoulometrickou titráciou.

#### **e) stanovenie chlórovaných uhl'ovodíkov, polychlórovaných bifenylov (PCB), perzistentných organochlórovaných pesticídov, polychlórovaných dibenzodioxínov (PCDD) a polychlórovaných dibenzofuránov (PCDF) (pp)**

Pôda sa extrahuje vhodným organickým rozpúšťadlom (zmes hexánu a acetónu). Extrakt vzorky sa prečistí extrakciou kvapalina – kvapalina alebo stĺpcovou chromatografiou cez silikagelovú náplň a následne sa analyzuje metódou plynovej chromatografie hmotnostným detektorom alebo s detektorom elektrónového záchytu.

#### **f) stanovenie triazínových zlúčenín (rezíduá pesticídov) – atrazín, terbutryn, prometryn, simazín, desmetrín, terbutylazín, metamidron**

Triazínové zlúčeniny sa extrahujú z pôdy vhodným rozpúšťadlom (chloroform) a po následnom prečistení extraktu vzorky cez síran sodný sa identifikuje ich prítomnosť vo vzorke alebo sa stanovuje ich obsah pomocou vysokoúčinnej kvapalinovej alebo plynovej chromatografie.