	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – Analýza půd 30994.1– Hustotní frakcionace půdní organické hmoty na lehkou a těžkou frakci	Vydání	1
		Revize	0

HUSTOTNÍ FRAKCIONACE PŮDNÍ ORGANICKÉ HMOTY NA LEHKOU A TĚŽKOU FRAKCI

1 Účel a rozsah

Uvedený postup se používá pro fyzikální, jmenovitě hustotní separaci lehké a těžké frakce půdní organické hmoty roztokem polywolframnanu sodného (SPT, Sodium Polytungstate) za laboratorních podmínek. Postup byl ověřen pro minerální půdy.

2 Princip

Půdní vzorek se třepe s roztokem polywolframnanu sodného (hustota = 1,850 g/cm³), centrifuguje se, nechá se stát a plovoucí lehká frakce se přemístí na filtr (0,7 μm), kde se promyje vodou a vysuší. Těžká frakce na dně zkumavky se promyje vodou a vysuší. Následně se jak v lehké frakci, tak v těžké frakci stanoví obsah organického uhlíku (TOC).

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Polywolframnan sodný, 3Na₂WO₄·9WO₃·3H₂O (hustota = 1,850 g/cm³).

Příprava: Na přípravu 348 ml (12 zkumavek) se rozpustí 365,8 g polywolframnanu sodného v 285,1 ml vody (2). Podle potřeby se dále přidává voda (2) či polywolframnan sodný, dokud se nedosáhne hustoty roztoku 1,850 g/cm³.


- 2 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

Poznámky

- 1 *Výrobce polywolframnanu sodného: TC-Tungsten Compounds GmbH, Německo; kat. č. SPT0*

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Horizontální třepačka (180 kmitů/min).
- 2 Centrifuga s rotorem pro zkumavky (6).
- 3 Hustoměr (rozpětí 1,800 – 1,900 g/cm³).
- 4 Horkovzdušná sušárna.
- 5 Sestava pro membránovou filtraci: nálevka pro membránovou filtraci (pro filtry o průměru 50 mm) opatřená víčkem a hadičkou pro odsávání, odsávací baňka, membránová vývěva.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – Analýza půd 30994.1– Hustotní frakcionace půdní organické hmoty na lehkou a těžkou frakci	Vydání	1
		Revize	0

- 6 Zkumavky centrifugační, 50 ml, s víčkem.
- 7 Membránové filtry ze skleněných vláken, průměr 50 mm, velikost pórů 0,7 µm.
- 8 Petriho misky.
- 9 Odměrný válec pro měření hustoty SPT.
- 10 Nerezové síto s průměrem oka 0,25 mm.

5 Postup

Do předem zvážené centrifugační zkumavky se ve dvou opakováních naváží 10 g suché a proseté (\varnothing 2 mm) půdy. Ke vzorku se přidá 25 ml roztoku SPT (1) a vzniklá suspenze se třepe 30 min na třepačce při laboratorní teplotě a při frekvenci 180 kmitů/min. Poté se suspenze centrifuguje 30 min při 1500 g. Materiál ulpělý na víčku a stěnách zkumavky se spláchne 4 × 1 ml roztoku SPT zpět do zkumavky, hrdlo zkumavky se otře buničitou vatou, zkumavka se uzavře a nechá stát 24 h. Plovoucí lehká frakce se opatrně sešbírá lžičkou na zvážený membránový filtr, supernatant se rovněž opatrně slije na filtr a následně se lehká frakce promyje 100 ml vody (2). Prošlý filtrát (tj. SPT) se sbírá za účelem recyklace. Sediment na dně zkumavky (těžká frakce) se resuspenduje v 25 ml vody (2) a centrifuguje 3 min při 2000 g. Supernatant se vylije a sediment se opět resuspenduje, tento proces se opakuje celkem 4 ×. Následně se těžká frakce a lehká frakce společně s membránovým filtrem suší v sušárně 24 h při 60 °C a zváží se. Těžká frakce se lžičkou vyškrabe ze zkumavky, poté se podrtí nebo pomele, a následně proseje přes síto (\varnothing 0,25 mm). Lehká frakce se jen opatrně seškrábne do zvážené porcelánové lodičky. U obou frakcí se metodou suchého spalování při 1100 °C stanoví obsah celkového organického uhlíku (TOC).

Poznámky

- 2 *Hmotnost membránového filtru se po 24 h sušení při teplotě 60 °C nemění.*
- 3 *Pokud při vakuovém odsávání lehké frakce zůstane na stěnách zkumavky ulpělý materiál, použije se plastová špachtle k jejímu mechanickému odstranění.*
- 4 *Při vakuové filtraci dochází poměrně rychle k promáčení membránového filtru, a tím ke ztrátě lehké frakce či její kontaminaci, proto je nutné provést tuto operaci co nejrychleji.*
- 5 *Při použití přečištěného SPT je nutné znát jeho míru znečištění uhlíkem.*

6 Literatura

1. Carter, M. R., Gregorich E. G.: Soil sampling and methods of analysis. 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2008, s. 1224. ISBN 978-0-8493-3586-0.
2. Marriott, E. E., Wander, M. M.: Qualitative and quantitative differences in particulate organic matter fractions in organic and conventional farming systems. Soil Biology and Biochemistry, **2006**, 38, 1527-153