

ELABORAT – PEDOLOŠKI PRAKTIKUM

izv.prof.dr.sc. Vedran Rubinić

Sveučilište u Zagrebu Agronomski fakultet

Zavod za pedologiju

studenj, 2023

A. PLANIRANE ANALIZE I POTREBNA OPREMA, SUĐE I PRIBOR

UVOD

U ovom elaboratu specificira se oprema i metodologija potrebna za laboratorijske analize tla, koje se planiraju izvoditi u pedološkom praktikumu Naručitelja (Poljoprivredno šumarska škola u Vinkovcima). Navedene analize su sljedeće:

- pH (u H₂O i KCl)
- organski ugljik (sadržaj humusa)
- hidrolitička kiselost
- ukupni sadržaj karbonata (CaCO₃)
- sadržaj pristupačnog oblika fosfora
- sadržaj aktivnog vapna
- tekstura (mehanički sastav tla)
- higroskopicitet

Sve navedene analize uključuju i prethodni postupak pripreme uzorka tla (sušenje, usitnjavanje, prosijavanje). Za sve navedene analize, kao i za ključnu prateću opremu i pribor, u ovom dokumentu se daju potrebni popisi, opisi i upute s referencama.

Ključna oprema, odnosno uređaji koji su potrebni za analize koje se u pedološkom praktikumu Naručitelja predviđaju izvoditi, su sljedeći:

- Mlin za mljevenje uzoraka tla
- Sušionik (termostat)
- pH metar
- UV-VIS spektrofotometar
- Električna ploča za zagrijavanje
- Laboratorijske vage (0,01 g i 0,0001 g)
- Rotacijska mućkalica i/ili treskalica
- Magnetska miješalica

Pored navedenih uređaja, podrazumijeva se i temeljna laboratorijska infrastruktura (odgovarajuće prostorije i namještaj, grijanje i klimatizacija, dovod vode i postojanje nužnih sanitarija, digestor, destilator vode, stabilna i razvedena opskrba električnom energijom, informatička oprema s potrebnom periferijom, itd.) te suđe i pribor, koji su potrebni za provođenje planiranih poslova i postupaka.

Suđe i pribor (s okvirnim količinama), potrebni za provođenje analiza planiranih u pedološkom praktikumu Naručitelja, uključuje (pritom ne isključujući eventualno navedeno) sljedeće:

- Špric boce 1000 mL – 10 kom
- Tučci i tarionici – 5 kom
- Erlenmeyerove tikvice 250 mL – 60 kom
- Erlenmeyerove tikvice 100 mL – 60 kom
- Odmjerne tikvice 100 mL – 140 kom
- Odmjerne tikvice 50 mL – 50 kom
- Odmjerne tikvice 250 mL – 10 kom
- Odmjerne tikvice 500 mL – 10 kom
- Odmjerne tikvice 1000 mL – 10 kom
- Odmjerne tikvice 2000 mL – 5 kom
- Odmjerne tikvice 5000 mL – 2 kom
- Menzure 1 ml – 2 kom
- Menzure 10 ml – 4 kom
- Menzure 100 ml – 5 kom
- Menzura 1000 ml – 2 kom
- Stakleni štapići - 20 kom
- Automatska pipeta 1-10 mL – 2 kom
- Automatska pipeta 0.1-1 mL – 2 kom
- Automatska bireta – 5 kom
- Staklene posude s brušenim rubom – 20 kom
- Stakleni lijevci - 60 kom
- Plastični lijevci - 60 kom
- Pladnjevi termootporne – 5 kom
- Plastični podlošci za sušenje uzoraka – 30 kom
- Stalaže (s više polica) za sušenje uzoraka na pladnjevima – 3 kom
- Sito za prosijavanje uzoraka 2 mm – 2 kom
- Sito za prosijavanje uzoraka promjera 0,063 mm – 2 kom
- Sito za prosijavanje uzoraka promjera 0,212 mm – 2 kom
- Plastična zdjela/lijevak za sito – 2 kom
- Scheiblerov kalcimetar – 2 kom
- Staklene epruvete za Scheiblerov kalcimetar – 10 kom
- Staklene boce za Scheiblerov kalcimetar – 10 kom
- Stalak za elektrodu – 1 kom
- Titrator – 2 kom
- Boce za izmućkavanje plastične 250 mL – 60 komada
- Boce za izmućkavanje plastične 500 mL – 60 komada
- Vakum eksikator – 2 kom

- Cilindar za sedimentaciju s oznakom od 1000 mL – 25 kom
- Porculanske zdjelice 50 mL – 50 kom
- Porculanski lončići 20 mL – 50 kom
- Trbušasta pipeta (za teksturu spec.) 10 mL – 2 kom
- Štoperica – 2 kom
- Termometar – 2 kom
- Laboratorijske čaše 100 mL – 70 komada
- Laboratorijske čaše 250 mL – 30 komada
- Laboratorijske čaše 500 mL – 15 komada
- Laboratorijske čaše 1000 mL – 3 komada
- Hvataljka za lončice – 2 kom
- Metalna hvataljka (pinceta) – 2 kom
- Dispenseri (za boce ili birete) – 6 kom
- Filtar papiri (plava vrpca, bijela vrpca) – potrošni materijal, po potrebi
- Papirnate vrećice za pohranjivanje uzoraka tla – potrošni materijal, po potrebi
- PVC kutijice za pohranjivanje uzoraka tla – potrošni materijal, po potrebi

Napominje se da gornji popis (kao i u njemu navedene količine) nije konačan, odnosno da će stvarne potrebe i količine pojedinih stavki ovisiti, između ostaloga, i o obujmu posla (broju analiziranih uzoraka u jedinici vremena) u pedološkom praktikumu Naručitelja. Također, za provođenje planiranih analiza, potrebne su i odgovarajuće kemikalije, odnosno reagensi (popis, odnosno priprema kojih je opisana kasnije u elaboratu). Naravno, potrebna je i sva zaštitna oprema (kute, rukavice, maske, obuća...).

U nastavku elaborata, dat će se, u sklopu metodologije za provođenje svake pojedine laboratorijske analize ili postupke, opisi vezani za pripreme potrebnih reagensa, ali i za načine korištenja uređaja, opreme i pratećeg pribora. Također, predložit će se i granične vrijednosti za interpretaciju rezultata dobivenih laboratorijskim analizama. Međutim, prije svega navedenog, prikazat će se temeljne značajke i specifikacije ključne opreme, tj. uređaja potrebnih za provođenje planiranih analiza tla, kao i infrastrukture potrebne za provođenje tih analiza. Također, dat će se i osvrt na pitanja koja treba razmotriti prilikom planiranja troškova vezanih za uspostavu pedološkog praktikuma.

MLIN ZA MLJEVENJE UZORAKA TLA

Električni mlin za mljevenje služi usitnjavanju i homogeniziranju uzoraka tla. On mora biti primjeren za tlo i analize koje se u njemu provode, odnosno mora moći mljeti srednje tvrde materijale. Naime, ovisno o ciljevima istraživanja i vrsti uzorka, postoje različite izvedbe električnih mlinova.

Tako su, na primjer, mlinovi s čeljusnim drobilicama, rotorski i disk mlinovi pogodni za suho usitnjavanje tvrdih predmeta. Osim mehanizma mljevenja, važni kriteriji za izbor odgovarajućeg mlina mogu biti i snaga te brzina/vrijeme mljevenja, mogućnost/jednostavnost čišćenja mlina, propusnost/veličina punjenja mlina, prinos/željena konačna veličina čestica nakon mljevenja, te mogućnost izbora dodatnih opcija (npr. sustava hlađenja uređaja ili sustava usisavanja lebdećih čestica u okolini mlina). Osim navedenog, također bi trebalo uzeti u obzir mogućnosti kasnijih nadogradnji mlina (npr. različitim setovima/sitima za mljevenje) te održavanja (zamjenski dijelovi, cijene, jamstva, itd.).

Materijal ključnih dijelova mlina trebao bi biti od inoxa. Maksimalna masa (volumen) i veličina ulaznih čestica uzorka trebala bi biti što veća, dok bi veličina izlaznih (usitnjenih) čestica trebala biti što manja (prema konkretnim potrebama korisnika). Temeljno sito koje se uz mlin, kao njegov sastavni dio, nabavlja je ono s otvorima 2 mm. Posuda za skupljanje usitnjenog uzorka treba biti dovoljno velika. Ovisno o raspoloživom prostoru, može biti važno obratiti pažnju i na vanjske dimenzije mlina. Također, ako će se mlin premještati, poželjno je nabaviti i stalak s kotačima.



Slika 1. Primjer mlina pogodnog za mljevenje tvrdih materijala te pripadajućeg seta za mljevenja (izvor: <https://www.retsch.com/products/milling/disc-mills/rs-300/>)

SUŠIONIK

Laboratorijski sušionik (temostat, peć) je ključna oprema praktički svakog laboratorija. Koristi se za zagrijavanje (u svrhu temperiranja, sušenja, steriliziranja...) uzoraka pri konstantnoj i uniformno raspoređenoj (unutar čitavog uređaja) temperaturi, a radi na principu konvekcije i radijacije. U pedološkim laboratorijima, sušionik se najčešće koristi za dobivanje apsolutno suhog tla sušenjem na 105 °C do konstantne mase te je nužan za određivanje sadržaja vlage u tlu, odnosno za razne gravimetrijske analize tla.

Neke od temeljnih značajki sušionika, na koje je potrebno obratiti pažnju prilikom njegove nabave, su sljedeće. Uređaj bi morao biti od inoxa, nezahtjevan za čišćenje, te dobro izoliran, kako ne bi zagrijavao radnu okolinu (laboratorij) i uzrokovao povišene troškove za struju. Mora imati precizne (obratiti pažnju na rezoluciju, odnosno na podjelu 1 °C na niže jedinice), brze i jednostavne komande za podešavanje temperature i trajanja sušenja, ali i druge mogućnosti, kao što je mogućnost programiranja. Potrebno je odabrati onaj sušionik koji će, obzirom na svoj temperaturni radni opseg, moći zagrijavati uzorak na temperature potrebne za provođenje planiranih analitičkih metoda. Uređaji s prirodnom konvekcijom topline su manje učinkoviti od onih koji koriste i ugrađene ventilatore. Ako je moguće, dobro je da vrata sušionika budu staklena, kako bi se uzorci mogli vidjeti izvana.

Važno je odabrati odgovarajuću veličinu sušionika (i odgovarajući broj pripadajućih polica), obzirom na planirani obujam posla te dimenzije prostorija u laboratoriju. Ako se planira premještati uređaj unutar laboratorija, svakako treba odabrati model s ugrađenim kotačima. Na kraju, trebalo bi obavezno uzeti u obzir mogućnosti kasnijih nadogradnji sušionika, odnosno nabave eventualne dodatne opreme, te održavanja (kalibracija, servisi, dijelovi, cijene, jamstvo, itd.).



Slika 2. Primjer sušionika pogodnog za pedološki laboratorij - s opcionalnim staklenim vratima i dodatnim perforiranim inox policama (izvor: <https://www.memmert.com/products/heating-drying-ovens/universal-oven/UF750>)

pH-METAR

Uređaj koji se u laboratoriju koristi za elektrokemijsko određivanje reakcije (pH vrijednosti) tla, naziva se pH-metar. Postoje i kombinirani uređaji, koji osim mjerenja pH (potencimetrija), omogućuju i mjerenja električne provodljivosti (konduktometrija) i/ili sadržaja otopljenog kisika te nekih drugih parametara. Uređaji za mjerenje pH najčešće kao senzore koriste staklene elektrode. Takve elektrode mogu biti napravljene s unutarnjom referentnom elektrodom, analitom i vanjskom referentnom elektrodom ili mogu imati ugrađenu referentnu elektrodu - najčešće Ag/AgCl tipa – kada se radi o kombiniranim ion-selektivnim elektrodama.

Preporuča se odabrati stolni (neprenosivi) pH-metar, i to s čim većom preciznošću mjerenja (po mogućnosti, s rezolucijom očitavanja od 0.001). Ako se žele osigurati automatski ispisi ili prijenos rezultata na računalo, treba odabrati modele uređaja koji to omogućuju. Ključno je predvidjeti elektrodu pogodnu za mjerenje uzoraka u suspenziji, i to u rangu pH koji pokriva varijabilnost u ispitivanim uzorcima tla. Ukoliko se očekuje učestalo mjerenje uzoraka s visokim pH (alkalna tla), treba izabrati prikladnu elektrodu, kako bi očitavanja bila točnija. U svakom slučaju, poželjno je da elektroda ima integrirani senzor temperature. Dobro je obratiti pažnju i na minimalni volumen uzorka, koji je propisan za elektrodu. Uz pH metar i elektrodu, može biti potrebno zasebno naručiti spojni kabel i nosač elektrode.

Kao i za sve laboratorijske uređaje, već prilikom planiranja nabave treba imati na umu servisnu podršku, odnosno cijene i dostupnost eventualne dodatne opreme i kasnijeg redovitog i izvanrednog održavanja (kalibracija, servisi, dijelovi, jamstvo).



Slika 3. Primjer pH-metra/konduktometra, kao dvokanalnog uređaja koji omogućuje simultano ili odvojeno mjerenje pH i električne provodljivosti tla (izvor: https://www.mt.com/ph/en/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/pH-meter/pH-meters/pH-meter-sevendirect-sd20-stirrer-kit.html)

UV-VIS SPEKTROFOTOMETAR

UV-Vis spektroskopija temelji se na interakciji između svjetla i tvari. Kada svjetlost prolazi kroz molekulu ili se apsorbira, ona može uzrokovati vibraciju molekule. Valna duljina svjetlosti koju molekula najjače apsorbira naziva se apsorpcijski maksimum. Mjerenjem absorbancije svjetlosti pri različitim valnim duljinama, moguće je stoga identificirati i karakterizirati pojedine molekule.

UV-Vis spektrofotometar sastoji se, u osnovi, od izvora svjetla i monokromatora za odabir željene valne duljine, detektora koji mjeri intenzitet svjetlosti koja prolazi kroz uzorak, te uređaja koji bilježi absorbancu (ili transmisiju) svjetla pri svakoj valnoj duljini. Specifikacije na koje treba obratiti pažnju pri odabiru instrumenta su velikim dijelom vezane za njegove gore istaknute temeljne komponente, tj. odnose se na sljedeće: raspon mjerenja i mogućnost njegovog proširenja (ovisno o planiranim analizama u laboratoriju); eliminaciju zalutalog svjetla (*stray light*); te rezoluciju, točnost, ponovljivost i brzinu mjerenja (skeniranja). Eliminacija zalutalog svjetla bit će efikasnija u skupljim uređajima, koji su zato puno točniji (zalutalo svjetlo jako utječe na linearnost između absorbance i koncentracije). Rezolucija spektrofotometra mora biti dovoljno visoka da instrument može razlikovati „pikove“ absorbancije, odnosno kako izmjerena vrijednost absorbance ne bi bila niža od stvarne. Točnost uređaja ovisi o odstupanju između izmjerene absorbance i standardne vrijednosti, dok je ponovljivost vezana za odstupanje ponovljenih očitavanja istih valnih duljina.

Ako uređaj uzima uzorak iz kivete (umjesto da ga usisava), važni su parametri i materijal (uglavnom kvarc), broj i dimenzije kiveta koje će se uz uređaj nabavljati. Uz spektrofotometar, obično se nabavlja i odgovarajuća periferija (monitor, računalo, pisač...), s kojom se uređaj povezuje putem svojeg softvera. Naravno, uređaj bi svakako trebalo nabavljati od dobavljača koji će osigurati kvalitetnu i stalnu servisnu podršku.



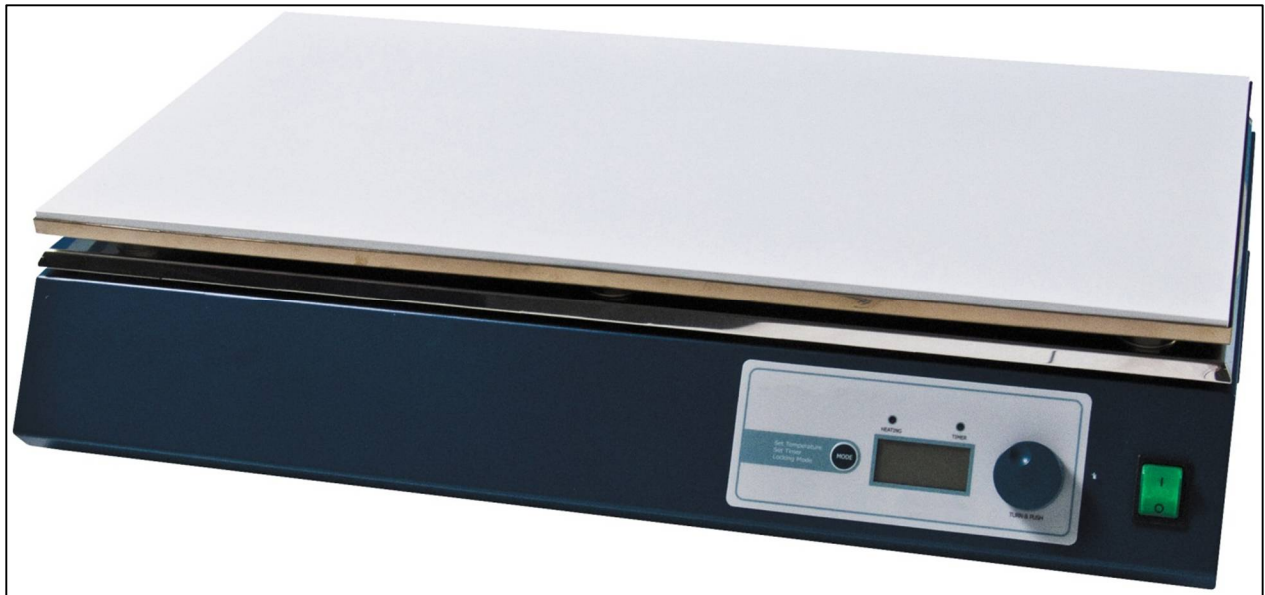
Slika 4. Primjer UV-Vis spektrofotometra s periferijom (izvor: <https://www.shimadzu.com/an/products/molecular-spectroscopy/uv-vis/uv-vis-nir-spectroscopy/uv-2600i-uv-2700i/index.html>)

ELEKTRIČNA PLOČA ZA ZAGRIJAVANJE

Grijača električna ploča je potrebna za zagrijavanje uzoraka (koje se mora osigurati na način da bude što ravnomjernije čitavom površinom uređaja) pri provođenju pojedinih analiza tla (npr. za određivanje sadržaja humusa) ili za pripremu pojedinih otopina ili reagensa u laboratoriju. Obično se smješta unutar digestora, kako bi se smanjio štetni utjecaj para koje se mogu oslobađati iz pojedinih kemikalija njihovim zagrijavanjem.

Ključni kriteriji za odabir grijače ploče su veličina grijače površine (koju treba planirati prema predviđenom broju uzoraka u serijama), maksimalna potrebna temperatura grijanja (koja ovisi o planiranim analizama), rezolucija i točnost pri namještanju temperature (dijelovi jednog °C koje uređaj prepoznaje i kontinuirano održava) te materijal grijače površine i njegova otpornost prema toplini i kemikalijama (poželjno je da se radi o keramici i aluminiju).

Pored navedenog, dobro je obratiti pažnju na postojanje sigurnosnih mehanizama na uređaju, kao i na upravljačku ploču (digitalna ili analogna, s daljinskim upravljačem ili s integriranim kontrolama, s mogućnostima programiranja ili bez njih, itd.). Kao i za sve uređaje, vrijedi preporuka da se nabava provede kod renomiranog proizvođača, koji osigurava stabilnu i kvalitetnu post-prodajnu podršku.



Slika 5. Primjer električne ploče za zagrijavanje s velikom površinom (63x36 cm) te s integriranim kontrolama (izvor: <https://www.witeg.de/en/products/laboratory-equipment/heating/hotplates/hotplates-hlp-digital-big-surface-up-to-3500c>)

LABORATORIJSKE VAGE

Najčešće vrste vaga u pedološkim laboratorijima su analitičke i precizne vage. Prve su one koje su točnije i preciznije te mogu vagati i mase od 0,0001 g ili manje. Takve vage, iako opremljene vlastitim zaštitnim kućištem, bi obavezno morale biti i u zasebnim (temperiranim i mirnim) sobama te na specijalnim stolovima. Precizne vage, s druge strane, obično imaju rezoluciju 0,01 g (ponekad i 0,001 g) te nisu osjetljive poput analitičkih (zbog čega pak ne zahtijevaju zasebne prostorije, često nemaju vlastito zaštitno kućište te se moraju rjeđe kalibrirati). Laboratoriji obično imaju barem jednu analitičku i jednu preciznu vagu (uz dodatne vage za grublje mjerenje mase velikih/inicijalnih uzoraka tla ili skeleta).

Pojedinost koje treba imati na umu u pogledu specifikacija vage tiču se sljedećeg: rezolucija vage (minimalna razlika između dvije izmjerene vrijednosti koja se može očitati na zaslonu), potrebna točnost vage (tj. dopuštena mjerna nesigurnost), minimalna i maksimalna neto težina za vaganje, brzina vaganja (vrijeme smirivanja očitavanja mase) te način kalibracije vage (unutarnja/automatska ili vanjska).

Dodatne specifikacije vage, koje mogu biti od interesa prilikom planiranja nabave, uključuju karakteristike zaslona (dodirni ili ne), mogućnosti povezivanja vage i računala (putem USB-a npr.) i sl. Obzirom na redovitu potrebu umjeravanja, vage je preporučljivo nabavljati od tvrtki koje pružaju i navedenu uslugu za svoje proizvode.



Slika 6. Primjer analitičke (lijevo) i precizne vage (desno) (izvor: <https://www.fishersci.com/shop/products/mettler-toledo-ml-t-precision-balances/p-5186697#?keyword=>)

MUĆKALICA/TRESILICA

Mućkalice ili tresilice služe miješanju (homogeniziranju) uzoraka i/ili smanjenju vremena potrebnog za obavljanje pojedinih analiza, koje bi, kada se ne bi koristili uređaji za miješanje uzoraka, zahtijevale da se uzorak u laboratoriju ostavlja da reagira s reagensom kroz vrlo dugo vrijeme, nerijetko do drugog dana.

Najčešće se koriste rotacijske mućkalice, horizontalne mućkalice („treskalice“) te magnetske mućkalice. Odabir tipa uređaja za miješanje ovisit će o njegovom kapacitetu (odnosno o volumenu pojedinačnih uzoraka i ukupnom broju uzoraka), a potom i o njegovoj snazi i brzini (broju okretaja u minuti), veličini (odnosno raspoloživom prostoru u laboratoriju) te tipu uzoraka koji će se analizirati (odnosno viskoznosti tekućeg medija koji će se mućkati). Dodatno se može obratiti pažnja na jednostavnost upotrebe (značajke upravljačke ploče uređaja) i mogućnosti programiranja rada. Svakako je poželjno da je kućište uređaja izgrađeno od inoksa. Ako je potrebno kontrolirati temperaturu uzorka prilikom miješanja, obavezno treba odabrati uređaj s grijačem i senzorom temperature. U svakom slučaju, uz većinu uređaja, nužno je nabaviti dodatke za držanje epruveta/flaša/boca prilikom rada uređaja.

Magnetske mućkalice su, iako jako tihe i praktične, pogodne prvenstveno za manje serije i volumene, i to slabo viskoznih uzoraka. Rade na način da se u laboratorijsku flašu, u kojoj je tekućina koju treba mućkati, stavi priloženi magnetski štapić te se uključi magnetsko polje, koje će uzrokovati rotaciju štapića u tekućini, odnosno njeno miješanje. Postoje magnetske mućkalice sa i bez grijače ploče.



Slika 7. Primjer magnetske miješalice (izvor: <https://www.mrclab.com>)

Rotacijske mućkalice omogućuju najintenzivnije („najpotpunije“) mućkanje, i to tekućina koje mogu imati i veći volumen te veću viskoznost. Rotacijske mućkalice su, naime, robusni i jaki (te zato nerijetko relativno glasni) uređaji, koji koriste punu rotaciju za miješanje uzoraka (u nekim modelima i pod različitim nagibima, što dodatno pospješuje miješanje). Ako je potrebno miješati velike volumene uzoraka (u bocama), onda su obično velikih dimenzija, što je važno imati na umu prilikom organizacije prostora u laboratoriju.

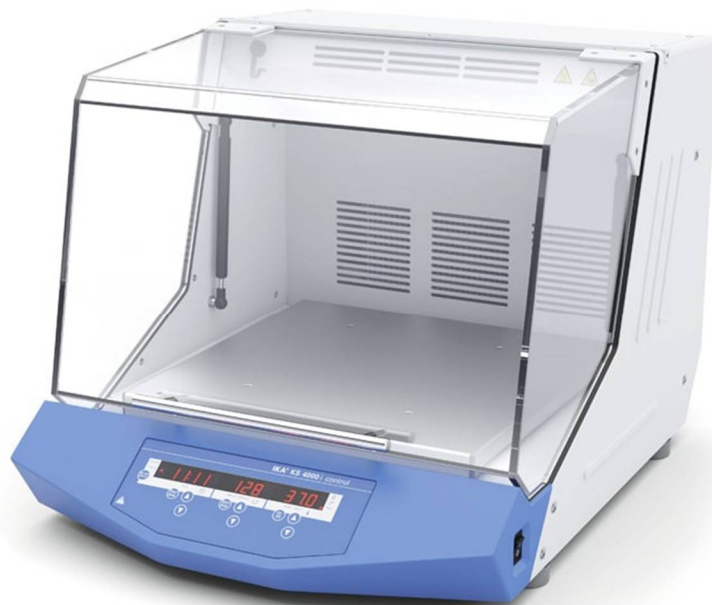
Treskalice se kreću isključivo u horizontalnoj ravnini, a razlikuju se obzirom na tip gibanja ploče na koju se postavljaju uzorci. Tako se npr. recipročne treskalice gibaju samo lijevo/desno tj. naprijed/nazad, dok se orbitalne treskalice gibaju u kružnim pokretima unutar horizontalne ravnine, čime omogućuju bolje miješanje i najzahtjevnijih uzoraka. Ako su treskalice zatvorenog tipa („inkubatorske treskalice“), onda je omogućena i potpuna kontrola temperature pri miješanju uzoraka.



Slika 8. Primjer rotacijske mućkalice većeg kapaciteta (izvor: <http://www.ratek.com.au/products/RM4-Rotary-Mixer.html>)



Slika 9. Primjer treskalice s uključenim dodacima za držanje laboratorijskih flaša (izvor: <https://www.gammascientific.com.my/products/product/51-laboratory-shakers>)



Slika 10. Primjer inkubatorske (zatvorene) treskalice bez uključenih dodataka za držanje laboratorijskih flaša (izvor: <https://www.ika.com/en/Products-LabEq/Shakers-pg179/KS-4000-i-control-3510000/>)

TEMELJNA INFRASTRUKTURA PRAKTIKUMA

Za provođenje planiranih analiza tla, odnosno za smještaj i pravilnu upotrebu uređaja, opreme i pribora, potrebne su odgovarajuće prostorije, instalacije i namještaj. Trebalo bi svakako osigurati odvojene i dovoljno velike prostorije za sušenje i čuvanje uzoraka, za pripremu (mljevenje i prosijavanje) uzoraka, te za samo provođenje analiza (laboratorij).

Zbog lakšeg održavanja, boje na svim zidovima bi trebale biti perive, a podovi obloženi npr. linoleumom. Sve prostorije moraju imati odgovarajuće prirodno i umjetno osvjetljenje te ventilaciju i grijanje/klimatizaciju.

Prostorija za sušenje uzoraka (sušenje „na zraku“) trebala bi imati stalnu temperaturu od oko 25 °C. Morala bi biti opremljena elementima s dovoljnim brojem polica (stalaža) na koje se na odgovarajući način mogu postavljati pladnjevi s uzorcima tla za sušenje.

Prostorija za pripremu uzoraka mora biti fizički potpuno odvojena od prostorija za sušenje i analizu uzoraka, kako bi se izbjegla kontaminacija (prašenje) uzoraka, odnosno suđa ili opreme. Ona bi trebala imati barem osnovni namještaj za odlaganje uzoraka i opreme potrebne za pripremu uzoraka tla (sita, pladnjevi, posude...) te sudoper za pranje ruku i opreme.

Prostorija za provođenje laboratorijskih analiza (laboratorij) treba imati odgovarajući, izdržljiv i kvalitetan namještaj, koji će uključivati dovoljan broj ergonomskih stolica i radnih površina, kao i površina i ormarića za odlaganje suđa, pribora i kemikalija. Dio ormarića mora biti posebno prilagođen i namijenjen pohranjivanju kemikalija, a jedan je ormarić potreban i za opremu za prvu pomoć. Sudopera bi u laboratoriju trebalo biti čim više, s tim da bi barem jedan trebao biti prilagođen za pranje suđa od uzoraka tla (s ugrađenim kolektorom mulja, kako se ne bi čepile odvodne cijevi), a drugi za izlivanje štetnih kemikalija (ispiranje suđa od kemikalija). Laboratorij svakako mora imati klima uređaj, koji je važan ne samo za održavanje stabilne temperature ugodne za rad, nego i za osiguranje propisanih okolišnih uvjeta provođenje analiza. Osim klima uređaja, potrebni su i dovodi plina (za plamenike, plinske boce i sl.).

Nadalje, laboratorij bi trebao imati zasebnu prostoriju u kojoj bi bila smještena analitička vaga (koja bi pak trebala stajati na zasebnom, specijalnom stolu). Dobro je predvidjeti i zasebnu

prostoriju za nesmetan rad osoblja na kompjutoru (odnosno za „uredski“ dio posla u laboratoriju).

Svakako se u laboratoriju mora osigurati barem jedan digestor, koji će biti dovoljno velik i funkcionalan obzirom na planirani obujam posla. Preporučljivo je imati i laboratorijsku perilicu suđa, kako bi se izbjeglo mukotrpno (a ponekad i po zdravlje štetno) ručno pranje posuđa. Obzirom da se za pojedine analize uzorci ili reagensi trebaju čuvati u hladnim i mračnim uvjetima, preporučljivo je nabaviti i frižider odgovarajućih dimenzija i s dovoljno polica.

Ako se prostor laboratorija namjerava koristiti i za edukaciju, korisno je planirati i nabavu projektora (po mogućnosti fiksnog, tj. stropnog, kako ne bi zauzimao radni prostor u laboratoriju) i platno za prezentiranje nastavnog materijala.



Slika 11. Primjer kvalitetnog laboratorijskog namještaja – radni stolovi i police, ormari i ladice, sudoperi, digestori... (izvor: <https://chc-lab.com/>)

PLANIRANJE TROŠKOVA OPREMANJA I PROCJENA ISPLATIVOSTI USPOSTAVLJANJA PEDOLOŠKOG PRAKTIKUMA

Troškovi nabave infrastrukture i opreme (uređaja, suđa, kemikalija i drugog potrošnog materijala) potrebne za uspostavljanje pedološkog praktikuma su, naravno, značajni. Sama visina tih troškova, odnosno financijska opravdanost ulaganja u praktikum, ovisit će o mnogobrojnim faktorima, dio kojih se ističu kasnije u ovom poglavlju. U svakom slučaju, prilikom izračuna troškova vezanih za ulaganja u izgradnju i održavanje praktikuma (nabava, radovi, servisi, režije i hladni pogon, amortizacija i otpis pojedinih stavki...), kao i prilikom planiranja eventualnog povrata uloženi sredstava, potrebno je naručiti stručnu ekonomsku analizu, pri čemu za provođenje kalkulacija svi inputi moraju biti u potpunosti poznati, kako kvalitativno tako i kvantitativno.

Općenito, na visinu sredstava koje je potrebno uložiti za izgradnju pedološkog praktikuma utjecat će početno stanje, veličina i opremljenost prostora (ako on uopće trenutno postoji) koji se namjerava u praktikum pretvoriti. Pritom svakako treba imati na umu dostupnost svih instalacija, odnosno priključaka (voda, plin, struja...).

Nadalje, troškovi uspostave praktikuma će izravno ovisiti o potrebnim količinama pojedinih komponenti namještaja, opreme, uređaja, suđa, kemikalija i drugog. Također, oni će ovisiti i o željenoj (odnosno potrebnoj) kvaliteti svih stavki, tj. artikala u praktikumu (*premium* proizvođači i modeli su, jasno, znatno skuplji od ostalih).

Odluke vezane za količinu i kvalitetu pojedinih stavki praktikuma bit će uvjetovane prvenstveno planiranim tipom i obujmom posla. Tako se, prilikom planiranja, treba zapitati u kojoj će se mjeri praktikum koristiti za održavanje nastave (i koji će biti očekivani broj učenika, kako godišnje, tako i istovremeno, u prostorijama praktikuma), a u kojoj za eventualne komercijalne analize (i koji je očekivani broj analiza, kako godišnje, tako i po pojedinim serijama uzoraka).

**B. METODOLOGIJA, OPREMA, REAGENSI I PRIBOR ZA
POJEDINE PLANIRANE LABORATORIJSKE ANALIZE I POSTUPKE**

1. PRIPREMA RASTRESITOG UZORKA TLA ZA ANALIZU (I ODREĐIVANJE UDJELA SKELETA)

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- tučak i tarionik
- sito 2 mm
- precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- stalaže i pladnjevi za sušenje uzoraka

Rastresiti ili porušeni uzorci tla su oni koji, za razliku od neporušenih uzoraka (a koji se najčešće uzimaju pomoću metalnih cilindara), nemaju sačuvanu strukturu (uzimaju se pomoću noža ili lopatice u PVC vrećicu). Za sve analize planirane u pedološkom praktikumu Naručitelja, dovoljno je uzeti rastresite uzorke (neporušeni uzorci tla uzimaju se za specifične analize fizikalnih značajki tla, poput vodopropusnosti, gustoće, poroznosti itd.).

Rastresiti uzorci za laboratorijske analize se, u pravilu, suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

Neki rastresiti uzorci sadrže skelet, odnosno mineralne čestice koje su veće od 2 mm u promjeru (šljunak – ako su čestice zaobljene; kršje, kamenje, ulomci stijena – ako su čestice oštrobridne). Čestice skeleta ne čine sitnicu tla, pa nisu tlo u pravom smislu riječi. Međutim, one itekako utječu na ukupna svojstva tla, pa će tako skeletna tla u pravilu biti propusna i suha te kemijski inertna (neplodna).

Ako uzorak tla sadrži skelet (šljunak, kamenje) i/ili krupne artefakte (sastojci tla koji nisu prirodnog, već umjetnog odnosno antropogenog porijekla), čiji se udio ne želi samo ukloniti, već i odrediti (izvagati), tada je potrebno već prije prosijavanja kroz sito od 2 mm, izvagati ukupni

zrakosuhi uzorak. Potom treba, također prije prosijavanja, veće čestice skeleta očistiti od sitnice četkom (iznad sita) te ih rukom prebaciti u posudu za vaganje. Preostali uzorak treba prosijavati oko 10 min ili manje, tj. dok sav materijal sitniji od 2 mm ne prođe kroz sito. One čestice koje zaostanu na situ trebalo bi odgovarajućom opremom (npr. tučkom) nježno usitniti do dimenzija <2 mm, pa prosijati, a izdvojenu frakciju neusitnijih (čvrstih) čestica >2 mm sa sita prebaciti u posudu za vaganje. Potom se može izvagati frakcija skeleta i frakcija prosijane sitnice, pri čemu sume njihovih masa trebaju odgovarati masi ukupnog zrakosuhog uzorka, s odstupanjem od +/- 1%. Ako je to potrebno, mogu se, uz pomoć sustava sita različitih otvora, izdvajati pojedine frakcije skeleta prema veličini.

Maseni postotni udio (% mas) skeleta u ukupnom uzorku, računa se kako slijedi:

$$\text{maseni \% skeleta u uzorku} = 100 (\text{masa skeleta} / \text{masa ukupnog uzorka})$$

Ukoliko je to potrebno, množenjem masenog udjela skeleta s izmjerenom ili pretpostavljenom (uobičajeno 1.5 g cm^{-3}) volumnom gustoćom tla i dijeljenjem dobivenog umnoška s izmjerenom ili pretpostavljenom (uobičajeno 2.65 g cm^{-3}) gustoćom čvrstih čestica, može se izračunati volumni postotni udio (% vol) skeleta u ukupnom uzorku tla (*Soil Survey Staff, 2014*).

Ako tla sadrže do 50 % čestica skeleta, nazivaju se skeletoidnim tlima. Ako pak imaju više od 50 % skeleta, nazivaju se skeletnima. Detalji su prikazani u donjoj tablici:

Tablica 1. Klasifikacija tala prema udjelima skeleta (modificirano prema Husnjak, 2022)

Skeletoidna tla		Skeletna tla	
Volumni % skeleta	Interpretacija	Volumni % skeleta	Interpretacija
1-10	slabo skeletoidno	50,1-70	skeletno
10,1-30	osrednje skeletoidno	70,1-90	jako skeletno
30,1-50	jako skeletoidno	>90	apsolutno skeletno

2. ODREĐIVANJE MEHANIČKOG SASTAVA TLA

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- tučak i tarionik
- sita 2 mm; 0,212 mm; 0,063 mm
- precizna (0,01 g) i analitička laboratorijska vaga (0,0001 g)
- porculanski lončići
- termostat
- stakleni cilindri za sedimentaciju (1000 mL)
- plastični lijevci
- trbušasta pipeta za analizu mehaničkog sastava tla 10 mL
- štoperica
- termometar
- eksikator
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Mehanički (granulometrijski) sastav tla predstavlja količinske udjele pojedinih kategorija mineralnih (mehaničkih) čestica sitnice tla različitih veličina. Temeljne kategorije čestica su pijesak (0,063-2 mm), prah (0,002-0,063 mm) i glina (< 0,002 mm). To je ponajvažnije svojstvo tla, jer utječe na praktički sva fizikalna i brojna kemijska svojstva tla te se, u pravilu, ne može meliorirati. Općenito su najpovoljnija tla s ilovastom teksturom.

Prije provođenja ove analize, koja ovdje predstavlja modifikaciju normirane metode ISO 11277, a bazirana je na mokrom prosijavanju i sedimentaciji čestica tla, rastresite uzorke tla je potrebno pripremiti. Uzorci tla se suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se

onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

Zrakosuhi uzorak pripremljene homogenizirane sitnice treba najprije izvagati (10.00 g) i prenijeti u Erlenmayer tikvicu volumena 300 mL. U svrhu dezagregacije, odnosno disperzije mineralnih čestica tla, uzorku se dodaje 25 mL 0.1M otopine natrijevog pirofosfata ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$), promućka ga se i ostavi da stoji preko noći.

Za pripremu 0,1M $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$, potrebno je 44.61 g natrijevog difosfata dekahidrata otopiti zagrijavanjem u destiliranoj vodi, prenijeti u odmjernu tikvicu od 1000 mL, nadopuniti destiliranom vodom do oznake, te dobro promućkati.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultočka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Prije početka samog postupka analize, treba i izvagati (točnost 0.0001 g) 4 porculanska lončića (lončići A, B, C i D, u koje se kasnije ekstrahiraju suspenzije s frakcijama mehaničkog sastava tla, redom: 2000-212 μm (krupni pijesak), 212-63 μm (sitni pijesak), <20 μm (sitni prah i glina) i <2 μm (glina).

Nakon stajanja uzorka preko noći, radi se mokro prosijavanje (pomoću destilirane vode iz boce-štrcaljke) u svrhu izdvajanja frakcija krupnog i sitnog pijeska na sitima s otvorima redom 212 μm i 63 μm , postavljenih jedno iznad drugog u plastični lijevak iznad cilindra za sedimentaciju uzorka tla (u daljnjem tekstu: **cilindar**). Nakon što ukupna frakcija tla <63 μm prođe kroz oba sita u cilindar, pomoću boce-štrcaljke se kvantitativno prenese krupni pijesak sa sita 212 μm u staklenu zdjelu, pa u lončić A (frakcija 2000-212 μm), a sitni pijesak sa sita 63 μm u drugu staklenu zdjelu, pa u lončić B (frakcija 212-63 μm). Cilindar treba nadopuniti destiliranom vodom do oznake od 1000 mL, intenzivno ručno promućkati (1 min), postaviti u vertikalni položaj na laboratorijski stol i odmah pokrenuti štopericu.

Nakon propisanog vremena kontinuirane sedimentacije (pri ujednačenoj temperaturi suspenzije), iz cilindra se mogu pipetirati suspendirane frakcije mehaničkog sastava uzorka tla, i to specijalnom trbušastom pipetom volumena 10 mL s oznakama za pipetiranje s odgovarajuće dubine tla. Pritom će trenutak pipetiranja ovisiti o veličini čestica tla koje se pipetiranjem ekstrahiraju, obzirom da brzina sedimentacije ovisi o njihovoj masi:

- prvo pipetiranje provesti nakon 4 min i 48 s sedimentacije, i to s dubine od 10 cm, a pipetirani volumen suspenzije od 10 mL ispustiti u lončić C (frakcija <20 μm)
- drugo pipetiranje provesti nakon 4 h sedimentacije, i to s dubine suspenzije od 5 cm, a pipetirani volumen suspenzije od 10 mL ispustiti u lončić D (frakcija <2 μm)

Nakon pipetiranja, sva 4 puna lončića staviti u termostatski sušilicu na sušenje (105 °C) do konstantne mase (obično 24 sata).

Sljedeći dan, nakon provedenog sušenja, lončiće se mora ohladiti u eksikatoru, izvagati (0.0001 g), pa izračunati mase i postotne udjele frakcija mehaničkog sastava tla, i to prema odgovarajućim formulama:

Izračun postotnih udjela prosijanih frakcija pijeska (2000-212 μm ili 212-63 μm):

$$\% \text{ krupnog pijeska} = 100 * (\text{masa punog lončića A} - \text{masa praznog lončića A}) / 10 \text{ g}$$

$$\% \text{ sitnog pijeska} = 100 * (\text{masa punog lončića B} - \text{masa praznog lončića B}) / 10 \text{ g}$$

Izračun postotnih udjela pipetiranih frakcija praha i gline (<20 μm ili <2 μm):

$$\% \text{ sitnog praha i gline skupa} = 100 * (\text{masa punog lončića C} - \text{masa praznog lončića C} - 0.0068 \text{ g}) / 0.1 \text{ g}$$

$$\% \text{ gline} = 100 * (\text{masa punog lončića D} - \text{masa praznog lončića D} - 0.0068 \text{ g}) / 0.1 \text{ g}$$

0.0068 g = masa 25 mL 0.4M $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$

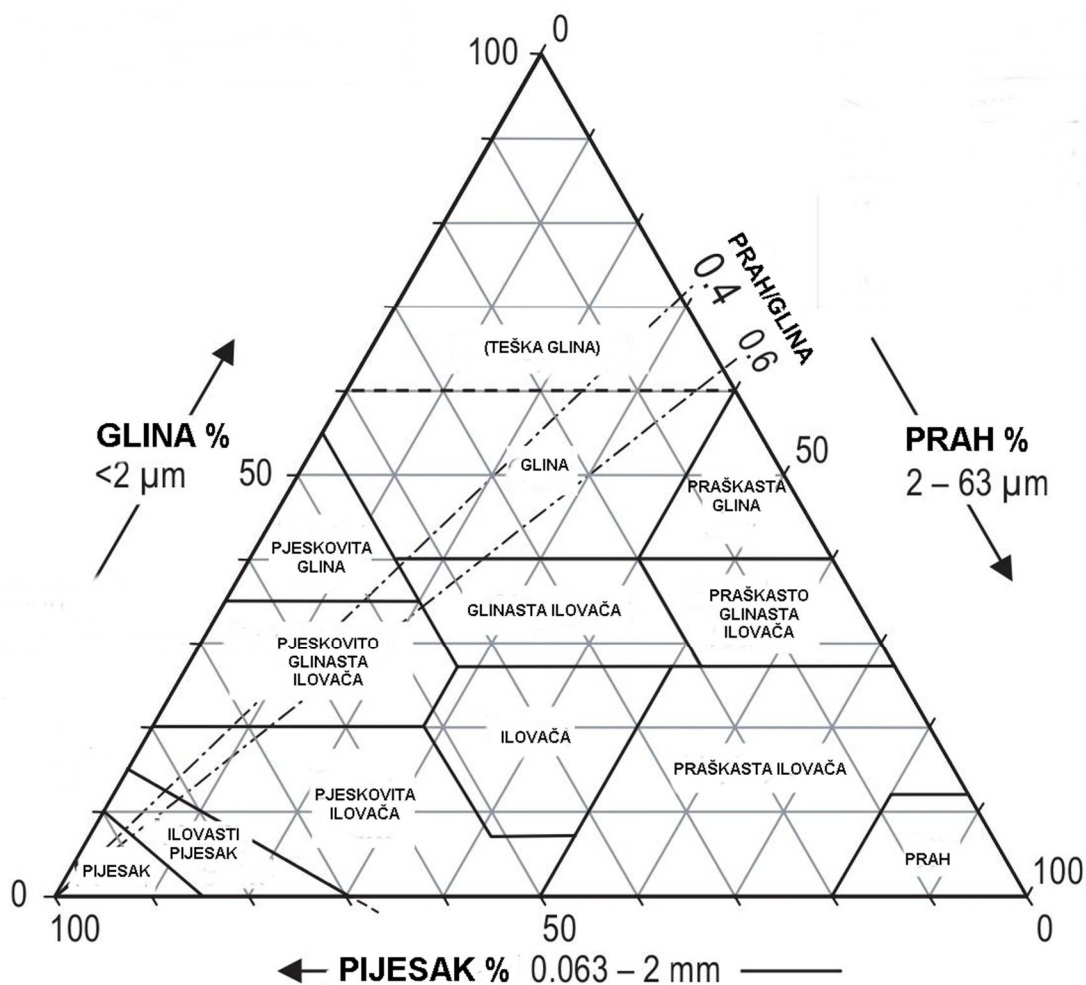
Izračun postotnog udjela frakcije sitnog praha (20-2 μm):

% sitnog praha = % sitnog praha i gline zajedno - % gline

Izračun postotnog udjela frakcije krupnog praha (63-20 μm):

% krupnog praha = 100% - (% krupnog pijeska + % sitnog pijeska + % sitnog praha + % gline)

Po završetku analize mehaničkog sastava tla, pristupa se interpretaciji rezultata, odnosno određivanju teksturne klase tla temeljem postotnih udjela pojedinih čestica. U tu svrhu koristi se „teksturni trokut“:



Slika 11. Grafikon (trokut) za određivanje teksturnih klasa tla (modificirano prema FAO, 2006)

Ako tlo sadrži do 50 % skeleta, iza oznake teksturne klase se dodaje i oznaka skeletoidnosti (npr. praškasta ilovača jako skeletoidna), a ako ono sadrži > 50 % skeleta, tada se teksturna klasa piše iza oznake za skeletnost (npr. jako skeletna praškasta ilovača), sve u skladu s Tablicom 1.

3. ODREĐIVANJE pH TLA

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- sito 2 mm
- precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- pH-metar
- mućkalica (ili tresilica)
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Reakcija (pH) je ključno kemijsko svojstvo tla, o kojem ovisi pristupačnost pojedinih biljnih hraniva i mikrobiološka aktivnost u tlu, ali i brojne drugi parametri tla. Najveći broj vrsta biljaka i mikroorganizama preferira neutralne pH vrijednosti tla. Aktivna kiselost tla, kao ona koja se mjeri u suspenziji uzorka tla s vodom, uzrokovana je u vodi otopljenim vodiokovim (oksonijevim) ionima u tlu. Supstitucijska kiselost tla (kao jedna komponenta ukupne potencijalne kiselosti), s druge strane, mjeri se u suspenziji uzorka tla s otopinom soli (najčešće kalijevog klorida), a uzrokuju ju i ioni vodika koji su slabije vezani za adsorpcijski kompleks tla, pa mogu lako preći u otopinu tla i dodatno ju zakiseliti (zbog čega je, u istom uzorku tla, pH vrijednost mjerena u KCl u pravilu niža od one mjerene u vodi).

U ovom poglavlju objašnjava se postupak analize pH tla (reakcije tla) u otopinama H₂O i KCl, i to u skladu s normiranom metodom prema HRN ISO 10390:2005. Rastresiti uzorci tla se suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

Nakon sušenja uzorka tla, plastičnom laboratorijskom žlicom najprije treba odmjeriti volumen uzorka od 5 mL, koje se prebacuje u staklenu ili plastičnu epruvetu volumena 50 mL. Potom je u tu epruvetu potrebno dodati 5 puta veći volumen (25 mL) H₂O ili 1M KCl otopine.

Priprema otopine 1M KCl uključuje otapanje 74,56 g kalijevog klorida u destiliranoj vodi, njegovo prenošenje u odmjernu tikvicu od 1000 mL, te nadopunjavanje tikvice destiliranom vodom do oznake i mućkanje.

Prije mjerenja, pH metar je nužno kalibrirati, i to sukladno uputama proizvođača uređaja, koristeći puferne otopine za barem dvije točke, odnosno za pH 4,00±0,02 i pH 7,00 ±0,02, i to kod 20±2 °C (što je ujedno i preporučena temperatura suspenzije uzorka tla prilikom mjerenja). Prij/nakon svakog mjerenja, potrebno je isprati elektrodu s destiliranom vodom i posušiti ju rupčićem. Po završetku kalibracije pH-metra u obje točke, potrebno je na uređaju očitati (provjeriti) „slope“ vrijednost.

Uzorak tla, nakon njegovog suspendiranja u vodi ili 1M KCl otopini, potrebno je mućkati na mućkalici 60 ±10 min, a prije početka očitavanja na pH-metru pričekati najmanje jedan, a najviše 3 sata.

Mjerenje pH u suspenziji tla treba provesti neposredno nakon dodatnog kratkog mućkanja uzorka rukom, kako bi se osigurala dobra homogenizacija uzorka. Elektroda pH-metra se uroni u suspenziju, nakon čega se pričekava da se vrijednost stabilizira (obično do 1 min), kako bi se mogla zabilježiti (uobičajeno na dvije decimale). Očitana vrijednost smatra se stabilnom, ako se pH tijekom 5 sekundi ne mijenja za više od 0,02 pH jedinice (različiti uređaji mogu imati različite načine signalizacije da je vrijednost stabilna).

Dobivene pH vrijednosti mogu se interpretirati prema različitim skalama, pri čemu se češće koristi vrijednost izmjerena u KCl ili CaCl₂, nego ona u vodi (koja je obično veća i više varijabilna). Dolje prikazana tablica pokazuje granične vrijednosti za interpretaciju reakcije tla izmjerene u KCl otopini prema kriterijima datima u Pravilniku NN 47/19:

Tablica 2: Reakcija tla u KCl (Thun, 1955, prema Pravilniku NN 47/19)

Kategorija	pH	Reakcija tla
A	< 4,50	Jako kisela reakcija
B	4,51 – 5,50	Kisela reakcija
C	5,51 – 6,50	Slabo kisela reakcija
D	6,51 – 7,20	Neutralna reakcija
E	> 7,20	Alkalna reakcija

4. ODREĐIVANJE HIDROLITSKE KISELOSTI (Hy) PO KAPPEN-U

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- sito 2 mm
- precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- mućkalica
- kuhalo
- bireta i dozator 10-60 mL
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Hidrolitska kiselost predstavlja onaj dio potencijalne kiselosti tla, koji obuhvaća i one ione vodika (ali i drugih kiselih kationa, tj. iona Fe i Al), koji su čvrsto vezani na adsorpcijskom kompleksu. Zbog toga se hidrolitska kiselost može smatrati i ukupnom potencijalnom kiselošću tla, pa se shodno tome određuje u tlima koja su toliko kisela da trebaju kalcizaciju, kako bi se mogla izračunati okvirna potrebna doza alkalnog materijala („vapna“) kojeg treba dodati u tlo. Dakle, analiza HY se rijetko provodi u slabo kiselim tlima, a nikada u neutralnim i alkalnim (karbonatnim) tlima.

Rastresiti uzorci tla se suše na zraku i onda usitjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

U reakciji kiselog tla sa soli jake baze i slabe kiseline, npr. natrijevog acetata (CH_3COONa), Na^+ ioni iz soli istiskuju H^+ (i Al^{3+}) ione s adsorpcijskog kompleksa tla, pri čemu nastaje octena

kiselina, čija se količina određuje titracijom s natrijevim hidroksidom (0,1M NaOH) uz dodatak indikatora 1% fenolftaleina ($C_{20}H_{14}O_4$). Temeljem količine octene kiseline, računa se Hy.

Priprema otopine 1M CH_3COONa uključuje otapanje 82,03 g natrijevog acetata u destiliranoj vodi, te prenošenje otopine u odmjernu tikvicu od 1000 mL, koja se na kraju nadopuni destiliranom vodom do oznake i promućka.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultočka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Pripremanje 0,1M NaOH radi se tako da se 100 mL natrijevog hidroksida (1 mol/L NaOH) prenese u odmjernu tikvicu od 1000 mL, nadopuni destiliranom vodom do oznake i promućka. Priprema 1% fenolftaleina obavlja se na način da se 1 g fenolftaleina otopi u 100 mL 96% etanola.

Za analizu Hy je potrebno odvagati 40,00 g nekarbonatnog zrakosuhog tla (pripremljenog prema ISO:11464), prenijeti ga u Erlenmeyer tikvicu od 300 mL te ga preliti sa 100 mL 1M CH_3COONa . Uzorak se mora mućkati 1 h na mućkalici ili, u nedostatku iste, ostaviti do drugog dana (uz povremeno ručno mućkanje). Potom, suspenziju uzorka treba filtrirati preko filter papira (plava

vrpca) u Erlenmeyer tikvicu od 300 mL te menzuirom odvojiti 50 mL bistrog filtrata i dodati 1-2 kapi indikatora 1% fenolftaleina. Na kraju se uzorak titrira s 0,1M NaOH do pojave trajno ružičaste boje te se očita volumen (do preciznosti od 0,1 mL) lužine za titraciju.

Po završenoj titraciji, hidrolitska kiselost tla (Hy) računa se prema slijedećoj formuli:

$$Hy [cmol^+ kg^{-1}] = V_{NaOH} \times 2,5$$

gdje je:

V_{NaOH} = utrošak (mL) 0,1 M NaOH za neutralizaciju octene kiseline u filtratu uzorka tla

2,5 = faktor/koefficient (odnos tlo: natrijev acetat je 1:2,5)

Kao interpretacijske vrijednosti za tumačenje potrebe tla za kalcizacijom temeljem vrijednosti hidrolitske kiselost tla (Hy) mogu se koristiti one temeljene prema Nejgebaueru (Škorić, 1991):

Tablica 3. Interpretacijske vrijednosti za tumačenje hidrolitske kiselost tla (Hy)

Hy (cmol ⁺ kg ⁻¹)	Interpretacija
< 4	Kalcifikacija nije potreba
4-8	Kalcifikacija je fakultativna
> 8	Kalcifikacija je nužna

Općeniti izračun količine (mase) vapnenog materijala, npr. mljevenog vapnenca (CaCO₃) ili živog vapna (CaO) potrebnih za neutralizaciju kiselosti tla do pH 7, i to samo u oraničnom sloju i na površini od jednog hektara, moguć je prema slijedećim formulama:

količina CaCO₃ → Hy x 4,5 = dt/ha

količina CaO → Hy x 2,52 = dt/ha

5. ODREĐIVANJE KOLIČINE ORGANSKOG UGLJIKA (HUMUSA) U TLU BIKROMATNOM METODOM

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- tučak i tarionik
- sito 0,212 mm
- analitička (0,001 g) ili precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- električna ploča za zagrijavanje
- bireta i dozator 10-60 mL
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Humus predstavlja kompleksnu i koloidnu organsku tvar tla, koja je nastala iz međuprodukata razgradnje izvornih organskih ostataka, te koja je povezana s mineralnom komponentom tla, dajući mu tamnu boju. Ima jako velik značaj za biološka, ali i brojna fizikalna i kemijska svojstva tla (izvor energije za mikroorganizme, izvor i rezervoar biljnih hraniva, povoljan utjecaj na strukturu, poroznost i vodozračno-toplinske značajke tla).

Ovdje opisana metoda za određivanje sadržaja humusa odnosi se na oksidaciju (spaljivanje) organske tvari tla mokrim postupkom, uz korištenje kalijevog dikromata ($K_2Cr_2O_7$) te utvrđivanje sadržaja humusa, odnosno organskog ugljika, povratnim titriranjem Mohrovom soli (postupak prema Tjurinu).

Rastresiti uzorci tla se suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka). Dodatno se

prosijava frakcija sitnice kroz sito otvora 0,212 mm, pa se onda u tako dobivenoj finoj sitnici radi analiza.

Najprije je potrebno izvagati 0,10 g do 0,50 g pripremljenog zrakosuhog tla (fine sitnice) u Erlenmeyerovu tikvicu od 100 mL (masa uzorka treba biti to veća što je manji pretpostavljeni udio humusa u uzorku). Zatim u tikvicu s uzorkom treba otpipetirati 10 mL 0,067 M $K_2Cr_2O_7$ i dodati 0,1 g srebrnog sulfata (Ag_2SO_4), a sadržaj dobro promućkati.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultočka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Kalijev dikromat (0,067M $K_2Cr_2O_7$) priprema se tako da se 19,60 g kalijevog dikromata otopi u 500 mL destilirane vode i prebaci u odmjernu tikvicu od 1000 mL, da bi se potom u tu otopinu polako dodavalo 500 mL konc. H_2SO_4 . Obzirom da hlađenjem otopine ta količina više ne zadovoljava sadržaj od 1000 mL, dodaje se otopina konc. H_2SO_4 i destilirane vode u omjeru 1:1 sve do oznake, nakon čega se otopina rukom dobro promućka.

Tikvica s uzorkom, kalijevim dikromatom i srebrnim sulfatom se pokrije staklenim lijevkom i stavi na **električnu ploču** za kuhanje, zagrijava se do vrenja, te se pusti da vrije 5 min u **digestoru**

(opasnost od nadražujućih para). Nakon kuhanja, sadržaj tikvice se u digestoru ohladi (vrući uzorak je eksplozivan) i oprezno kvantitativno prenese u graduiranu Erlenmeyerovu tikvicu od 300 mL, uz pomoć boce štrcaljke s destiliranom vodom. U uzorak prenesen u tikvicu od 300 mL dodaje se prvo destilirana voda do 150 mL, pa 2 mL smjese koncentrirane sumporne (H_2SO_4) i fosforne (H_3PO_4) kiseline i 8 kapi indikatora difenilamin-sulfonske kiseline.

Smjesa konc. fosforne H_3PO_4 i konc. sulfatne H_2SO_4 kiseline u količini od 1000 mL priprema se uz pomoć 150 mL konc. H_3PO_4 i 150 ml konc. H_2SO_4 , koje se dodaju u destiliranu vodu, uz naknadnu nadopunu destiliranom vodom do oznake i mućkanje. Difenilamin sulfonska kiselina dobije se tako da se 0,2 g difenilamina otopi u konc. H_2SO_4 , i to u odmjernoj tikvici od 100 mL, nadopuni destiliranom vodom do oznake te promućka.

Uzorak u tikvici od 300 mL (u prethodnom koraku razrijeđen destiliranom vodom do 150 mL i obogaćen s 2 mL smjese koncentrirane sumporne i fosforne kiseline te 8 kapi difenilamin-sulfonske kiseline) se promućka i titrira s 0,1 M otopinom Mohrove soli - $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \times 6H_2O$, i to do pojave zelene boje. Titracijom uzorka s otopinom Mohrove soli (sadrži Fe^{2+} ione) saznaje se količina kalijevog dikromata koji nije izreagirao, što omogućuje izračun sadržaja organskog ugljika ili humusa u uzorku \rightarrow 0,0003 g C ili 0,0005172 g humusa je ekvivalentno 1 mL 0,0067M otopine $K_2Cr_2O_7$.

0,1 M Mohrova sol pripremi se na način da se 39,22 g amonij željezo (II)-sulfata heksahidrata $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \times 6H_2O$ otopi u destiliranoj vodi i prenese u odmjernu tikvicu od 1000 mL. Potom se dodaje 20 mL konc. H_2SO_4 te se tikvica nadopunjuje destiliranom vodom do oznake i promućka.

Uz svaku seriju uzoraka radi se i slijepa proba, pri čemu se, umjesto tla, u postupku koristi žareni kvarcni pijesak (nema organske tvari), s kojim se postupa identično kao i s uzorkom tla, odnosno u skladu s gornjim uputama.

Maseni udio (*w*) humusa računa se, na kraju, prema slijedećoj formuli:

$$w(\text{humus}) = \frac{(a - b) \times 0,0005172 \text{ g} \times 100}{\text{masa uzorka tla (g)}} \quad (\%)$$

gdje je:

a = Mohrova sol utrošena za titraciju slijepe probe (mL)

b = Mohrova sol utrošena za titraciju uzorka (mL)

Kao interpretacijske vrijednosti za humoznost tla, predlažu se one prikazane u donjoj tablici:

Tablica 4. Interpretacijske vrijednosti za humoznost tla (Pravilnik NN 47/19)

Humus (%)	Ocjena humoznosti
≤ 0,5	Ekstremno slabo humozno tlo
0,6 - 1,0	Vrlo slabo humozno
1,1 - 2,0	Slabo humozno tlo
2,1 – 3,0	Umjereno/osrednje humozno tlo
3,1 - 5,0	Dosta humozno tlo
5,1 – 10,0	Jako humozno tlo
10,1 – 30,0	Vrlo jako humozno
> 30,0	Tresetno

6. ODREĐIVANJE SADRŽAJA UKUPNIH KARBONATA U TLU

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- analitička laboratorijska vaga 0,0001 g
- Scheiblerov kalcimetar s pripadajućim bočicama i epruvetama
- termometar
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Karbonati u tlu uzrokuju alkalnu reakciju. Pritom dominira karbonat kalcija (CaCO_3). Posljedično, karbonatna tla imaju $\text{pH-KCl} > 7,2$, a zasićenost adsorpcijskog kompleksa tla bazičnim kationima (uglavnom kalcijem) im je 100 %. Takva su tla, dakle, bogata bazičnim makrohranivima (Ca, Mg, K, Na). Osim toga, zbog toga što je kalcij najvažniji koagulator u tlu, karbonatna tla su obično dobro strukturirana, pa imaju dobra i brojna druga fizikalna svojstva tla. Dakle, iako su brojne uzgajana biljne vrste ili sorte osjetljive na povećano količinu kalcija u tlu (odnosno na povišen pH tla), karbonatna tla su često tla generalno povoljnih značajki.

Sadržaj ukupnih karbonata najčešće se određuje volumetrijskom metodom pomoću scheiblerovog kalcimetra. Stoga se upravo taj postupak ovdje objašnjava, a sve u skladu s modificiranom normom HRN ISO 10693:2014. Bazira se na reakciji karbonata u tlu s klorovodičnom kiselinom, odnosno na mjerenju volumena ugljičnog dioksida, koji se kao plinoviti nusprodukt oslobađa prilikom reakcije, u količini koja je u korelaciji s količinom karbonata u tlu. Analiza se, naravno, ne provodi u kiselim, odnosno nekarbonatnim tlima (zbog čega joj prethodi kvalitativna analiza, odnosno test na reakciju uzorka tla s 10 % otopinom HCl).

Rastresiti uzorci tla se suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama < 2 mm) u kojoj se

onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

Najprije se odvaže pripremljeni uzorak sitnice tla s $pH-H_2O \geq 6,5$, i to u masi od 0,5000 g do 5,0000 g. Masa uzorka ovisi o njegovoj karbonatnosti, prethodno procijenjenoj prema intenzitetu *reakcije (šum, pjenjenje)* dijela uzorka stavljenog na satno stakalce i prelivenog s malo 10 %-tne otopine klorovodične kiseline (HCl), kako slijedi:

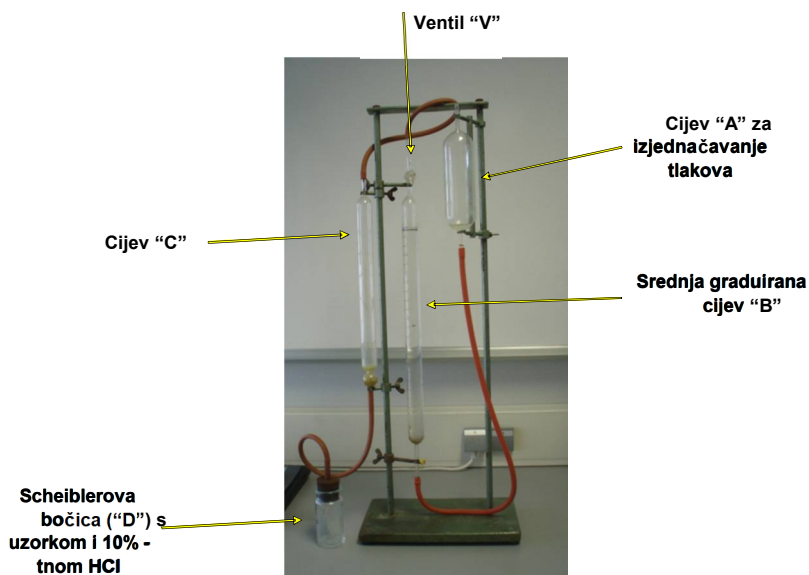
- reakcija vrlo jaka i dugotrajna: ≤ 1 g tla (frakcija uzorka $< 250 \mu\text{m}$)
- reakcija jaka i dugotrajna: 2,5 g tla (frakcija uzorka $< 2 \text{ mm}$)
- reakcija vidljiva, ali kratkotrajna: 5 g tla (frakcija uzorka $< 2 \text{ mm}$)

Priprema otopine 10% HCl podrazumijeva da se klorovodična kiselina (HCl, 36%) i destilirana voda pomiješaju u omjeru 1:3.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultočka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Prethodno odvagani uzorak karbonatnog tla prebacuje se u Scheiblerovu bočicu volumena 150 mL (posuda „D“), dok se u staklenu epruvetu volumena 10 mL ulijeva oko 7 mL 10%-ne HCl. Potom se epruveta pažljivo (kako se kiselina ne bi izlila po uzorku tla) spušta u Scheiblerovu bočicu („D“) te se **Scheiblerov kalcimetar** počinje pripremati za mjerenje oslobođenog ugljičnog dioksida.

Scheiblerov kalcimetar pripremi se na način da ventil „V“ koji spaja cijev „A“ (kompenzirajuća posuda) s cijevi „C“ bude u vodoravnom (zatvorenom) položaju, a tekućina u cijevi „B“ u položaju „0“ i u istoj razini s tekućinom u cijevi „A“ (Slika). Potom se ranije pripremljeni uzorak tla u Scheiblerovoj bočici, s epruvetom u kojoj je HCl, začepi gumenim čepom koji se nalazi na kraju gumenog crijeva povezanog s cijevi „C“ na kalcimetru (Slika). Ventil „V“ treba postaviti u okomiti (otvoreni) položaj, tako da povezuje cijevi „B“ i „C“.



Slika 12. Scheiblerov kalcimetar i njegovi osnovni dijelovi

Nakon što se spoji na gumeno crijevo kalcimetra, posudu „D“ treba nagnuti tako da se HCl iz epruvete koja je u njoj izlije na uzorak tla. Jednom kada se sva kiselina izlije u bočicu, potrebno ju je rukom mućkati, kako bi se u reakciji kiseline i tla razvio sav CO_2 , odnosno sve dok se volumen tekućine u cijevi „B“ ne stabilizira (mućkanje traje uglavnom do 5 min, većinom i znatno kraće). Istovremeno sa spuštanjem razine tekućine u cijevi „B“, važno je spuštati i

kompensirajuću posudu (cijev „A“), i to sve do završetka reakcije, a u cilju izjednačavanja razine tekućine u obje cijevi „A“ i „B“ (razlika u razini tekućina mora biti ≤ 3 mL) i osiguranja ispravnog očitavanja oslobođenog plina.

Nakon završetka mjerenja, očita se vrijednost oslobođenog volumena CO_2 ($\text{mL}=\text{cm}^3$) s graduirane cijevi „B“, otvori se gumeni čep s posude „D“, nivelira se razina tekućine u cijevima „A“ i „B“ (postavlja se u položaj „0“), a ventil „V“ vrati se u vodoravan (zatvoreni) položaj. Također, potrebno je očitati temperaturu zraka u laboratoriju ($^{\circ}\text{C}$) uz pomoć termometra, kao i vrijednost atmosferskog tlaka (hPa) uz pomoć podataka dostupnih na www.dhmz.hr. Očitane vrijednosti tlaka zraka (p) mora se preračunati iz jedinice hPa u jedinicu mmHg, kako slijedi:

$$p \text{ (mmHg)} = p \text{ (hPa)} / 133,32$$

Izračun sadržaja karbonata temelji se na sljedećoj formuli:

$$w \text{ (CaCO}_3\text{)} = (V \text{ (CO}_2\text{)} \cdot f) / m$$

gdje je:

$w \text{ (CaCO}_3\text{)}$ = udio karbonata (u pravilu kalcijevih) u tlu (%)

$V \text{ (CO}_2\text{)}$ = na kalcimetru očitani volumen CO_2 oslobođenog u reakciji tla i 10%-ne HCl (cm^3)

m = masa uzorka tla (g)

f = faktor za preračunavanje mase oslobođenog CO_2 u postotni udio ukupnih karbonata u tlu, i to pri određenom tlaku (mmHg) i temperaturi zraka ($^{\circ}\text{C}$) – **Tablica 5.**

Tablica 5. Vrijednost faktora „f“ za izračun sadržaja karbonata u tlu

Plak zraka (p), mmHg	742	744,5	747	749	751	753,5	756	758	760	762,5	765	767	769	771	774	
Temperatura zraka, °C	28	0,4041	0,4056	0,4070	0,4085	0,4099	0,4114	0,4128	0,4143	0,4155	0,4166	0,4177	0,4187	0,4197	0,4208	0,4218
	27	0,4055	0,4070	0,4085	0,4099	0,4114	0,4129	0,4143	0,4158	0,4169	0,4179	0,4190	0,4200	0,4211	0,4222	0,4232
	26	0,4069	0,4084	0,4099	0,4114	0,4129	0,4144	0,4158	0,4172	0,4183	0,4193	0,4204	0,4214	0,4225	0,4236	0,4247
	25	0,4083	0,4098	0,4113	0,4128	0,4148	0,4158	0,4172	0,4186	0,4197	0,4208	0,4219	0,4230	0,4241	0,4252	0,4262
	24	0,4097	0,4112	0,4127	0,4142	0,4157	0,4172	0,4186	0,4200	0,4211	0,4222	0,4233	0,4244	0,4255	0,4266	0,4277
	23	0,4111	0,4126	0,4141	0,4156	0,4171	0,4186	0,4200	0,4214	0,4226	0,4237	0,4248	0,4259	0,4270	0,4281	0,4292
	22	0,4125	0,4140	0,4155	0,4170	0,4185	0,4200	0,4214	0,4228	0,4240	0,4252	0,4263	0,4274	0,4285	0,4296	0,4307
	21	0,4139	0,4154	0,4169	0,4184	0,4199	0,4214	0,4229	0,4243	0,4255	0,4267	0,4279	0,4290	0,4301	0,4312	0,4322
	20	0,4153	0,4169	0,4184	0,4199	0,4214	0,4229	0,4243	0,4257	0,4269	0,4281	0,4292	0,4303	0,4314	0,4325	0,4336
	19	0,4168	0,4183	0,4198	0,4213	0,4228	0,4243	0,4258	0,4272	0,4284	0,4296	0,4307	0,4318	0,4329	0,4340	0,4351
	18	0,4182	0,4198	0,4213	0,4228	0,4243	0,4258	0,4272	0,4286	0,4298	0,4310	0,4321	0,4332	0,4343	0,4354	0,4365
	17	0,4197	0,4212	0,4227	0,4242	0,4257	0,4272	0,4286	0,4300	0,4312	0,4324	0,4335	0,4346	0,4357	0,4368	0,4379
	16	0,4211	0,4226	0,4241	0,4256	0,4271	0,4286	0,4300	0,4314	0,4326	0,4338	0,4349	0,4360	0,4371	0,4382	0,4393
	15	0,4225	0,4241	0,4256	0,4271	0,4286	0,4301	0,4315	0,4329	0,4341	0,4353	0,4364	0,4375	0,4386	0,4397	0,4408
	14	0,4240	0,4256	0,4271	0,4286	0,4301	0,4316	0,4331	0,4345	0,4357	0,4368	0,4379	0,4390	0,4401	0,4412	0,4423
	13	0,4255	0,4271	0,4286	0,4301	0,4316	0,4331	0,4346	0,4361	0,4373	0,4384	0,4395	0,4406	0,4417	0,4428	0,4439
	12	0,4270	0,4286	0,4301	0,4316	0,4331	0,4346	0,4361	0,4376	0,4388	0,4399	0,4410	0,4421	0,4432	0,4443	0,4454
	11	0,4285	0,4301	0,4316	0,4331	0,4346	0,4361	0,4376	0,4391	0,4403	0,4415	0,4426	0,4437	0,4448	0,4459	0,4470
10	0,4300	0,4316	0,4332	0,4348	0,4364	0,4378	0,4394	0,4407	0,4419	0,4430	0,4441	0,4453	0,4464	0,4475	0,4486	

Za svako očitavanje sadržaja ukupnih karbonata prema gore opisanoj proceduri, preporuča se napraviti barem jedno ponavljanje, u svrhu provjere ponovljivosti analize. Pritom su maksimalna prihvatljiva odstupanja sadržaja karbonata prikazana u **Tablici 6**:

Tablica 6. Granične vrijednosti ponovljivosti određivanja sadržaja karbonata u tlu

Sadržaj karbonata u uzorku tla (%)	Prihvatljiva varijacija ponavljanja (%)
≤5,0	0,3 (apsolutno)
5,1-15,0	6 (relativno)
15,1-18	0,9 (apsolutno)
>18	5 (relativno)

Ukoliko su odstupanja u prihvatljivim granicama, izmjereni sadržaj ukupnih karbonata može se interpretirati prema kriterijima predstavljenim u **Tablici 7**:

Tablica 7. Karakterizacija tla obzirom na % CaCO₃ (Škorić, 1986; Pravilnik NN 47/19)

CaCO ₃ (%)	Karakterizacija tla
<10	slabo karbonatno
10-30	srednje karbonatno
>30	jako karbonatno

7. ODREĐIVANJE SADRŽAJA FIZIOLOŠKI AKTIVNOG VAPNA U TLU

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- sito 2 mm
- precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- mućkalica
- tamna bireta
- filter papir
- kuhalo
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Fiziološki aktivno vapno je onaj dio „ukupnog vapna“, tj. ukupnih karbonata u tlu, koji se može lako usvajati (u obliku u vodi otopljenog kalcija) od strane biljke. Ukoliko ga je u tlu puno, biljka ga, kao makrohranivo, usvaja u prevelikim količinama, pa dolazi do poremećaja u ishrani biljaka i pojave kloroze. Stoga je važno, posebno prije podizanja višegodišnjih nasada i izbora odgovarajuće podloge za cijepljenje, napraviti analizu saržaja fiziološki aktivnog vapna u tlu.

Sadržaj fiziološki aktivnog vapna u tlu određuje se isključivo u karbonatnim uzorcima, najčešće metodom prema Galet-u. Rastresiti uzorci tla, koji se za analizu koriste, se suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

Ovom se metodom određuje klorozirajuća sposobnost tla temeljem sorpcije aniona oksalne kiseline na kalcijev karbonat. Za ekstrakciju tla koristi se otopina amonijevog oksalata - 0,1M

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \times \text{H}_2\text{O}$, pri čemu se kalcij iz tla taloži kao bijela krutina u obliku kalcijevog oksalata (CaC_2O_4). Priprema amonijevog oksalata za ovu analizu uključuje otapanje 14,21 g amonijevog oksalata monohidrata u destiliranoj vodi, njegovo prenošenje u odmjernu tikvicu od 1000 ml, te nadopunu tikvice destiliranom vodom do oznake i mućkanje.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultčka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Najprije je potrebno izvagati 2,50 g zrakosuhog tla (pripremljenog prema ISO 11464), koje ima *sadržaj karbonata $\geq 10\%$* , u Erlenmeyer tikvicu od 500 mL i preliterati ga s 250 mL 0,1 M amonijevog oksalata. Suspenziju treba mućkati dva sata na mućkalici ili ju ostaviti do drugog dana (uz povremeno ručno mućkanje).

Nakon stajanja ili mućkanja, suspenziju je nužno profiltrirati preko filter papira (plava vrpca). Prvih nekoliko mL filtrata trebalo bi baciti, a od bistrog filtrata pipetirati 20 mL u Erlenmeyerovu tikvicu od 300 mL. U tako dobiveni filtrat, potrebno je dodati prvo 100 mL destilirane vode, a potom 5 mL koncentrirane sulfatne kiseline (H_2SO_4) i sve dobro promućkati.

Sadržaj tikvice (smjesa filtrata, vode i kiseline) se zagrijava na plameniku do vrenja. Kada zavrije, odmah se (vruć) titrira s kalijevim permanganatom (0,04 M KMnO_4), sve do pojave trajno ružičaste boje.

Otopina 0,04 M KMnO_4 dobije se nakon što se 6,40 g kalijevog permanganata otopi u destiliranoj vodi. Nakon otapanja K-permanganata, sadržaj se trena prenijeti u odmjernu tikvicu od 1000 ml, nadopuniti destiliranom vodom do oznake, pa dobro rukama promućkati.

Za ovu analizu, potrebno je napraviti i slijepu probu. Pritom se u postupak stavlja samo 20 mL otopine amonijevog oksalata, uz dodatak 100 mL destilirane vode i 5 mL koncentrirane H_2SO_4 (dakle, bez uzorka tla). Slijepa proba se također titrira s 0,04 M KMnO_4 , također do pojave trajno ružičaste boje.

Titracijom slijepa probe s KMnO_4 određuje se ukupni oksalat („N“), a titracijom filtrata uzorka udio neizreagirano oksalata („n“). Iz razlike ukupnog i neizreagirano oksalata, na kraju se izračunava udio aktivnog vapna u tlu, i to prema slijedećoj formuli:

$$w(\text{CaCO}_3\text{-akt}) = (N - n) \cdot 5 \quad (\%)$$

gdje je:

$w(\text{CaCO}_3\text{-akt})$ = udio aktivnog vapna u tlu (%)

N = KMnO_4 utrošen za titraciju slijepa probe (mL)

n = KMnO_4 utrošen za titraciju filtrata uzorka (mL)

Jednom kada se rezultati dobiju, interpretirati se mogu u skladu s kriterijima u donjoj Tablici:

Tablica 8. Interpretacijske vrijednosti za sadržaj fiziološki aktivnog vapna (Pravilnik, NN 47/19)

Sadržaj aktivnog vapna (%)	Interpretacija
<3,0	niska količina fiziološki aktivnog vapna
3,1-8,0	umjerena količina fiziološki aktivnog vapna
8,1-12,0	povišena količina fiziološki aktivnog vapna
>12,0	visoka količina fiziološki aktivnog vapna

8. ODREĐIVANJE SADRŽAJA BILJCI PRISTUPAČNOG FOSFORA (P_2O_5) U TLU

Ključna oprema i pribor:

- mlin za usitnjavanje uzoraka
- sito 2 mm
- precizna laboratorijska vaga 0,01 g
- mućkalica/tresilica
- filter papir
- spektrofotometar
- destilirana voda
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Fosfor je biogeni element, koji se u tlu nalazi u organskom obliku (podrijetlom iz organskih ostataka u tlu) i anorganskom obliku (u raznim mineralima, u otopini tla ili vezan na adsorpcijskom kompleksu). On predstavlja jedno od temeljnih biljnih makrohraniva, pa se njegov sadržaj često određuje u poljoprivrednim tlima. U kiselim tlima prevladavaju aluminijevi i željezni fosfati, a u ostalima kalcijevi fosfati. Pored sadržaja ukupnog fosfora, češće se određuje sadržaj pristupačnog fosfora u tlu, a rezultati te analize su ključni za planiranje redovite, a posebno meliorativne gnojidbe.

Sadržaj pristupačnog fosfora u tlu najčešće se određuje, ovisno o pH tla i sadržaju karbonata, dvjema različitim metodama, odnosno *AL-metodom* i *Olsen-metodom*, pri čemu se ova druga koristi u tlima koja imaju pH-KCl >7,00 i sadržaj ukupnih karbonata >4,0 %. Za obje metode, rastresiti uzorci tla se prethodno suše na zraku i onda usitnjavaju (uglavnom u električnom mlinu), a sve u skladu s normom ISO 11464. Postupak podrazumijeva prosijavanje tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm, kako bi se izdvojila sitnica tla (frakcija s česticama <2 mm) u kojoj se onda provode laboratorijske analize (ako je originalni uzorak tla prevelik, prosijava ga se u više zasebnih porcija, pri čemu treba dobro homogenizirati uzorak na kraju postupka).

8.1. Određivanje biljci pristupačnog fosfora (P_2O_5) AL-metodom

Kao ekstraktivno sredstvo u ovoj metodi koristi se amonij-laktat-octena kiselina („AL-otopina“). Uzorak se, nakon što je zraku suho tlo (sitnica) pripremljeno u skladu s ISO 11464, izvaže u masi od 5,00 g i prenese u Erlenmeyer tikvicu od 300 mL, u kojoj se prelije sa 100 mL AL-otopine te se ostavi da reagira 24 sata.

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nulta točka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Drugi dan se dobiveni ekstrakt tla profiltrira kroz naborani filter papir (plava vrpca) u čašu, s time da se prva (mutna) frakcija baci. Od filtrata se potom pipetira 10 mL u Erlenmeyer tikvicu od 100 mL, u koju se dodaje i 15 mL destilirane vode te 2 mL smjese amonij molibdata i *Fotorexa*. Na kraju se dodaje i 1 mL kositrenog klorida ($SnCl_2$) i to najprije u tikvicu (uzorak), a potom u standardne otopine („standarde“) te se uzorci dobro promućkaju.

Uz analizu uzoraka, uvijek se pripremaju i standardne otopine različitih koncentracija (0, 10, 20, 30 ili 40 mL) koje odgovaraju količini P_2O_5 u mg/100 g tla. Za standard „0“ se uzima 10 mL AL-

otopine, uz dodatak 15 mL H₂O, 2 mL smjese amonij molibdata i *Fotorexa* i 1 mL SnCl₂. Za standarde od 10, 20, 30 i 40 mL, iz tikvica u kojima se nalaze napravljeni standardi, pipetira se po 10 mL sadržaja te se dodaje isto što i u uzorke i u standard „0“. Sve standardne otopine se na kraju promućkaju.

Nakon ekstrakcije fosfora AL-otopinom, uzorci i standardne otopine ostave se da stoje 30-60 min, kako bi se u njima razvila plava boja. Nakon toga se na prethodno kalibriranom spektrofotometru mjeri intenzitet razvijene plave boje, i to pri valnoj dužini od 620 nm. Temeljem tako izmjerenih vrijednosti mg P₂O₅/100 g tla, radi se interpretacija opskrbljenosti tla biljci pristupačnim fosforom (**Tablica 9**).

Tablica 9. Interpretacijske vrijednosti za sadržaj lako pristupačnog fosfora po AL-metodi (Vukadinović i Lončarić, prema Pravilniku NN 47/19)

Klasa opskrbljenosti		mg P ₂ O ₅ / 100 g tla	
		pH < 6,00	pH ≥ 6,00
A	Vrlo slabo opskrbljeno	< 8,00	< 5,00
B	Slabo opskrbljeno	8,00-16,00	5,00-12,00
C	Dobro opskrbljeno	16,01-25,00	12,01-20,00
D	Bogato opskrbljeno	25,01-45,00	20,01-30,00
E	Vrlo bogato opskrbljeno	> 45,00	> 30,00

8.2. Određivanje biljci pristupačnog fosfora metodom po Olsenu

Za određivanje biljci pristupačnog fosfora ovom metodom, uzorak tla treba biti pripremljen u skladu s ISO 11464 te mora imati pH >7,00 (u 1 M KCl-u) i sadržaj ukupnih karbonata >4,0 %. Izvaže se 5,00 g zrakosuhe sitnice, koja se prenese u bocu za mućkanje od 250 mL i prelije sa 100 mL ekstrakcijske otopine natrijevog hidrogen-karbonata (0,5 M NaHCO₃) kod pH 8,5. Naposljetku se tako pripremljen uzorak mućka na mućkalici 30 minuta, pa se centrifugira, te profiltrira kroz filtar papir (*Whatman No. 42* ili drugi odgovarajući).

Prije **vaganja**, uključiti vagu pritiskom na odgovarajući gumb i provjeriti horizontalni položaj vage (na način koji ovisi o modelu vage; najčešće vage imaju zračni mjehurić, koji mora biti u centru libele - ako to nije slučaj, onda vagu treba podesiti pomoću nožica vage s navojem). Potom treba provjeriti nultu točku vage - ako ona ne odgovara, treba napraviti kalibraciju. Kalibracija vage radi se najčešće (ovisno o modelu) tako da se drži pritisnuta odgovarajuća tipka (TARE/MENU-CAL/ZERO...), dok se na ekranu se pojavi trepćuća oznaka za kalibraciju, koju treba potvrditi npr. s naredbom YES, kako bi se na ekranu pojavio odgovarajući znak (npr. INCAL – ako vaga ima unutarnju kalibraciju), koju također treba potvrditi s naredbom YES i onda pričekati da se nultočka namjesti. Uvijek treba, prije vaganja, provjeriti ponovljivost vage, a očitane vrijednosti odvaga upisati u laboratorijski dnevnik. Ako provjera ponovljivosti zadovoljava, po potrebi tarirati mjernu posudicu za vaganje, pa vagani uzorak/predmet/kemikaliju polagano staviti na mjernu plohu (i zatvoriti vratašca vage, ako su ona dio uređaja). Kada se očitavanje na ekranu ustali, može se zabilježiti odvaga. Nakon vaganja, po potrebi ju treba očistiti (i zatvoriti vratašca na vagi, ako ona postoje). Napominje se da je važno da je vaga postavljena na odgovarajućem (iznimno čvrstom) stolu i u odgovarajućoj (zatvorenoj, mirnoj i dobro temperiranoj) prostoriji.

Nakon filtracije, otpipetira se 5 mL filtrata u tikvicu od 25 mL, dodaje se 1 kap indikatora p-nitrofenola i umjerava pH u tikvici na 5,0 koristeći otopinu sulfatne kiseline (2,5 M H₂SO₄). Dobivenu otopinu treba razrijediti deioniziranom vodom do 20 mL, promućkati ju i dodati joj 4,0 mL bojanog reagensa (*reagens B* je smjesa askorbinske kiseline (C₆H₈O₈) i *reagens A*), nadopuniti tikvicu do 25 mL deioniziranom vodom i dobro promućkati. Sve isto je potrebno napraviti i sa serijom *radnih standarda*.

Priprema reagensa A: Potrebno je otopiti 12,00 g amonijevog heptamolibdata $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$ u 250 mL destilirane vode, kao i 0,2908 g kalijevog antimon tartarata $\text{KSbOxC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ u 100 mL destilirane vode. Nakon toga se obje otopine (prethodno zasebno napravljene) dodaju, uz miješanje, u čašu od 2000 mL, u kojoj je 1000 mL hladne 2,5 M H_2SO_4 (139 mL 18M H_2SO_4 razrijeđena na 1000 mL vode). Dobivenu smjesu treba dobro promiješati, a tikvicu nadopuniti do oznake od 2000 mL.

Priprema reagensa B: Za pripremu ovog reagensa, treba otopiti 1,065 g askorbinske kiseline $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_8$ u 200 mL reagensa A i dobro promiješati. Tako pripremljen reagens mora biti svjež (nakon što stoji 24 sata, više se ne može koristiti za analizu).

Priprema osnovnog standarda: Za pripremu osnovnog standarda potrebno je u odmjernu tikvicu od 500 mL rastopiti 0,2197 g kalijevog dihidrogen fosfata KH_2PO_4 , prethodno osušenog na 130 °C (tijekom 24h) u 0,5M NaHCO_3 (pH 8,5), uz dodatak 2 kapi kloroforma (CHCl_3) zbog zaustavljanja biološke aktivnosti.

Priprema radnih standarda: Za pripremu radnih standarda potrebno je u odmjernu tikvicu od 500 mL otpipetirati 100 mL osnovnog standarda i razrijediti ga do 500 mL sa 0,5 M Na HCO_3 . Iz tako pripremljene otopine onda treba pipetirati 0, 5, 10, 15, 20, 25, 37,5 i 50 mL u zasebne odmjerne tikvice od 500 mL, koje pak treba nadopuniti ekstrakcijskom otopinom (0,5 M Na HCO_3), što će odgovarati koncentracijama fosfora od 0, 4, 8, 12, 16, 20, 30 i 40 mg P/kg tla.

Nakon 30 minuta stajanja, može se pristupiti mjerenju apsorbance uzoraka na spektrofotometru (pri valnoj dužini od 880 nm), uz prethodno kalibriranje instrumenta serijom radnih standarda, pri čemu se interpretacija dobivenih rezultata može napraviti prema graničnim vrijednostima u **Tablici 10.**

Tablica 10. Interpretacijske vrijednosti za sadržaj pristupačnog fosfora u tlu (Pravilnik NN47/19)

Sadržaj pristupačnog fosfora u tlu (mg/kg)	Opskrbljenost tla
≤10,00	Siromašno fosforom
11,00-25,00	Srednje opskrbljeno fosforom
26,00-100,00	Dobro opskrbljeno fosforom
>100,00	Bogato opskrbljeno fosforom

Opće upute za rad sa spektrofotometrom pri analizi lako pristupačnog fosfora AL-metodom

Uključivanje instrumenta i postavljanje temeljnih parametara:

Znatno prije predviđenog početka mjerenja (barem oko 30 min), potrebno je uključiti spektrofotometar. Iz popisa modova na ekranu, treba odabrati onaj odgovarajući za mjerenje (fotometrijski mod) te potrebnu valnu dužinu (620 nm). Nakon toga, uzeti standard „0“ i usisati ga pritiskom na odgovarajući gumb uređaja - ukoliko se na ekranu ne pokaže potrebna vrijednost nultog očitavanja (absorbancija-ABS 0,000), stisnuti odgovarajući gumb za „nuliranje“ i pričekati da se na ekranu pokaže vrijednost ABS „0“ = 0,000. Na kraju, na uređaju se obavi povratak na popis modova, gdje se odabire kvantifikacijski mod, pa se provjeri (i eventualno potvrdi) da je valna dužina odgovarajuća.

Kreiranje kalibracijske krivulje instrumenta:

Potrebno je ući u postavke kalibracijske krivulje i odabrati “multi-point calibration” (ili sličnu opciju, ovisno o uređaju), upisati ukupan broj standarda (uključujući i „0“), potvrditi unesene postavke, te unijeti koncentracije standarda (obično je, nakon svakog unosa, koncentraciju potrebno potvrditi tipkom). Potom se može pritisnuti tipka za mjerenje (eventualno i za direktan upis) absorbancija, pa usisati prvo standard „0“, a onda i svaki sljedeći standard. Nakon očitavanja ABS vrijednosti zadnjeg standarda, na ekranu moraju biti prikazane koncentracije i absorbancije svakog od njih. Pritiskom na odgovarajuće tipke, prikazuju se odgovarajuće kalibracijske krivulje (koncentracija/ABS), kao i jednadžbe pravca (provjeriti u uputama uređaja koliko je maksimalno dozvoljeno odstupanje).

Mjerenje absorbancije:

Prije početka samog mjerenja, potrebno je pritisnuti tipku za povratak na početni ekran za kreiranje kalibracijske krivulje. Mjerenje ABS vrijednosti fosfora u uzorcima obavlja

se pritiskom na gumb pumpe i čekanjem da se na ekranu pojavi očitana absorbancija s pripadajućom koncentracijom za određeni uzorak (kod fosfora su prikazane koncentracije direktno izražene u mg P₂O₅/100 g tla). Nakon očitavanja vrijednosti, uzima se idući po redu uzorak te se gore opisani postupak ponavlja.

9. ODREĐIVANJE HIGROSKOPICITETA TLA

Ključna oprema i pribor:

- sušionik
- staklene posudice (sušilice) sa zabrušenim čepom
- sito 2 mm
- analitička laboratorijska vaga 0,0001 g
- eksikator
- ostala oprema i laboratorijsko suđe (prema priloženom opisu postupka analize)
- reagensi (prema priloženom opisu postupka analize)

Higroskopicitet (higroskopna vlažnost tla) vezan je za sposobnost tla da na površini svojih čestica kondenzira vodenu paru iz zraka u obliku higroskopne vlage. Higroskopna vlaga je ona koju tlo sadrži pri relativnoj vlažnosti zraka od 96% i pri temperaturi 25 °C, a predstavlja tanki sloj molekula vode adsorbiran na površini čestica tla. Higroskopicitet ovisi prvenstveno o sadržaju humusa i gline u tlu te o relativnoj vlazi zraka. Naime, povećanjem udjela humusa i gline u tlu, kao i relativne vlažnosti zraka, povećava se higroskopicitet.

Postupak određivanja higroskopiciteta uključuje rastresite uzorke zrakosuhe sitnice, pripremljene u skladu s normom ISO 11464 (prosijavanje zrakosuhog tla kroz normirano sito s otvorima veličine dva mm). U sušilicu sa zabrušenim poklopcem najprije se odvagne 20-40 g zrakosuhe sitnice (5-10 g u slučaju jako humoznih tala), pa se sušilica (bez poklopca) stavi u eksikator, i to povrh 100 ml 10% H₂SO₄ prethodno stavljene na dno eksikatora.

Eksikator se zatvori te se iz njega evakuira zrak, a uzorak se ostavi unutra tri dana. Istekom ispitivanja, ispušta se suhi zrak u eksikator pomoću bočice sa 10 % H₂SO₄, stavlja se svježa 10 % H₂SO₄ i nastavlja s postupkom još dva dana. Nakon ukupno pet dana, sušilica se izvadi iz eksikatora, brzo se prilikom vađenja začepi zabrušenim poklopcem i odvaži. Na kraju se sušilica s tlom se stavlja u sušionik, u kojem se suši na 105 °C do konstantne težine, kako bi se opet vagala.

Nakon završetka analize, izračun higroskopiciteta obavlja se kako slijedi:

$$Hy = \frac{b - c}{c - a} \cdot 100$$

gdje je:

a = prazna sušilica

b = prazna sušilica + tlo s higroskopnom vlagom

c = prazna sušilica + apsolutno suho tlo

LITERATURA

- Čoga, L., Slunjski, S. (2018): Dijagnostika tla u ishrani bilja. SuZ Agronomski fakultet, Zagreb
- Husnjak, S. (2022): Osnove pedologije. SuZ Agronomski fakultet, Zagreb
- HRN ISO 10390:2005: Kakvoća tla - Određivanje pH-vrijednosti
- HRN ISO 10693: 2014 - Određivanje sadržaja karbonata - Volumetrijska metoda
- HRN ISO 11277, 2011. Kakvoća tla - Određivanje raspodjele veličine čestica (mehaničkog sastava) u mineralnom dijelu tla – Metoda prosijavanja i sedimentacije (ISO 11277:2009)
- HRN ISO 11464, 2009. Kakvoća tla - Priprema uzorka za fizikalno kemijske analize (ISO 11464:2006)
- JDPZ (1966): Priručnik za ispitivanje zemljišta. Knjiga I- Hemijske metode ispitivanja zemljišta. JDPZ, Beograd
- Olsen, S. R., C. V. Cole, F. S. Watanabe, and L. A. Dean. (1954): Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. US Government Printing Office. Washington, D.C.
- Soil Survey Staff, 2014. Soil Survey Field and Laboratory Methods Manual. Soil Survey Investigations Report No. 51, Version 2.0. R. Burt and Soil Survey Staff (ed.). U.S. Department of Agriculture, Natural Resources Conservation Service (USDA-NRCS)
- Škorić, A. (1986): Priručnik za pedološka istraživanja. Fakultet poljoprivrednih znanosti, Zagreb