MENDELOVA UNIVERZITA V BRNĚ AGRONOMICKÁ FAKULTA

DIPLOMOVÁ PRÁCE

BRNO 2015

Bc. LUDMILA CHMELÍKOVÁ

Mendelova univerzita v Brně

Agronomická fakulta

Ústav geologie a pedologie





Srovnání metod měření zrnitostního složení půd:

laserová granulometrie versus pipetovací metoda

Diplomová práce

Vedoucí práce:

doc. Mgr. Jindřich Kynický, PhD.

Vypracovala: Bc. Ludmila Chmelíková

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem práci: Srovnání metod měření zrnitostního složení půd: laserová granulometrie versus pipetovací metoda vypracoval/a samostatně a veškeré použité prameny a informace uvádím v seznamu použité literatury. Souhlasím, aby moje práce byla zveřejněna v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb.,o vysokých školách ve znění pozdějších předpisů a v souladu s platnou Směrnicí o zveřejňování vysokoškolských závěrečných prací.

Jsem si vědom/a, že se na moji práci vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, a že Mendelova univerzita v Brně má právo na uzavření licenční smlouvy a užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

Dále se zavazuji, že před sepsáním licenční smlouvy o využití díla jinou osobou (subjektem) si vyžádám písemné stanovisko univerzity, že předmětná licenční smlouva není v rozporu s oprávněnými zájmy univerzity, a zavazuji se uhradit případný příspěvek na úhradu nákladů spojených se vznikem díla, a to až do jejich skutečné výše.

V Brně dne:....

podpis

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěla poděkovat vedoucímu své diplomové práce, doc. Mgr. Jindřichu Kynickému, PhD., a Ing. Martinu Brtnickému, za odborné vedení a cenné rady. Poděkování patří také Ústavu agrochemie, půdoznalství, mikrobiologie a výživy rostlin za poskytnutí zrnitostního přístroje použitého pro analýzu vzorků. Zároveň bych na tomto místě chtěla poděkovat svým nejbližším za podporu v průběhu celého studia.

ABSTRAKT

Název práce: Srovnání metod měření zrnitostního složení půd: laserová granulometrie versus pipetovací metoda

Předkládaná diplomová práce se zabývá stanovením zrnitostního složení hlinitých a písčitých půd metodou laserové granulometrie a porovnáním získaných výsledků s výsledky pipetovací metody. V první části práce je uveden teoretický základ porovnávání těchto metod, zaměřující se především na možné problémy jejich srovnávání a na vhodnost nastavených parametrů pro získání, co nejpřesnějších výsledků. Porovnáváno bylo 90 vzorků hlinitých a 30 vzorků písčitých půd, které byly analyzovány přístrojem Malvern Mastersizer 2000. V rámci porovnání byl zjištěn rozdíl v získaných výsledcích mezi laserovou granulometrií a pipetovací metodou, který se různil v závislosti na vlastnostech analyzovaných vzorků. I přes rozptyl získaných výsledků, byla mezi metodami u hlinitých půd pro jílovou frakci zjištěná korelační závislost 0,92. U písčitých půd byla nalezena korelační závislost 0,90 vztahující se na pískovou frakci.

Klíčová slova: zrnitostní složení půd, laserová granulometrie, pipetovací metoda, Malvern Mastersizer 2000

Title: Comparison of two methods of measurement of soil particle size distribution: laser granulometry and pipette method

Thesis aims to define determination of particle size distributions loamy and sandy soils measured by two methods of measurement: laser granulometry and pipette method and comparison of measured results. First part of thesis is focused on theoretical comparison of two methods of measurements, predominantly on potential problems connecting with their comparing and suitable setting of device parameters to obtain accurate results. Comparison between laser granulometry and pipette method was carried out for 90 loamy and 30 sandy soil samples. Analyzed samples were measured using a Malvern Mastersizer 2000. Comparison of laser granulometry and pipette methods demonstrated differences of results, which were different for the various samples. Despite the variance of the measured results, was found for the clay fraction the correlation 0, 92 between methods for loamy soils, for sandy soils was found the correlation of 0.90 for the sand fraction.

Key words: partical size distributions (PSD), laser granulometry, pipette method, Malvern Mastesizer 2000

1 ÚVOD	
2 CÍLE PRÁCE	11
3 LITERÁRNÍ PŘEHLED	
3. 1 Půdní zrnitost	
3. 1. 2 Klasifikační systémy zrnitostního složení půd	
3.1.3 Půdní částice	17
3.1.3.1 Částice písku	
3.1.3.2 Prachové částice	
3.1.3.3 Jílové částice	
3.1.4 Měrný (specifický) povrch půdních částic	
3. 1. 5 Půdní druhy a jejich charakteristika	
3.2 Metody stanovování zrnitostního složení půd	
3.2.1 Metoda prosévání	
3.2.2 Sedimentační metody	
3.2.2.1 Kopeckého plavící metoda	
3.2.2.2 Casagrandeho hustoměrná metoda	
3.2.2.3 Pipetovací metoda	
3.2.3 Metoda laserové granulometrie	
3.2.3.1 Princip laserové granulometrie	
3.2.3.2 Teorie Mie a Franhouferova teorie rozptylu světla	
3.2.3.3 Index lomu materiálu, absorbční koeficient	
3.2.3.4 Nastavení doby měření	
2.2.3.5 Výběr rychlosti míchání	41
3.2.3.6 Obskurace	
3.2.3.7 Dispergace vzorku	
3.4 Porovnání pipetovací metody a laserové granulometrie	
4 MATERIÁL A METODIKA	50
4.1 Odběr půdních vzorků	50

4.2 Laboratorní metody
4. 2. 1 Stanovení zrnitostního složení půd pipetovací metodou 50
4.2.1.1 Přepříprava vzorku a jeho dispergace
4. 2. 2 Stanovení zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie 52
4.2.2.2 Předpříprava vzorků
4.2.2.3 Nastavená doba měření, rychlost míchání a oskulace
4.2.2.4 Nastavení indexu lomu materiálu a absorpčního koeficientu 59
4.2.2.5 Dispergace vzorku pomocí ultrazvuku
4.3 Statistické vyhodnocení dat60
5 VÝSLEDKY A DISKUZE
5.1 Stanovení vhodného způsobu měření hlinitých a písčitých půd metodou
laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou 60
5.1.1 Vliv změny obskurace a doby působení ultrazvuku na přesnost naměřených
výsledků u hlinitých půd63
5.1.1.1 Statistické porovnání způsobů I – IV s pipetovací metodou
5.1.1.2 Zařazení půdních vzorků do zrnitostních tříd
5.1.2 Vliv změny obskurace, doby působení ultrazvuku a předpřípravy vzorku
na vhodnost získaných výsledků hlinitých půd v porovnání s pipetovací metodou68
5.1.2.1 Statistické porovnání způsobů měření A – D s pipetovací metodou 72
5.1.3 Vliv změny obskurace a doby působení ultrazvuku na přesnost naměřených
výsledků u písčitých půd73
5.1.3.1 Statistické porovnání způsobů měření I – III s pipetovací metodou. 76
5.2 Porovnání stanoveného obsahu zrnitostních frakcí laserovou difrakcí s výsledky
z pipetovací metody u hlinitých půd77
5.2.1 Porovnání výsledků skupiny referenčních vzorků hlinitých půd s pipetovací
metodou
5.2.2 Porovnání výsledků skupiny odebraných vzorků hlinitých půd s pipetovací
metodou
5.3 Porovnání stanoveného obsahu zrnitostních frakcí metodou laserové
granulometrie s výsledky z pipetovací metody u písčitých půd

5.3.1	Porovnání	výsledků	skupiny	referenčních	vzorků	písčitých	půd
s pipetova	ací metodou						81
5.3.2	Porovnání vý	vsledků sku	piny odebi	raných vzorků	s pipetov	ací metodo	u.83
7 ZÁVĚR							86
8 POUŽIT.	Á LITERAT	URA					89
9 SEZNAN	1 OBRÁZKI	Ů					94
10 SEZNA	M TABULE	EK					96

1 ÚVOD

Zrnitostní složení půdy je považováno za jednu z nejvýznamnějších půdních charakteristik. Ovlivňuje velké množství fyzikálních, chemických a biologických vlastnosti půdy, ale také její zpracovatelnost a úrodnost, proto je její stanovování považováno za základní laboratorní analýzu.

Od vzniku první laboratorní metody pro stanovování zrnitosti půdy, postupně vznikalo široké spektrum nových laboratorních analýz. Některé se pro svoji nepřesnost nebo velkou časovou náročnost již nepoužívají, jiné si své místo na poli vědy udržely již několik desítek let. Stále vznikají metody nové, rychlejší, zdánlivě přesnější, s možností detekce částic i menších velikostí.

Jednou z nověji vzniklých metod je i metoda laserové granulometrie. Pro svoji rychlost a velký rozsah detekovatelných velikostí půdních částic je stále častěji využívána. Jsou ale výsledky získané touto metodou srovnatelné s výsledky ze standardizované metody pro zrnitostní rozbor?

Předkládaná diplomová práce se zabývá právě porovnáním stanoveného zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie využívající ke stanovování velikosti částic lomu laserového paprsku s pipetovací metodou, jejíž princip je založen na Stočesově zákoně.

2 CÍLE PRÁCE

 Zpracovat literární rešerši obecně o zrnitosti půd a o metodikách měření zrnitosti se zaměřením na laserovou granulometrii a pipetovací metodu.

• Odebrat reprezentativní vzorky a vybrat vhodné referenční vzorky.

• Odebrané vzorky laboratorně vyhodnotit s použitím laserové granulometrie.

• Vlastní výsledky z laserové granulometrie statisticky porovnat s hodnotami referenčních vzorků měřených pipetovací metodou.

• Diskutovat dosažené výsledky i hodnoty referenčních vzorků a srovnat vlastní poznatky s dostupnou literaturou.

3 LITERÁRNÍ PŘEHLED

3.1 Půdní zrnitost

Zrnitost půdy vyjadřuje poměr zastoupených půdních částic v půdním vzorku, které se dle velikosti člení do tři základních zrnitostních frakcí – pískové, prachové a jílové. Částice jsou do zrnitostních frakcí přiřazovány nejen na základě jejich velikosti, ale v potaz jsou brány i jejich fyzikální a fyzikálně-chemické vlastnosti (Plaster, 2014, Fulajtár, 2006, Vopravil, 2010).

Podrobnější klasifikace zrnitostních frakcí půdy podle různých klasifikačních systémů je uvedena v kapitole 3.1.2.

3. 1. 2 Klasifikační systémy zrnitostního složení půd

Pevná fáze půdy je tvořena minerální frakcí a organickou hmotou. Minerální frakce se skládá z elementárních částic (zrn) různé velikosti, které spolu tvoří polydisperzní systém. Rozptyl velikosti částic se pohybuje od nejmenších koloidních částic až po nejhrubší frakce štěrku a písku. Částice se od sebe liší nejen velikostí, ale i tvarem a chemickým složením (Jury a Horton, 2004, Rehák a Janský, 2000).

Jak už bylo zmíněno výše, částice jsou dle své velikosti, ale i dle mineralogického složení a podobných fyzikálních a chemických vlastností členěny do zrnitostních frakcí, které se v jednotlivých státech různí.

White, 1997 uvádí, že nejčastěji používané systémy pro třídění částic do zrnitostních frakcí jsou systémy přijaté U. S. Department of Agriculture (USDA) a British Standards Institutions (BSI).

Mezinárodní klasifikace zrnitostních frakcí byla navržena v roce 1912 švédským vědcem Atterbergem, který jako horní hranici jílu stanovil hodnotu 0,002 mm (2 μ m). Atterbergův systém byl založený na předpokladu rovnoměrného zastoupení částic v půdě. Jednalo se o sestupnou geometrickou řadu s konstantou 10^{-1/2} = 0,316. Sled zastoupení částic byl potom následující: 2 mm – 0,63 mm-0,2 mm-0,063 mm-0,02 mm – 0,0063 mm a 0,002 mm. Atterbergem stanovená horní hranice pro jílovou frakci 0,002 mm, byla navržena na základě zjištění, že částice menší než 2 μ m jsou ve vodním roztoku již částečně ovlivňovány Brownovým pohybem a nedochází tak k jejich volnému poklesu na základě gravitace. Toto vymezení hranice jílových částic bylo podpořena i různými mineralogickými studiemi, které ukázaly, že ve frakcích menších než 0,002 mm je na rozdíl od větších půdních frakcí, přítomno poměrně malé množství primárních minerálů

Jílovou frakci tak můžeme považovat za směs sekundárních minerálů a produktů zvětrávání (Baver et al, 1972, Jury a Horton, 2004, Zbíral et al,2011).

Na takto stanovené horní hranici jílu se shoduje více klasifikačních systémů. Mimo mezinárodní klasifikaci (tabulka 1) ji využívá i klasifikační systém USDA (tabulka 2) a British Standards Institutions (tabulka 3). Existuje také dohoda, že horní hranicí pro písek jsou částice o velikosti 2 mm (2000µm). Větší částice jsou klasifikované jako hrubší písek, štěrk nebo kameny.

Největší rozdíly v klasifikaci jsou u prachovo-pískové kategorie a způsobu dělení pískové frakce. Hranicí mezi pískovou a prachovou frakcí je dle klasifikace USDA hodnota 0,5 mm (tato hranice je použita i v klasifikační systému dle Kopeckého), setkáme se ale i s hranicí 0,02 mm (používanou mezinárodní klasifikací) a hodnotou 0,06 (klasifikace BSI). Nejlogičtěji působí mezinárodní systém, který používá kategorie 2, 20, 200 a 2000 µm (0,002, 0,02, 0,2 a 2 mm), ale USDA-FAO systém je v praxi vhodnější, protože hranice mezi prachem a pískem, která je stanovena na hodnotu 50 µm, odpovídá bodu, kdy lze prsty rozpoznat hranici mezi netvořícími se hrudkami u písku a jemností u prachu a je dobře rozpoznatelná i zvyšující se vododržnost půdy (Jury a Horton, 2004, Marshall a Holmes, 1988, McRae, 1988, White, 1997).

Tabulka 1 Mezinárodní klasifikace (hodnoty v mm)

Písek			Prach	JA	
hrubý	7	jemný		0.1	
2.0	0.2	0.02		0.002	

Tabulka 2 Klasifikace USDA (hodnoty v mm)

	Písek					
velmi hrubý	hrubý	střední	jemný	velmi jemný	Prach	Jíl
2,0	1,0 0	,5 0,2	5 0,1),05	0,002

Tabulka 3 Klasifikace BSI (hodnoty v mm)

		Písek			Prach		.Jíl
	hrubý	střední	jemný	hrubý	střední	jemný	U II
2,0		0,06	0,02	0,06	0,02	0,006	0,002

Protože vlastnosti půdy se liší na základě obsaženého převládajícího druhu částic, jsou půdy pojmenovávány podle množství obsaženého písku, prachu a jílu. Zrnitostní trojúhelník (obrázek 1) je dle Jury a Hortona, 2004, vhodným způsobem, jak vyjádřit vztah mezi pojmenováním půdy a jejich zrnitostním složením. Texturní klasifikace podle trojúhelníkového diagramu jsou založené na texturním třídění podle procentuálního zastoupení pískové, prachové a jílové frakce. Nejrozšířenější metodou tohoto třídění je klasifikace USDA. Tato klasifikace je doporučená a používaná také v půdoznaleckých pracích FAO. Odlišnost od námi využívaného trojúhelníkového diagramu je v rozdílně stanovené horní hranici jílové frakce. V našich půdoznaleckých trojúhelníkových diagramech se za jílovou frakci považují částice menší než 0,001 mm (Čurlík a Šurina, 1998).

Každá ze tří hlavních zrnitostních frakcí (písek, prach a jíl) má svůj počátek v jiném rohu trojúhelníku. Pro písek je hodnota 0 % v pravém dolním rohu, pro prachové částice leží hodnota 0% na vrcholu trojúhelníku a jílová frakce má svůj počátek v levém dolním rohu trojúhelníku.



Obrázek 1 Trojúhelníkový diagram zrnitosti půd (NRSC USDA), (dostupné na: http://storm.fsv.cvut.cz/on_line/pedo/Trojuhel-diag-zrnitost.gif)

Výstupem zrnitostních rozborů půd je jednak procentuální vyjádření obsahu jednotlivých zrnitostních frakcí, druhým způsobem vyjádření může být sestrojená zrnitostní křivka a nebo jejich zařazení do zrnitostní třídy.

Texturní klasifikace podle trojúhelníkového diagramu USDA dělí půdy na 12 zrnitostních tříd a to podle procentuálního zastoupení jednotlivých půdních frakcí (písku, prachu a jílu). V tabulce 4 je uveden procentuální obsah jednotlivých určujících zrnitostních frakcí pro jednotlivé zrnitostní třídy.

Z rnitostní	Název z	rnitostních tříd	Zastoupení určujících zrnitostních	
zh mtostm	České	Anglické	Eastoupen ureujteen zi mostinen	
skupina	označení	označení	ігаксі	
Lehká	Písek	Sand	\geq 85 % písku, prach a 1,5 násobek jílu	
			nepřevyšuje 15%	
	Hlinitý		85 – 90 % písku, prach a 1,5 násobek jílu	
	písek	Loamy sand	není menší než 15 % nebo 70-80% písku,	
	Provid		prach a dvojnásobek jílu nepřevyšuje 30 %	
Střední	Písčitá		> 20 % jílu, prach a dvojnásobek jílu	
	hlína	Sandy Loam	nepřesahuje 30 % a $>$ 52 % písku nebo $<$ 7 %	
			jíl, < 50 % prach, 43 – 52 % písku	
	Hlína Loam	Loam	7-27 % jíl, 28 – 50 % prach a <52 %	
		Louin	písku	
	Prachovitá	Silt loam	≥ 50 % prach a 12 – 27 % jíl nebo 50 –	
	hlína		80 % prach a < 12 % jíl	
	Prach	Silt	80 – 100 % prachu, < 12 % jíl	
	Písčitá	Sandy Clay	> 45 % písku, < 28 % prachu, 20 – 35 %	
	jílovitá hlína	Loam	jílu	
	Jílovitá	Clay Loom	20 – 45 % písku 27 – 40 % jílu	
	hlína	Chuy Louin	20 10 % picka, 27 10 % jita	
	Prachovitá	Silty Clay	< 20 % písku 27 – 40 % jílu	
	jílovitá hlína	Loam	< 20 % pisku, 27 10 % jilu	
Těžké	Písčitý jíl	Sandy Clay	> 45 % písku, > 35 % jílu	
	Prachovitý	Silty Clay	> 40 % prachu > 40 jílu	
	jíl	Sincy Ciay	2 to 70 practice, 2 to jitu	
	Jíl	Clay	< 45 % písku, < 40 % prachu, > 40 % jílu	

Tabulka 4 Zastoupení určujících zrnitostních frakcí v jednotlivých zrnitostních třídách (Fulajtár, 2006, Rehák a Janský, 2000)

Z klasifikačních stupnic pro mechanické třídění zemin se u nás můžeme setkat také se stupnicí Kopeckého (1899), z počátku převzatou od Shöneho, pro kterou byl zkonstruován plavící přístroj (kapitola 2.2.2.1), uvedenou v tabulce 5 a se zjednodušenou

stupnicí Spirhanzlovou (1944). Obě tyto stupnice třídění zemin jsou již mírně zastaralé (Honsa, 2005, Vopravil, 2010).

Tabulka 5 Klasifikace dle Kopeckého (hodnoty v mm)

	Písek (IV. kategorie)	Práškovitý písek (III. kategorie)	Prach (II. kategorie)	Jílnaté č (I. kateg	é ástice gorie)
	Střední	Jemný písek	Hrubý prach	Jemný a střední prach	jíl
2,0	0,	25 0,0)5 (0,01 0,0	001

Stále se u nás běžně používá Novákova stupnice (1953), kde je rozhodujícím kritériem pro hodnocení procentický obsah I. zrnitostní kategorie v jemnozemi, tj. obsahu částic s velikostí pod 0,01 mm. Na základě zastoupení jednotlivých frakcí můžeme zeminu klasifikovat podle půdního druhu (Vopravil, 2010).

Novákova klasifikační stupnice (tabulka 6) je v České a Slovenské republice doposud nejpoužívanější klasifikací. Zrnitost hodnotí v 7 stupních u základní a ve třech stupních u zkrácené klasifikace. Její výhodou je dobrá srozumitelnost pro uživatele v praxi a pro půdoznalce poměrně přesná klasifikovatelnost půdních druhů přímo v terénu (Čurlík a Šurina, 1998).

Obsah částic I. kategorie	Označení druhu půdy	Zkratka půdního druhu	Klasifikace půdy
0 - 10	písčitá	Р	lehká
10 - 20	hlinitopísčitá	HP	Terintu
20 - 30	písčitohlinitá	PH	středně těžká
30 - 45	hlinitá	Н	Sti Curio tozitu
45 - 60	jílovitohlinitá	JH	
60 - 75	jílovitá	JV	těžká
nad 75	jíl	J	

Tabulka 6 Novákova klasifikace (upraveno dle Čurlík a Šurina, 1998)

Klasifikace půdy na lehkou, středně těžkou a těžkou je členění půd na základě jejich zpracovatelnosti. Toto označení se tedy nespojuje s hmotností půd na jednotku objemu, ta může být pro písčité půdy mnohem větší než pro půdy jílovité, ale týká se síly, kterou je třeba dodat, abychom mohli půdu obdělávat (Huang et al, 2011). Mezi lehce obdělávatelné půdy patří půdy písčité a hlinitopísčité. Středně těžce obdělávatelné půdy jsou půdy písčitohlinité a hlinité. Protože jílové částice mají tendenci držet při sobě a

jejich obdělávání je díky tomu těžší než např. u půd písčitých, řadíme jílovitohlinité půdy, jílovité půdy a jíl mezi těžké půdy.

Šarapatka, 2014 zdůrazňuje, že při hodnocení půd je třeba vzít v úvahu i obsah skeletu. Skelet představují úlomky hornin větší než 2 mm, volba této hranice souvisí s horní hranicí kapilárního pohybu vody v půdě (Zbíral et al, 2011). V tabulce 7 je uvedeno dělení skeletu dle Kopeckého klasifikace.

Tabulka 7 Klasifikace skeletu dle Kopeckého

Velikost zrn	Označení frakce
2,00-4,00	Hrubý písek
4,00 - 30,00	štěrk
>30,00	kámen

Hodnocení půdy podle celkového obsahu skeletu je uvedeno v tabulce 8.

Tabulka 8 Hodnocení půdy podle obsahu skeletu (převzato z Šarapatka, 2014)

Obsah skeletu v %	Označení půd
5 - 10	Označení půdního druhu + s příměsí štěrku nebo kamení
10 - 25	Označení půdního druhu + slabě štěrkovitá nebo kamenitá
25 - 50	Označení půdního druhu + středně štěrkovitá nebo kamenitá
50 - 75	Označení půdního druhu + silně štěrkovitá nebo kamenitá
>75	Bez označení půdního druhu, štěrkovitá nebo kamenitá

3.1.3 Půdní částice

Jednou z nejdůležitějších vlastností pevné fáze půdy je velikost a tvar jednotlivých půdních částic tvořících matrici půdy, jejich chemické a mineralogické složení a fyzikální a chemické vlastnosti jejich povrchu (Jury a Horton, 2004).

Půdní částice se mohou skládat z jednoho druhu materiálu s jednotnými vlastnostmi, nebo mohou být složené z menších částic vázaných dohromady, kdy vlastnosti jednotlivých částic mohou být odlišné (Loveland a Whaley, 2001).

Jílová frakce se ve většině půd skládá z minerálních látek, které se složením a vlastnostmi liší ve srovnání s pískem a prachovými částicemi (Foth a Turk, 1972). Rehák a Janský, 2000 uvádí, že s klesající velikostí frakce se snižuje podíl horninových zbytků a primárních minerálů a vzrůstá podíl obsažených sekundárních minerálů.

Písková a prachová frakce je tedy převážně složena z primárních minerálů a to zejména z křemene, hlinitokřemičitanů a živce. Protože zvětráváním jílových minerálů vznikají minerály sekundární, ze kterých je převážně složena jílová frakce půdy, mohou primární minerály svým složením přímo ovlivnit mineralogickou povahu jílových částic. (Foth a Turk, 1972, Jury a Horton, 2004, White, 1997).

Jílová frakce se primárně skládá z oxidů křemíku, hliníku, železa a vodíku spolu s různým množstvím obsažených oxidů titanu, vápníků, hořčíku, manganu, draslíku a fosforu (Jury a Horton, 2004).

Půdní částice se liší nejen svojí velikostí a mineralogickým složením, ale také svým tvarem, který je dán velikostí minerálů obsažených v matečních horninách a průběhem fyzikálního a chemického zvětrávání (Marshal a Holmes, 1988, Zbíral et al, 2011).

V hrubších frakcích převládají částice kulovitého tvaru, anebo nepravidelných mnohostěnů, zatímco v jemnějších frakcích převládají částice lístkovitého a šupinkovitého tvaru. Můžeme tedy říci, že čím menší je velikost půdních částic, tím větší je jejich odchylka od kulovitého tvaru. (Baver et al, 1972, Jury a Horton, 2004, Loveland and Whalley, 2001, Shukla, 2014, Zbíral et al, 2011).

Tvar půdních částic můžeme charakterizovat pomocí kulatosti (sphericity), zaoblenosti (roundness) a hladkosti (smoothness). Kulatost půdní částice vyjadřuje podobnost tvaru částice s částicí kulovitého tvaru. Čím větší je její hodnota, tím více se půdní částice svým tvarem blíží kulovité částici. Zaoblenost částice je měřítkem ostrosti půdních zrn (Shukla, 2014).

Kulatost částice se počítá jako poměr průměru největší vepsané kružnice (D_i) o ploše koule rovnající se ploše dané částice a průměru nejmenší opsané kružnice (D_c), (obrázek 2). Můžeme ji také vyjádřit jako poměr plochy koule, která má stejný objem jako daná částice, a plochy částice. Zaoblenost se vyjadřuje jako poměr průměrného poloměru rohů částice a poloměru největší vepsané kružnice v částici (obrázek 2), (Shukla, 2014).



Obrázek 2 Nepravidelnost půdních částic(převzato Shukla, 2014)

Na obrázku 3 jsou vyobrazené možné tvary částic s ohledem na stupeň kulatosti a zaoblenosti.





Mírou velikosti částic je jejich lineární rozměr, tedy délka, tu ale můžeme jednoznačně definovat pouze pro částice kulovitého tvaru, u nichž její velikost odpovídá jejich průměru. Pro částice jiných tvarů se definice jejich velikosti liší s ohledem na metodu měření, nazývají se pak odvozenými průměry částic. Nejrozšířenějšími jsou tzv. ekvivalentní průměry (Pabst a Gregorová, 2007).

Existuje několik důležitých ekvivalentních průměrů, se kterými se při měření zrnitostního složení půd můžeme setkat a to v závislosti na použité laboratorní metodě.

U sedimentačních metod (pipetovací metody) je průměr částic definován stokesovým průměrem D_s, který dle Pabsta a Gregorové, 2007 můžeme chápat jako průměr koule o stejné konečné rychlosti klesání při laminárním toku v tekutině stejné hustoty a viskozity jako má vybraná nepravidelná částice. Sítový průměr D_{sieve}, využívaný u metody prosévání, charakterizujeme dle Pabsta a Gregorové, 2007, jako ekvivalentní

průměr odpovídající průměru koule procházející přes síto o přesně definované velikosti ok, přičemž oka mohou být čtvercového nebo kruhovitého tvaru.

Rawle, 1993 uvádí rozdíl mezi povrchově-ekvivalentním průměrem $D_{surface}$ a objemově – ekvivalentním průměrem D_{volume} . Povrchově-ekvivalentní průměr je roven průměru koule o stejném povrchu jako má vybraná nepravidelná částice. Například pro krychli s délkou hran 1 µm (povrch je potom roven 6 µm²) má ekvivalentní průměr hodnotu 1,38 µm. Zatímco objemově-ekvivalentní průměr můžeme definovat jako průměr koule o stejném objemu jako má vybraná nepravidelná částice. Například pro krychli s délkou hrany 1 µm (objem je 1 µm³) má ekvivalentní průměr hodnotu 1,24 µm (Rawle, 1993).

U metody laserové granulometrie je velikost částic definována na základě ekvivalentního průměrů D_L , částicím je tak přiřazován průměr částice, která při průchodu laserového paprsku dává stejnou elektronickou odezvu na optický signál. Jinými slovy můžeme říci, že je částicím přiřazován průměr částice se stejným difrakčním obrazem jako má vybraná nepravidelná částice (Rawle, 1993). Pabst a Gregorová, 2007 uvádí, že při použití Franhouferovy aproximace (kapitola 3.2.3.2), je ekvivalentní průměr D_L roven plošně-ekvivalentnímu průměru.

Definování velikosti částic se tedy může lišit a to v závislosti na typu ekvivalentního průměru, který je výstupem z laboratorní analýzy. Tento rozdíl poté může být i příčinou různých výsledků laboratorních analýz.

Jak už bylo zmíněno, jednotlivé půdní frakce se od sebe liší ať už velikostí, tvarem, ale i chemických složením a mají tak různý vliv na vlastnosti půdy. Charakteristika vlastností základních půdních částic je uvedena v následujících kapitolách.

3.1.3.1 Částice písku

Písek má kulatý nebo mnohostěnný tvar o rozměrech 2-0,05 (klasifikace dle Kopeckého a USDA).

Písková zrna jsou tvořena drobnými úlomky hornin nebo nerostů, z nichž nejvíce je zastoupen křemen (Jury a Horton, 2004). Částice písku jsou částice poměrně velkých rozměrů, ale v porovnání se stejnou hmotností částic prachu nebo jílu vykazují malý specifický povrch (kapitola 3.1.4), uvádí Fulajtár, 2006 a Rehak a Janský, 2000. Z tohoto důvodů, je dle Fotha a Turka, 1972 jejich hlavní funkcí sloužit v půdách jako rámec, kolem kterého se shlukují více aktivní půdní částice. Díky svému malému povrchu, hrají

pískové částice zanedbatelnou roli v chemických a fyzikálních půdních procesech (ovlivňují tedy fyzikální a chemické procesy půdy jen velmi málo). Pro svůj malý aktivní povrch mají pískové částice nízkou schopnost poutat živiny a vodu (Fulajtár, 2006 a Rehak a Janský, 2000). Pokud není písek přítomen jen v nepatrném množství, zvyšuje prostor mezi částicemi (vytváří nekapilární póry) a tím usnadňuje pohyb vzduchu (proudění vzduchu) a vody a zapříčiňuje tak silné vysušování půdy (Fulajtár, 2006, Foth a Turk, 1972). Dle Foth a Turk, 1972, mají částice písku také vliv na snižování soudržnosti půdy, zmenšují vodní a zvyšují vzdušnou kapacitu a snižují tepelnou vodivost. Fulajtár, 2006 uvádí, že při hodnocení obsahu písku je důležité brát v potaz i jeho mineralogické složení. Zastoupení písku v půdě ovlivňuje i její mikrobiální činnost a podmiňuje rychlou oxidaci humusu a vyplavování živin (Fulajtár, 2006, Foth a Turk, 1972, Rehák a Janský, 2000).

3.1.3.2 Prachové částice

Prachové částice jsou dle klasifikace USDA částice o rozměrech 0,05 – 0,002 mm a označujeme je jako středně velkou půdní frakci.

Dle Bavera et al, 1972 mají prachové částice kulatý nebo nepravidelný mnohostěnný tvar a jsou tvořeny minerály, které se při zvětrávání uvolnily z původních hornin. V prachu je sice ještě ve větší míře zastoupen křemen, ale již zde převažují živce a slídy (Baver et al, 1972).

Dle Jury a Horton, 2004 převládají v jemnějších frakcích prachu produkty chemického a biologického zvětrávání jako jsou například hydroslídy, oxidy železa, hliníku a hořčíku. Fulajtár, 2006 uvádí, že prachové částice jsou hedvábné na dotek a stejně jako pískové částice se prachová zrna nelepí k sobě. Mají velmi malou soudržnost a to jak mezi sebou, tak i s ostatními půdními částicemi. Dle Reháka a Janského, 2000 a Fulajtár, 2006 mají prachové částice v porovnání s pískem větší specifický povrch a rychleji zvětrávají. V porovnání s pískem mají i větší schopnost uvolňování živin potřebných pro růst rostlin. Umožňují lepší přijímání vody a vzduchu do půdy a jejich přemísťování (Plaster, 2014).

Půdy s vyšším obsahem prachových částic mají velmi příznivé fyzikálně-chemické a biologické vlastnosti a také vhodný, vzdušný a tepelný režim. Ze všech půdních frakcí, má prach nejlepší schopnost držet velké množství vody přístupné pro rostliny (Fulajtár, 2006, Plaster, 2014 Rehák a Janský, 2000).

3.1.3.3 Jílové částice

Jíl je nejmenší půdní frakce. Za horní hranici jílu byla stanovena hodnota 0,002 mm (kapitola 3.1.2), v České republice se při použití Kopeckého klasifikace (tabulka 5) používá jako horní hranice jílu hodnota 0,001 mm.

Zatímco pískové a prachové částice jsou výsledkem rozpadu hornin na menší částice, jílové částice vznikají chemickým zvětráváním prvotních (primárních) minerálů, při kterém vznikají drobné částečky nových sekundárních jílových minerálů. Prvotních nerostů (křemen, živec a slída) už je v jílové frakci obsaženo jen velmi málo (Baver et al, 1972). Dle Rehaka a Janského, 2000 je jílová frakce tvořena především z jílovými minerály, které jsou chemicky i fyzikálně vysoce reaktivní. Jíl má velmi často lístkovitý, méně často deskovitý, diskový a tyčinkový tvar a to v závislosti na krystalické struktuře přítomných jílových minerálů (Fulajtár, 2006).

Jílové částice mají ze všech půdních částic největší měrný povrch, uvádí Jury a Horton, 2004. Jsou nositelem elektrického náboje a na svém povrchu jsou díky tomu schopny chemicky vázat živiny, na rozdíl od větších částic prachu a písku (Jury a Horton, 2004). Dle Fulajtára, 2006 je největší předností jílových částic právě jejich velký měrný povrch. Většina chemických a fyzikálně-chemických reakcí v půdě, totiž probíhá právě na jejich povrchu. Velikost měrného povrchu závisí na kvalitě jílové frakce (tedy na zastoupení jednotlivých jílových minerálů), jejich měrný povrch totiž kolísá v rozmezí od několika g/m² do několika stovek g/m² (kapitola 3.1.4), (Marshall a Holmes, 1988).

Elektrický náboj jílových částic je převážně záporný a přitahuje proto kladně nabité ionty – kationty, molekuly vody a plynů. Jíl je díky tomu hlavním nositelem koloidních vlastností půd, jako je plasticita, sorpční vlastnosti, bobtnavost a pufrovitost (Fulajtár, 2006, Marshall a Holmes, 1988, Plaster, 2014).

Jílové částice mají tendenci na sobě ulpívat, a proto se v půdě nechovají jako jednotlivá zrna, ale nacházejí se v ní ve formě půdních agregátů (Plaster, 2006).

3.1.4 Měrný (specifický) povrch půdních částic

Jednou z důležitých charakteristik půdních částic je jejich měrný (specifický) povrch, z něho totiž vychází význam částic jednotlivých velikostí pro půdu.

Měrný (specifický) povrch se definuje jako celkový povrch (celková povrchová plocha) udávaná v cm² nebo m² na jednotku hmotnosti (g) nebo objemu (cm³) disperzního podílu (Jury a Horton, 2004, Rehak a Jansky, 2000).

Hodnota měrného povrchu půd kolísá v rozpětí od 10⁻¹ až po 10² m²/g a je závislá na zrnitostním složení půd a na kvalitě půdních koloidů, tedy na mineralogickém složení jílových frakcí a také na vlastnostech humusu (Rehák a Jansky, 2000).

Povrch minerálních částic je důležitý hlavně proto, že je kontaktní zónou, jinak řečeno rozhraním, mezi částicemi a jejich okolním prostředím. Velikost specifického povrchu v půdě určuje intenzitu mnoha důležitých chemických reakcí a fyzikálních procesů. Protože jemnozemě mají vysoký specifický povrch, jsou více chemicky a fyzikálně aktivní než hrubší (skeletovitější) půdy.

Půdní vlastnosti korelující se specifickým povrchem půdy zahrnují: půdní managament, absorpci rostlinných živin, příjem vody, pevnost půdy a její transportní vlastností, ale i hromadění polutantů v půdě. Povrch částic taktéž ovlivňuje schopnost vytvářet půdní agregáty. Agregáty určují (ovlivňují) pórovitost půdy, ale i mnohé vzdušné a vodní procesy půdě. Částice s větším specifickým povrchem také rychleji podléhají zvětrávání (Huang et al, 2011, Thien a Graveel, 2003).

Systémy složené z rozptýlených částic malé velikosti mají velké množství povrchové plochy na jednotku hmotnosti materiálu. S klesající velikostí částic se proporcionálně zvyšuje velikost povrchu na jednotku váhy. Tedy pokud porovnáme stejné množství částic o velikosti 0,1 mm s částicemi o velikosti 1 mm, částice o velikosti 0,1 mm budou mít 10 x větší specifický povrch.

Pískové a prachové částice jsou typické svým malých měrných povrchem v porovnání s jílovými částicemi, můžeme tedy říci, že povrch částic má inverzní vztah k velikosti částic. Nízký specifický povrch pískové a prachové frakce je způsoben jejich složením. Minerály, které se vyskytují především v částicích o velikosti písku nebo prachu mají totiž v porovnání s jílovými minerály zanedbatelný povrch. Téměř celý povrch půdy je tedy tvořen přispěním jílové frakce (Certini, a další, 2012, Thien a Graveel, 2003, Jury a Horton, 2004).

Nárůst povrchové plochy na gram jílu ve srovnání s prachovými a pískovými částicemi je ukázkou, že rozdíly mezi jílovými, prachovými a pískovými částicemi nemohou být vysvětleny pouze na základě jejich samotné velikosti (Foth a Turk, 1972).

3. 1. 5 Půdní druhy a jejich charakteristika

Podle obsahu částic jednotlivých zrnitostních frakcí obsažených v půdách můžeme půdy rozdělit do tří základních zrnitostních skupin: na půdy písčité, hlinité a jílovité.

Doposud v České republice nejpoužívanější klasifikací půd dle zrnitosti je Novákova klasifikace, která půdy podle procentuálního obsahu částic menších než 0,01 mm podrobněji dělí na 7 půdních druhů: písčité, hlinitopísčité, písčitohlinité, hlinité, jílovitohlinité, jílovité a jíl.

Jak už bylo zmíněno v předchozích kapitolách, zrnitost půdy ovlivňuje mnohé fyzikální, chemické a fyzikálně chemické vlastnosti a procesy v půdě. Proto i charakteristické vlastnosti jednotlivých půdních druhů jsou rozdílné. V následujících odstavcích jsou popsány půdní vlastnosti typické pro jednotlivé půdní druhy a to na úrovni tří základních zrnitostních skupin.

Písčité půdy obsahují 0 – 25 % částic I. kategorie (< 0,01mm) a dle Rehaka a Janskeho, 2000, jsou typické nízkou sorpční schopností a dochází u nich často k vyplavování živin. Rehak a Janský, 2000 dále uvádějí, že jsou písčité půdy extrémní svým vodním, vzdušným a tepelným režimem.

Podstatnou součástí lehkých půd jsou pískové částice (2 - 0,05). Jemnějších částic obsahují jen malé množství (Rehák a Janský, 2000, Vopravil, 2010). Čím jsou písková zrna větší a čím je větší jejich procentuálních obsah, čím jsou zeminy sypčí a tím více hrubých pórů obsahují (Plaster, 2006). Dle Fotha a Turka, 1972 nemůže v hrubých pórech vzlínat voda a není schopna se v nich delší dobu udržet, a proto mají písčité půdy v porovnání s ostatními půdními druhy, specifický vlhkostní a teplotní režim, který se projevuje značnými teplotními a vlhkostními výkyvy. Dle Rehaka a Janského, 2000 dochází u písčitých půd díky vysokému provzdušnění k intenzivní mineralizaci půdní organické hmoty. Dle Plastera, 2014 jsou písčité půd díky nedostatku vody náchylné k vlhkostnímu deficitu, tento jev se dle Rehaka a Janského, 2000 označuje pojmem "fyzikální sucho". Pro nízký obsah fyzikálního jílu písčité půdy nebobtnají a nejsou plastické.

Rehák a Janský, 2000 uvádí, že díky nízkému obsahu fyzikálního jílu písčité půdy nebobtnají a nejsou plastické.

Hlinité (středně těžké) půdy obsahují 25 – 45 % částeček I. kategorie. Za příznivých okolností, především při dobrém strukturním stavu, mají hlinité půdy dle Plastera, 2014, optimální fyzikální, chemické a biologické vlastnosti. Propustnost pro vodu a infiltrace srážkové vody hodnotíme, dle Reháka a Jánského, 2006, jako průměrné, jejich propustnost a infiltrace je ale závislá i na struktuře půdy.

Hlinité půdy mají dostatenou sorpční schopnost a při vhodné vlhkosti jsou lehce obdělávatelné. Mezi frakcemi středně těžkých půd dominují prachové částice, takže extrémní jevy podmíněné vysokým obsahem jílu (zamokřenost) nebo písku (vysychavost) u nich nepozorujeme (Huang et al, 2011, Plaster, 2014, Rehák a Janský, 2000).

Jílovité (těžké) půdy obsahují více než 45 % částic I. zrnitostní kategorie. Jsou málo propustné pro vodu a pro vzduch, mají vysokou vodní kapacitu, malou provzdušněnost a často trpí zamokřením. Mikrobiální činnost bývá omezená a tepelný režim není v důsledku zamokření vyhovující. Tyto půdy mají vysokou sorpční schopnost, lehko bobtnají a pomalu vysychají (Rehák a Jánský, 2000).

Dle Fotha a Turka, 1972 jsou fyzikální a fyzikálně-chemické vlastnosti jílovitých půd ve velké míře závislé i na mineralogickém složení fyzikálního jílu. Vysoký podíl jílu ovlivňuje též fyzikálně-mechanické vlastnosti těchto půd a jejich vodní kapacitu (Plaster, 2014). Vzdušná kapacita jílovitých půd je dle Reháka a Jánského, 2000 zpravidla nevyhovující. Dle Thiena a Graveela, 2013 je značné množství vody pevně vázané v půdě a je pro rostliny nepřístupné. S tímto souvisí i zmíněná nedostatečná mikrobiální činnost, zejména aerobních bakterií (Thien a Graveel, 2013).

Jílovité částice při zvlhčení sorpcí vody nabobtnávají a zvětšují svůj objem, dokud nezaplní volné meziprostory, díky tomu dále klesá pórovitost, která je i za normálních okolností nízká. V období sucha dochází k jejich smršťování a s tím spojeného vzniku trhlin, ty mohou způsobit poškození kořenů rostlin (Plaster, 2014, Thien a Graveel, 2003, Rehák a Janský, 2000).

3.2 Metody stanovování zrnitostního složení půd

Z předchozích kapitol již víme, že se půda skládá z částic různých velikostí, tvaru a chemického složení a zrnitostní složení půd je jedna z nejdůležitějších fyzikálních vlastností půdy, která ovlivňuje mnoho dalších pochodů v půdě, a proto je na její stanovování kladen velký důraz.

Jednou ze základních metod určování zrnitostního složení půd, je metoda založená na vizuální a hmatové zkoušce (tření zeminy mezi palcem a ukazováčkem), která se používá v terénu při odebírání vzorku. Díky této metodě jsme schopni rozčlenit půdy do tří základních skupin: na půdy písčité, hlinité a jílovité. Taková analýza však není

dostačující, pro získání přesnějších údajů o procentuálním zastoupení částic jednotlivých zrnitostních frakcí v půdě, je nutné následně provést laboratorní analýzy.

Protože cílem analýz velikosti částic je stanovení, co nejpřesnějšího procentuálního zastoupení jednotlivých zrnitostních frakcí v půdním vzorku, je nutná volba správné metody pro její měření. V současné době existuje mnoho metod pro stanovování zrnitostního složení a další nové metody se vyvíjejí. Loveland a Whalley, 2001 uvádí, že je pro měření zrnitosti známo asi 400 metod.

Metody měření zrnitostního složení půd můžeme rozdělit na metody separační a sedimentační (usazovací), které se dle způsobu aplikace sedimentace dále dělí na vyplavovací, sedimentační v klidném prostředí, centrifugační a metody sedimentační rovnováhy (jejich používání však není v běžné zemědělské praxi obvyklé), (Honsa, 2013). Mezi separační metody se zařazuje metoda prosévání, která patří mezi nejstarší metody měření zrnitosti (kapitola 3.2.1). Příkladem sedimentačních metod v klidném prostředí je dekantační, hustoměrná (kapitola 3.2.2.2) a pipetovací metoda (kapitola 3.2.2.3). Jako příklad elutriačních (plavících) metod můžeme uvést Kopeckého plavící přístroj (kapitola 3.2.2.1).

Dle Ryzaka et al, 2007 patří mezi nejpoužívanější metody – metoda prosévání, pipetovací metoda a Casagrandeho hustoměrná metoda.

O rozvoj prvních metod zrnitostního složení půd a jejich klasifikaci dle zrnitosti se na konci 19. století jako první zasloužili Němec Schöne, Čech Kopecký a Švéd Atterberg (Kutílek, 2012). Technologický vývoj v elektronice později umožnil široké množství nových metod pro stanovování zrnitostního složení půd, jako je například metoda laserové difrakce (granulometrie), uvádí Ryzak et al, 2007.

Vzhledem ke vztahu mezi specifickým povrchem a velikostí částic (kapitola 3.1.4), slouží procentuální zastoupení jednotlivých půdních částic různé velikosti jako důležitá půdní charakteristika, píše Baver et al, 1972 a dále uvádí, že stanovení rozložení částic dle velikosti za účelem charakterizování textury půdy je jedním z nejběžnějších fyzikálních rozborů půdy.

Důležitým metodickým problémem spojeným se stanovováním velikosti částic, a jejich rozložením v půdě, je příprava vzorku, která je základem úspěchu jakékoliv analýzy. Při přípravě vzorku musí být zajištěna úplná dispergace půdních agregátů na jednotlivé primární částice bez porušení samotných částic. Dispergace vzorku spočívá v odstranění pojivých látek v půdě, aby mohlo dojít k rozbití druhotně vzniklých částic (půdních agregátů) na primární částice půdy. Při rozrušování půdních agregátů je třeba vzít v úvahu jejich stabilitu, která je u různých půd odlišná stejně jako podmínky v půdě a v jejím okolí (Baver et al, 1972, Ryzak et al, 2007, Shukla, 2014).

Dispergace půdy je nejčastěji prováděna dvěma způsoby: chemicky nebo mechanicky. Chemická disperze spočívá v přidání vhodných povrchově aktivních látek ke vzorku, např. hexametafosforečnanu sodného. Ten totiž napomáhá předcházení flokulace v průběhu sedimentace půdního vzorku (Gee a Bauder, 1986).

Mechanická dispergace může spočívat v rozmíchání vzorku za použití různých druhů míchadel (tento typ disperze se obvykle kombinuje s chemickou disperzí), uvádí Ryzak et al, 2007. Další možností mechanické dispergace je použití ultrazvuku. Rozrušení půdních agregátů pomocí ultrazvuku funguje na principu přenosu zvukové vlny vhodné frekvence půdním roztokem (Chappell, 1998).

Úspěch analýzy zároveň závisí také na přesné frakcionaci (proces třídění částic do velikostních kategorií) vzorku do různých kategorií (Baver, 1972).

Pokud máme k dispozici soustavu sít, může být rozdělení do různých frakcí jednoduše provedeno. Tímto způsobem však může být oddělena pouze hrubá frakce. U menších částic je zapotřebí použití jiného způsobu založeného na Stokesově zákoně. Stokes v polovině 19. století odvodil rovnici, podle níž je rychlost pádu kulové částice v kapalině závislá na vlastnostech kapaliny, její viskozitě a na velikosti částic o stejné specifické hmotnosti (Kutílek, 2012). Tento princip slouží jako základ prakticky všech analýz zrnitosních rozborů (Baver, 1972).

V následujících kapitolách jsou charakterizovány nejčastěji používané metody stanovování distribuce částic v půdním vzorku. Popsán bude také princip stanovování zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie.

3.2.1 Metoda prosévání

Metoda prosévání je jednou z nejstarších metod pro stanovování zrnitostního složení půd. Princip metody je založen na používání soustavy sít o známých velikostech otvorů.

Metoda prosévání tedy spočívá v umístění jemnozemě do soustavy sít s postupně se zmenšujícím průměrem ok, kdy malé částice sítem propadnou, zatímco částice větší než je průměr oka, se drží na povrchu. Směs částic, která na sítu o dané velikosti ok zůstane, se zváží a zjistíme tak hmotnost dané frakce. Z celkové hmotnosti poté vypočítáme procentuální zastoupení jednotlivých zrnitostních frakcí.

Částice můžeme přes síto prosévat za sucha nebo za mokra, kdy k prosévání používáme vodu, která podpoří průchod částic přes síto. Suché prosévání má o 50µm nižší limit na rozdíl od mokrého prosévání, při kterém můžeme oddělit i částice menších velikostí. Síta mohou mít čtvercová oka nebo kruhové otvory. Mnohem běžnější je použití čtvercových sít (Honsa, 2013, Huang et al, 2011, 2012, Zoubková, 2014).

Při použití čtvercových sít definujeme průměr částic jako délku strany čtvercového otvoru v sítu (Allen, 1990).

Jemnější částice jsou většinou měřeny pomocí sedimentačních metod (Gee a Bauder, 1986). Prosevání v kombinaci s hustoměrnou metodou bylo ustanoveno jako mezinárodní standadizovaná metoda pro určování zrnitostního složení půd (Stefano et al, 2010).

3.2.2 Sedimentační metody

Sedimentační metody jsou založené na vztahu mezi rychlostí usazování a velikostí částic za působení gravitace nebo odstřeďování, uvádí Gee a Orr, 2002 a Loveland a Whalley, 2001. Usazovací rychlost klesá s průměrem částic kulovitého tvaru.

Podobu tomuto vztahu dal poprvé Stokes v tzv. Stokesově zákoně (Gee a Orr, 2002).

Pro částice kulovitého tvaru zní Stokesův zákon takto: $t = \frac{18 \,\eta h}{(\rho - \rho_{0)gd^2}}$, kde **t** je definováno jako čas v sekundách pro usazení částice o výšku h, které bylo za určité rychlosti dosaženo, ρ jako hustota částice (g/cm³), ρ_0 je hustota suspenzačního media (g/cm³), **g** je gravitační zrychlení (cm/s²), **d** představuje ekvivalentní průměr kulovitých částic a veličina **η** je viskozita suspenzačního roztoku (0,1 Pa/s), (Loveland a Whalley, 2001).

U nás je častější interpretace Stokesova vzorce, která má tvar: $v = \frac{2}{9} \frac{gr^2}{\eta} (\rho_s - \rho_k)$, kde v je rychlost pádu částice, g tíhové zrychlení, r poloměr částic, ρ_s měrná hmotnost sedimentující částic (kg/m³), ρ_k hustota kapaliny a η je dynamická viskozita kapaliny, která při teplotě 20°C činí 0,001002 m/kg s⁻¹), (Jandák et al, 2003).

Jako hustotu (měrnou hmotnost) sedimentujících částic se nejčastěji používá hustota 2,65 g/cm³, která byla stanovena jako průměr nejčastěji se v půdě vyskytujících minerálů (tabulka 9).

Název minerálu	Měrná hmotnost g/cm ³
Křemen	2,65
Kalcit	2,6-2,8
Ortoklas	2,53 - 2,58
Plagioklas	2,62 - 2,76
Biotit	2,70 - 3,10
Montmorillonit	2,00 - 2,30
Kaolinit	2,58 - 2,67
Illit	2,50 - 2,70

Tabulka 9 Měrná hmotnost půdních minerálů (převzato z Zbíral et al, 2011)

Loveland a Whalley, 2001 a Gee a Orr, 2002 uvádějí kritéria, která musí být splněna při aplikaci Stokesova zákona:

- 1. Částice jsou pevné a hladké
- 2. Částice se usazují nezávisle na ostatních částicích
- 3. Nedochází k žádné interakci mezi částice a roztokem
- 4. Nedochází ke skluzu nebo smyku mezi povrchem částic a roztokem
- 5. Průměr nádoby, kde se nachází suspenzační roztok je větší než průměr částic.
- 6. Částice se usazují stanovenou rychlostí.
- 7. Usazovací rychlost částic je nízká.

Častým problémem spojeným se Stokesovým zákonem je jeho aplikace na částice nekulovitého tvaru a to především na částice jílu, které mají lístkovitý tvar.

Allen et al, 1996 zdůrazňuje, že Stokesovy rovnice jsou platné za podmínek laminárního proudění pouze v případě, kdy Reynoldsovo číslo (Re) je $\leq 0,2$. Reynoldsovo číslo definujeme jako bezrozměrné číslo, které nám udává míru turbulence proudění v kapalině. Pokud je Re nízké hodnoty, jedná se o neturbulentní proudění. Allen et al, 1996 dále zmiňuje, že kritická hodnota Stokesova průměru, který stanoví horní mez pro použití Stokesova zákona je dána vztahem: $d = \frac{3,6 \eta}{(\rho - \rho_0)g\rho_0}$.

Pro částice křemene usazující se ve vodě platí Stokesův zákon pouze v případě, že se jedná o částice menší než 61 µm Allen et al, 1996).

Při použití Stokesova zákona pro měření částic vysoce odlišných od kulovitému tvaru, především pro měření jílových částic, platí dle Allena et al, 1996 následující shrnutí:

- Částice, které mají tvar plochých, tenkých plátků se usazují menší rychlostí než k nim ekvivalentní kruhové částice, proto množství těchto částic může být při měření nadhodnocováno. Pomalejší usazování těchto částic je způsobeno jejich pohybem ze strany na stranu při usazování.
- Částice menší než 1 μm plošného ekvilentního průměru mohou být ovlivněny Brownovým pohybem, díky tomu může být ovlivněno jejich plynulé gravitační usazování.

3.2.2.1 Kopeckého plavící metoda

Kopeckého plavící metoda je metoda, která při svém měření využívá Kopeckého plavící přístroj (obrázek 4), který je tvořen 3 průtočnými skleněnými nádobami o průměru 30, 56 a 178 mm. Přístrojem protéká proud vody o objemu 1000 ml vody za dobu 202 s.

Průměr válců byl navržen podle dříve využívaného Schöneho přístroje a na základě Schöneho vzorce, tak aby se snižovala rychlost proudící vody při postupu od nejužšího válce po válec s největším objemem.

Schöneho vzorec je definován takto: $d = 0,0314 \sqrt[1]{v^7}$, kde v je definována jako sedimentační rychlost (dráha/čas).

Rychlost proudu od úzkého válce po široký válec je rovna 7; 2 a 0,2 mm/s. Snižováním rychlosti vody dochází k postupnému zachycování půdních částic ve válcích. V úzkém válci se tak zachytí částice IV. zrnitostní kategorie (průměr částic 0,1 – 2 mm), ve středním válci částice III. Kategorie (průměr 0,05 – 0,1 mm) a v nejširším válci se usadí částice II. zrnitostní kategorie dle klasifikace Kopeckého. Nejmenší částice, částice I. zrnitostní kategorie, vytékají do odpadu.

Hlavní nevýhodou Kopeckého plavící metody je jednak velká časová náročnost, ale hlavně nemožnost přímého stanovení částic I. kategorie, které zpravidla rozhodují o klasifikaci půdy. Z těchto důvodů byla metoda postupně nahrazena metodami novějšími (Honsa, 2005, Jandák et al, 2003



Obrázek 4 Kopeckého plavící přístroj (převzato Jandák et al, 2003)

3.2.2.2 Casagrandeho hustoměrná metoda

Hustoměrná metoda se zařazuje do skupiny metod s neopakovanou sedimentací částic, tedy všechna měření probíhají během jednoho usazovacího procesu.

Pomocí hustoměru se v odměrném válci o objemu 1000 ml měří pokles hustoty suspenze za čas. V určitých časových intervalech probíhá měření hustoty suspenze a ta díky úbytku postupně sedimentujících částic klesá. Výsledky se vyhodnocují početně pomocí nomogramu.

Jak už bylo zmíněno, hustota suspenze se měří hustoměrem, součástí něhož je válcová baňka opatřená kuželovým zakončením a stejným kuželových přechodem do stonku nahoře. Konstrukce hustoměru má za cíl omezení sedimentace částic na povrchu hustoměru a vyloučení víření suspenze při jeho vkládání a vyjímání.

Četnost hustoměrných měření nesmí být nadměrná a to z důvodu, že při vnoření a vynoření hustoměru je rušena sedimentace částic. Zpravidla se měří v termínech 30 s, 1 minuta, 2 min, 5min, 15min, 45 min, 2h a 5h.

Před počátkem měření je nutno provést kalibraci hustoměru, protože při vnořování a vynořování hustoměru dochází k vertikálnímu pohybu suspenze a k posunu hloubky měření, přičemž velikost posunu je závislá na rozměrech hustoměru a válce. Protože při výrobě nelze zajistit, aby rozměry sedimentačního válce a hustoměrů byly stejné, volí se z tohoto důvodu trvalá dvojice hustoměru a válce a provádí se pro tuto dvojici kalibrace, tedy oprava hloubky měření. Měření taktéž vyžaduje minimální kolísání teploty suspenze. Metoda je zařazena jako alternativní metoda k pipetovací metodě v ČSN CEN ISO/TS 17892-4 (Honsa, 2005, Jandák et al, 2003).

3.2.2.3 Pipetovací metoda

Pipetovací metoda, stejně jako Casagrandeho hustoměrná metoda, patří mezi metody neopakované sedimentace.

Pro stanovení jednotlivých zrnitostních frakcí se z válce o objemu 1000 ml, ve kterém je roztok destilované vody se suspenzí půdy, pipetou odebírá vzorek o určitém objemu a to po určitém čase a určité výšce. Odebraná suspenze je následně vysušena a zvážena. Hmotnost jednotlivých frakcí je poté přepočítána na procenta a získáme tak procentuální obsah jednotlivých půdních frakcí.

Na obrázku 5 je uvedeno schéma pipetovacího přístroje, kde a je odvzdušnění, b – přívod k aspirátoru, 1 – automatická pipeta, 2 – regulovaný stojan, 3 – pojistná láhev, 4 – lahev aspirátoru, 5 – odpad vody, 6 – tlačka, 7 – gumová hadice, 8 – připojování k vodovodu, a – pipeta spojená s aspirátorem (nasávání), B – pipeta spojená s ovzduším (vypouštění), C – uzavřená pipeta.



Obrázek 5 Schéma pipetovacího přístroje (převzato Jandák et al, 2003)

Pipetovací metoda je, jak už bylo zmíněno založena na aplikaci Stokesova zákona. Podle Kuhn et al, 2010 je podmínku pro použití Stokesova stejně jako dle Gee a Orr, 2002 kulovitý tvar a hladký povrch částic, další podmínku je konstantní rychlost usazování, hustota částic by měla odpovídat hustotě křemene a částice by neměly mít žádný vliv na viskozitu suspenze (Kun et al, 2010). Dle Stefano et al, 2011 a Gee a Orr, 2002 dochází vlivem různorodosti a asymetričnosti půdních částic, a to zejména u částic lístkovitého tvaru, k jejich pomalejšímu usazování, díky kterému jsou poté částice přiřazovány k menší zrnitostní frakci, a může u sedimentačních metod docházet k nadhodnocování obsahu jílové frakce.

Stokesův zákon je platný pro jednotlivé částice, které pomalu klesají ke dnu (usazují se) v roztoku bez zásahu okolních sil a pohybů. Navíc musí být zachováno laminární proudění, což může být problém pro větší částice, které při svém usazování vytvářejí turbulentní pohyby a částice malých rozměrů tak mohou být narušeny Brownovými pohyby (Arriaga et al, 2006). Arriaga et al, 2006 dále uvádí, že v případě vysoké koncentrace částic dochází k interakcím a rušivým vlivům mezi částicemi.

Přestože se se stanovováním zrnitostního složení půd sedimentačními metodami spojují i možnosti nepřesného měření způsobené odchylkami tvaru částic od kulovitého tvaru, pro které byl Stokesův zákon definovaný, patří sedimentační metody a to zejména pipetovací metoda k nejpoužívanějším metodám stanovování zrnitostního složení půd.

3.2.3 Metoda laserové granulometrie

Metoda laserové granulometrie (laserové difrakce) je jedna z nověji vzniklých metod měření zrnitosti. I když jsou principy rozptylu a difrakce známé více než 100 let, jejich použití k měření velikosti částic na základě difrakce laserového paprsku mohlo být využity až po vynálezu laseru v roce 1960 a vhodných počítačových softwarů (70. – 80. léta 20. století).

Dnes máme na výběr rychlé komerční přístroje, které jsou nenáročné na přípravu vzorku a díky tomu ve většině odvětví průmyslu postupně nahrazují sedimentační metody. K měření zrnitostního složení půd laserovou granulometrií jsou na trhu dostupné přístroje od více výrobců. Přístroje se mohou lišit jednak zabudovanou matematickou teorií sloužící k vyjádření procentuálního obsahu částic o určité velikosti, ale mohou zde být rozdíly i v požadavcích na předpřípravu vzorku pro měření. Výsledky měření se poté mohou od sebe ve větší či menší míře odlišovat.

Nejběžnější používanými přístroji, se kterými se můžeme na trhu setkat, jsou přístroje od firmy Malvern Instruments, Microtrac, Cilas, Quantachrome a Sequoia (Loveland a Whaley, 2001).

V posledních letech (několik desítkách let) se tato metoda začala využívat i pro měření zrnitosti půdy a jako každá nově vzniklá metoda, má i metoda laserové difrakce mnoho

příznivců i mnoho odpůrců. Aby data z ní získaná mohla být publikována, je nutné zjistit, zda jsou výsledky porovnatelné s jinými dosud používanými metodami měření.

Abychom mohli získaná data porovnat, je třeba znát princip, na kterém je metoda založena, proto je popisu této metody věnována následující kapitola, ve které je charakterizován základní principu měření, teorie rozptylů světla využívaných přístroji a ostatní faktory, které mohou ovlivnit přesnost získaných výsledků.

3.2.3.1 Princip laserové granulometrie

"Slovo "laser" je zkratkou pro "light amplification by the stimulated emission of radiation" (zesilování světla stimulovanou emisí záření), (Halliday, 2013).

Laser je zdrojem koherentního intenzivního světla přesně dané (fixní) vlnové délky. Kvůli dobré stabilitě (převážně díky odolnosti k teplotě) jsou nejpoužívanějšími laserovými plyny He a Ne o vlnové délka (λ) 0.63µm (Rawle, 1993).

Laserová difrakce měří distribuci částic v půdě na principu měření úhlové změny rozptýleného laserového paprsku, který prochází vzorkem s dispergovanými částicemi. Rozptýlené laserové světlo je zaznamenáváno detektory (obrázek 6). Velké částice rozptylují světlo pod malým úhlem v poměru k laserovému paprsku a malé částice rozptylují světlo pod velkým úhlem. Můžeme tedy říci, že difrakční úhel, úhel, pod kterým je laserový paprsek ohnut, je nepřímo úměrný velikosti částice. Úhlová intenzita rozptylu je pak softwarem automaticky analyzována a výsledky z detektorů jsou přepočítávány na objemové zrnitostní složení vzorku (Malvern Instruments Limited, Ryzak a Bieganowski, 2011, Stefano et al, 2010).



Obrázek 6 Princip laserové granulometrie (převzato Kinoshita et al, 2001

Data získaná různými detektory obsaženými v přístroji jsou v prvotním formátu a je třeba je matematicky převést pomocí optického modelu do distribuce velikosti částic Průměr částic stanovený laserovou difrakční metodou (LMD) je ekvivalentní ke kouli se stejnou difrakcí jako částice (Arriaga et al, 2006, Stefano et al, 2011).

Pro přepočet dat získaných detektory na výslednou distribuci částic v půdě, jsou běžně používané dvě teorie lomu světla: Franhouferova teorie a Teorie Mie.

3.2.3.2 Teorie Mie a Franhouferova teorie rozptylu světla

Teorie Mie je založena na elektromagnetické teorii rozptylu, kterou vymyslel a v roce 1908 publikoval Gustav Mie (Arriaga et al, 2006). Dle Boer et al, 1987 je Franhouferova teorie použitelná jen v případě, pokud jsou částice větší než vlnová délka světla. Boer et al, 1987 navíc uvádí, že v přístrojích pro laserovou difrakci, teorie Mie v porovnání s Franhouferovou teorií, lépe vystihuje velikost částic suspendovaných v roztoku.

Novější přístroje (např. Mastersizer 2000, Malvern Instruments) plně využívají teorii Mie, která kompletně řeší rovnice interakce světla a hmoty. To umožňuje získat výsledky v širokém rozsahu velikostí (typicky od 0,02 - 2000µm).

Při použití He - Ne laseru musí být půdní částice dle normy ISO 13320 větší než 40λ tedy větší než 25μ m (0,025mm). Norma dále předpokládá, že částice všech velikostí se rozptylují se stejnou účinností, jsou neprůhledné a nepřenáší žádné světlo. Tyto podmínky dle Rawla nikdy nemohou splňovat všechny typy materiálů a převážně u menších částic tak může docházet k chybám měření blížícím se až k 30% (Rawle, 1993).

Optický model využívající teorii Mie požaduje vstup tří indexů lomu, uvádí Arriaga et al, 2006. Jedná se o index lomu roztoku používaného pro suspenzi částic, ve většině případů jde o vodu, která má index lomu 1,33. Mezi další dva indexy lomu, které je nezbytné znát, patří reálný index lomu (RRI) a imaginární index lomu (IRI). Tyto hodnoty jsou ovlivněné především mineralogickým složením částic a jejich barvou. Hodnoty RRI a IRI přímo ovlivňují určení různých půdních frakcí laserovou difrakcí a jejich vztah s pipetovací metodou (Arriaga et al, 2006).

Dalším rozdílem mezi teoriemi je jejich odlišných způsob stanovování velikosti půdních částic. Teorie Mie vyjadřuje velikost částic jako ekvivalentní objemový průměr, na rozdíl od Franhouferovy teorie, která velikost částic prezentuje ekvivalentním plošným průměrem (Rawle, 1993). Rozdíl mezi průměry je vysvětlen v kapitole 3.1.3.

Vlivem použití Franhouferovy a Mie teorie na množství naměřených půdních částic jednotlivých zrnitostních frakcí se zabýval Ozer et al, 2010. Na obrázku 7 je vyobrazeno srovnání naměřených výsledků při použití Franhouferovy teorie a teorie Mie při nastavení různých indexů lomů materiálu. Z obrázku 7 je patrné, že výsledné obsahy částic větších než 10 μ m byly shodné u všech měření. U částic menších než 10 μ m byl mezi metodami patrný rozdíl v naměřených výsledcích. Při použití Franhouferovy teorie byly naměřeny částice větší velikosti než u teorie Mie při nastavení indexu lomu materiálu mezi hodnotami 1,48 – 1,70. Obrázek také ukazuje, že při nastavené hodnotě indexu lomu materiálu 1,70 s hodnotou absorpčního indexu AC 0,1, přinesly obě teorie velmi podobné výsledky a to pro částice všech rozměrů.



Obrázek 7 Porovnání získaných výsledků při použití teorie Mie a Franhouferovy teorie lomu světla (převzato Ozer et al, 2010

3.2.3.3 Index lomu materiálu, absorbční koeficient

Dle Eshel et al, 2004 je index lomu materiálu komplexem čísel zahrnujícím skutečnou složku \mathbf{n}_{r} reprezentující změnu rychlosti světla při průchodu testovaným materiálem s rychlostí světla ve vakuu a imaginární pojem \mathbf{n}_{i} , který představuje transparentnost a absorbivitu testovaného materiálu.

Index lomu půdních částic ovlivňuje převážně jejich mineralogické složení. Vhodně nastavený index lomu materiálu ve velké míře ovlivňuje vypočet zrnitostního složení půd metodou laserové difrakce (Sperazza et al, 2004).

Na obrázku 8 jsou uvedeny indexy lomu nejčastěji se v půdě vyskytujících minerálů. Podle hodnot uvedených v tabulce jsou dolní a horní hranicí indexů lomu (RI) většiny půdotvorných minerálů (výjimku tvoří hematit), hodnoty 1,48 a 1,74.
	Malvern	ISO 13320-1	
Minerals	(1993)	(1999)	
Albit (feldspar)	1.527-1.538	_	
Andezin (feldspar)	1.544-1.563		
Anortite (feldspar)	1.577 - 1.590		
Apatite		1.63-1.67	
Biotite (mica)	1.565-1.696		
Brucite		1.56 - 1.60	
Calcite	1.486 - 1.740	1.49-1.74	
Chlorite			
Dolomite		1.50-1.68	
Fluorite	1.433-1.435	1.43-1.44	
Gibbsite		1.56 - 1.60	
Gypsum	1.519-1.531	1.52-1.53	
Hematite	2.94-3.22	2.90-3.20	
Illite	1.54-1.61	1.54-1.61	
Kaolinite	1.533 - 1.570	1.53-1.57	
Magnesite	1.563 - 1.700	1.51 - 1.78	
Mica	1.53 - 1.70	1.53 - 1.70	
Microcline (K			
feldspar)	1.514-1.539		
Montmorillonite	1.48 - 1.64		
Muscovite (mica)	1.552-1.616		
Olivine			
Opal		1.41-1.46	
Orthoclase	1.518-1.539	1.52-1.54	
Quartz	1.544-1.553	1.54-1.55	
Serpantine	_	1.53-1.57	
Talc	1.589	1.54-1.60	
Topaz		1.61-1.64	
Vermiculite			

Obrázek 8 Index lomu vybraných nejčastěji se v půdě se vyskytujících minerálů dle firmy Malvern a ISO 13320-1 (převzato Ozer et al, 2010)

Vlivem změny nastaveného indexu lomu materiálu na výslednou zrnitostní analýzu půdních vzorků se zabýval Ozer et al, 2010 (obrázek 9). Nastavený index lomu materiálu viditelně ovlivňuje výsledky zrnitostního složení půd, zejména při hodnotách indexu lomu nižších než 1,55. Vliv indexu lomu materiálu (RI) na výsledek zrnitostního složení byl menší pro hodnoty RI vyšší než 1,55. Zároveň bylo zjištěno, že s rostoucím RI je naměřeno více větších částic a klesá obsah detekovaného jílu. Výsledky jsou v souladu se zjištěním Eshela et al, 2004, který k měření používal Coulter LS-230 s laserovým paprskem o vlnové déce 750 nm.



Obrázek 9 Vliv nastavenéo indexu lomu materiálu na výsledek zrnitostního složení půd (převzato Ozer et al, 2010)

Vliv RI na naměřený obsah jílové frakce je vyobrazen na obrázku 10. Rozdíl v nastaveném RI pohybující se mezi 1,40 a 1,60 významně ovlivňuje naměřený obsah jílové frakce. Zatímco změna indexu lomu mateirálu od hodnoty 1,60 se na naměřeném množství jílové frakce výrazně neprojevila.



Obrázek 10 Vliv změny nastaveného indexu lomu materiálu na naměřený obsah jílové frakce (převzato Ozer et al, 2010)

Ozer et al, 2010 na základě svého výzkumu uvádí, že se zvyšující se hodnotou RI od hodnoty 1,48 do hodnoty 1,74 se zvyšuje naměřený obsah jílové frakce v průměru o 12,4% (Ozer et al, 2010). Toto zjištění bylo potvrzeno i výzkumem Stefana et al, 2011, který publikoval rostoucí množství detekované jílové frakce při růstu indexu lomu materiálu v rozmezí hodnot 1,5 – 1,6.

Eshel et al, 2004 navrhuje nastavovat pro půdní vzorky hodnotu indexu lomu materiálu 1,53. Dle jeho zjištění by tato hodnota měla vyhovovat většině půdních minerálů.

Vlivem absorpčního indexu na výsledky zrnistostní analýzy, především na výsledky naměřeného obsahu jílové frakce půd, se zabýval Ozer et al, 2010. Testování probíhalo při konstantní hodnotě indexu lomu materiálu 1,55. Hodnoty absorpčního indexu (AC) se měnily v rozmezí 0,01;0,03;0,05, 0,1, 0,15 a 2 (obrázek 11). Se zvyšujícím se absorpčním indexem se zvyšovalo množství detekovaných malých částic, docházelo tedy k vyššímu naměřenému obsahu jílové frakce



Obrázek 11 Vliv změny absorpčního indexu na výsledek zrnitostní analýzy půd (převzato Ozer et al, 2010)

Porovnáním změny nastaveného absorpčního indexu na změnu naměřených obsahů jílových částic (obrázek 12), bylo zjištěno, že změna absorpčního indexu z hodnoty 0,1 na hodnotu 2, nemá na na detekované množství jílové frakce téměř žádný vliv. K výraznému zvýšení naměřeného obsahu částic docházelo při změně absorpčního indexu z hodnoty 0,01 na hodnotu 1. Obsah naměřeného jílu se průměrně zvýšil o 12,3 %.



Obrázek 12 Vliv změny absorpčního indexu na množství naměřené jílové frakce (převzato Ozer et al, 2010)

Dle Sperraza et al, 2004 se hodnota absorpčního indexu u půdotvorných minerálů mění se změnou velikosti, tvaru i chemickou přeměnou částic, velikostí povrchů částic, ale i v závislosti na abrazi povrchu půdních částic.

Arriaga et al. (2006) na základě svého výzkumu doporučuje pro získání, co nejpřesnějších výsledků naměřeného obsahu jílové frakce v porovnání s pipetovací metodou, nastavit index lomu materiálu na hodnotu 1,42 v kombinaci s absorpčním indexem 0,01. Toto doporučení se neshoduje s výsledky Ozera et al, 2010, který za ideální nastavení absorpčního indexu považuje hodnotu 0,1 a to pro všechny vzorky, kromě těch, které jsou převážně neprůhledné (např. grafit, magnezit, pyrit).

Při měření zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie je stanovené zrnitostní složení půd ovlivněné také vhodným nastavením parametrů vztahujících se přímo k použitému přístroji.

3.2.3.4 Nastavení doby měření

Při měření vzorku zrnitostním přístrojem jsou v průběhu analýzy vzorku snímaný difrakční obrazy na detektorech a to v intenzitě 1000 snímaných obrazů za 1 s měření. Čím větší je počet snímků z detektorů, tím větší je přesnost naměřených výsledků (Ryzak a Bieganowski, 2011)

U přístroje Malvern Mastersizer 2000, na kterém probíhalo měření, lze nastavit dobu měření vzorku v rozmezí 1 - 131 s. Polovina měřícího času je určena pro působení červeného světla a druhá polovina pro modré světlo (Malvern Instruments).

Vlivem doby měření na přesnost získaných výsledků se zabývali Ryzak a Bieganowski, 2011 (obrázek 13). Vliv změny nastavené doby měření byl posuzován změnou variačního koeficientu pro d (0,9).

Hodnota variačního koeficientu se stabilizovala až při nastavené dobře měření 20 - 25s.



Obrázek 13 Vliv nastavené doby měření na změnu variačního koeficientu pro d (0,9), (převzato Ryzak a Bieganowski, 2011)

Protože nastavená doba měření je v přímé korelační závislosti s počtem snímaných difrakčních obrazů na detektorech, zvýšením doby měření si zajistíme reprezentativnější výsledky analyzovaného vzorku. Pokud by byla nastavená doba měření příliš krátká, nemusely by se všechny částice objevit v měřící buňce, čímž by byla snížena přesnost naměřených výsledků

Na základě svého výzkumu doporučují Ryzak a Bieganowski, 20 11 dobu měření na 30 s pro působení červeného světla a 30 s pro měření modrým světlem, celková doba měření je potom 60s. Doporučená nastavená doba měření se neshoduje se zjištěním Sperazza et al, 2004, který za adekvátní dobu měření považuje interval 12 s.

Rozdíly v publikovaných výsledcích mohou být způsobeny odlišným složením analyzovaných vzorků. Dle Ryzaka a Bieganowskeho, 2011 je při nastavování doby měření nutno vzít v úvahu také složení měřeného vzorku, proto nelze jednoznačně doporučit nastavení standartní doby měření pro všechny vzorky.

2.2.3.5 Výběr rychlosti míchání

Správný výběr rychlosti čerpání a míchání vzorku zajišťuje konzistenci měření a eliminuje problémy, které by mohly nastat při nastavení příliš intenzivního, anebo naopak nedostatečného míchání vzorku. Problémem spojeným s velkou rychlostí míchání vzorku je možnost nasátí bublin, které mohou být považovány za půdní částice a může tak docházet ke zkreslení měření (Ryzak a Bieganowski, 2011).

Přístroj Mastersizer 2000 s přídavným zařízením Hydro MU má zabudované čerpadlo s míchadlem, rychlost míchání se dá nastavit v rozmezí 1200 – 4000 otáček za minutu a dá se regulovat v krocích po 50 otáčkách za minutu.

Ryzak a Bieganowski, 2011 ve svém článku prezentují výsledky porovnávacích měření zabývajících se vhodnou volbou rychlosti míchání vzorku (měření probíhalo právě na přístroji Mastersizer 2000) a jejím vlivem na naměřené výsledky (obrázek 14). Změna byla pozorována na změně variačního koeficientu pro d (0,9).



Obrázek 14 Vliv změny rychlosti míchání vzorku na změnu variačního koeficientu pro d (0,9), převzato Ryzak a Bieganowski, 2011

Při rychlosti míchání nižší než 2000 otáček za minutu jsou výsledky zatížené nejistotou, která může být způsobena sedimentací větších částic na dně kádinky. Dodávaná energie je příliš nízká a nejtěžší částice zůstávají usazené na dně kádinky a nejsou nasávány do měřící buňky, díky čemuž dochází ke zkreslení naměřených výsledků

Ryzak a Bieganowski, 2011 na základě získaných výsledků doporučují nastavení rychlosti míchání na hodnotu 2500 rpm, zároveň však dodávají, že tuto hodnotu nelze považovat za univerzální hodnotu pro všechny vzorky. Například Sperazza et al., 2004, který stanovoval zrnitostní složení sedimentů s částicemi menšími než 50 µm, navrhuje rychlost míchání nastavit na 1800 rpm.

Z rozdílným doporučeným rychlostí míchání je patrné, že i vhodnost nastavené rychlosti míchání se může lišit v závislosti na měřeném vzorku.

3.2.3.6 Obskurace

Množství přidaného vzorku je stanovováno procentem tzv. obskurace. Obskurace je měřítkem množství laserového světla pohlceného v důsledku přidání vzorku. Ideální

rozsah doporučovaný firmou Malvern Instruments je optimální v rozptylu hodnot 10 – 30 % (Malvern, 1999).

Při obskuraci nižší než 10 % se snižuje kvalita difrakčních obrazů zachycených detektory, která vede k nízké přesnosti naměřených výsledků. Zatímco při obskuraci vyšší než 20 % může dle Bieganowskeho, 2010 docházet ke zkreslením měření a to z důvodu několikanásobného ohnutí laserového paprsku vlivem po sobě jdoucích půdních částic. Stejně tak Sperazza et al, 2004 doporučuje jako vhodnou hodnotu obskurace 20 %, naopak DeBoer et al., 1987 na rozdíl od předchozích autorů navrhuje jako optimální hodnotu obskurace 45 %.

3.2.3.7 Dispergace vzorku

Postup dispergace půdních agregátů je z hlediska pohledu stanovení distribuce velikosti částic v půdě, jeden z nejdůležitějších faktorů, které ovlivňují spolehlivost získaných výsledků.

Nedostatečně rozrušené půdní agregáty se mohou rozpadat až v průběhu měření a mohou tak měnit výslednou analýzu vzorku. Použití ultrazvuku je v porovnání se standartní metodou chemické dispergace za použití hexametafosforečnanu sodného, rychlejší a proto stoupá i jeho přitažlivost a širší využití. V literatuře, je možné najít kombinaci obou metod, tu uvádí například McCave et al, 1986, Buurman et al, 1997; Zobeck, 2004; Arriaga et al, 2006.

Výsledky Chapella, 1997 ukazují, že doba působení ultrazvuku, předcházejícího měření distribuce velikosti částic, by neměla být delší než 6 min a to z důvodu možného rozbití samotných půdních částic. Vzorky suspendované v kohoutkové nebo destilované vodě a dispergované pouze za použití ultrazvuku se v průběhu působení ultrazvuku plynule rozptylovaly (dispergovaly). Tím bylo potvrzeno, že použitím ultrazvuku může dojít nejen k rozrušení půdních agregátů, ale i k rozbití samotných půdních částic. Chappell zároveň uvádí, že stanovit optimální hodnotu působení ultrazvuku je velmi složité. Jako ideální dobu působení ultrazvuku, zjištěnou při porovnávání tvaru disperzních křivek a mikroskopování půdních částic, doporučuje nastavit dobu působení ultrazvuku na 3 minuty. Přičemž nejlepší kombinací pro dispergaci vzorku je použití ultrazvuku společně s hexametafosforečnanem sodným.

Sperazza et al, 2004 na rozdíl od Chapella, 1997 ve svém výzkumu zjistil, že optimální dispergace jemně zrnitých sedimentů bylo dosažena přidáním hexametafosforečnanu

sodného o koncentraci 5,5g/l při působení 24 hodiny před začátkem měření a při použití ultrazvuku po dobu 60 sekund.

Chemická dispergace vzorku při použití hexametafosforečnanu sodného a fyzikální dispergace pomocí ultrazvuku (s maximálním výkonem po dobu působení 4 min) jsou dle Ryzaka a Bieganowskeho, 2011 ekvivalentními metodami. Je třeba mít na paměti, že výkon ultrazvuku a doba jeho působení jsou závislé přímo na typu použitého přístroje a na objemu suspenze v kádince. Objem suspenze v tomto výzkumu byl 800 ml v 1000 ml kádince. Změna tohoto parametru vyžaduje další validace.

Na základě svého šetření Ryzak a Bieganowski, 2011 nedoporučují kombinaci chemické a mechanické dispergace vzorku, při kombinaci těchto dvou metod přípravy vzorku může mít působení ultrazvuku opačný efekt a místo rozrušení půdních agregátů, může docházet k jejich opětovnému spojení.

3.4 Porovnání pipetovací metody a laserové granulometrie

Porovnáním výsledků měření zrnitostního složení půd metodou laserové difrakce s výsledky z pipetovací metody se zabývalo již mnoho autorů hned od počátku vzniku této metody. První otázku, kterou si vědci kladli, byla snaha o zjištění, zda výsledky z laserové granulometrie lze srovnávat s výsledky ze standardizované pipetovací metody. Přestože se této problematice věnovalo již mnoho autorů, metoda laserové difrakce doposud nenahradila klasické metody měření.

Porovnáním pipetovací metody a laserové granulometrie se ve svým pracích zabývali například Beuselinck,1998; de Boer,1987, Goossens, 1987; Buurman, 1997, Stefano, 2010).

Dle Ryzaka a Bieganowskeho, 2011 existují dvě hlavní skupiny problémů související s nejistotou kvantitativního porovnání publikovaných výsledků. První skupinou jsou objektivní příčiny. Existuje totiž mnoho různých přístrojů na měření zrnitostního složení půdy laserovou granulometrií, vyrobených v různých obdobích a různými společnostmi. Vývoj těchto zařízení a hardwarových a softwarových inovací v nich používaných, mohou být zdrojem nejistoty naměřených výsledků. Druhou skupinou důvodů jsou subjektivní příčiny – chyby pramenící z lidských pochybení při měření. Studium dostupných vědeckých studií ukázalo, že nejenže není vytvořená standartní metodika měření, ale také je nedostatek dostupných informací o průběhu měření v metodologických částech jednotlivých studií. Například neuvedená informace o použitém matematickém

modelu (Franhouferova či Mie teorie) pro výpočet výsledků u článků publikovaných před rokem 2000. Pokud byla použita Teori Mie často chybí informace o optických vlastnostech a rozptylové fázi (absorpční index a index lomu světla).

Výsledky měření zrnitostního složení půd laserovou difrakcí se mohou lišit právě v závislosti na používaném přístroji a jeho nastavení. Velkou roli zde hrají především již zmíněné výpočtové teorie. Pro výpočet velikosti částic z intenzity světla snímaného detektory, jsou používány dvě teorie: Franhouferova difrakční teorie a Mieho teorie rozkladu světla (Gee a Orr, 2002).

V roce 1970, kdy byl vytvořen první přístroj pro laserovou difrakci, nebyl výkon techniky natolik dostačující, aby vyhovoval požadavkům pro používání teorie Mie, tato teorie byla proto nahrazována Franhouferovou teorií. Nová norma ISO povoluje i nadále používání Franhouferovy teorie pro měření částic větších než 50 µm, teorie Mie je určena především pro částice menší než 50 µm, ale je použitelná v plném rozsahu měření (Rawle, 1993). Obě teorie předpokládají kulovitý tvar částic.

Hlavním rozdílem mez teoriemi je požadavek na nastavení indexu lomu materiálu (RI) a absorpčního indexu (AC) částic pro dané medium u teorie Mie, zatímco Franhouferova teorie tyto vstupní údaje nevyžaduje (Ozer et al, 2010).

Použití Franhouferovy difrakční teorie při měření zrnitostního složení půd laserovou granulometrií je dle Loziaua et al, 1994 nevhodné v případě, že se průměr částic (d) blíží vlnové délce světla (δ). De Boer et al, 1987 taktéž uvádí, že při použití Franhouferovy teorie dochází k nepřesným výsledkům u částic <10 λ . Matice založené na Franhouferově teorii jsou počítány z ohybu světla částicemi a v rozdílech v absorpci, rozdílný index lomu v tomto případě nehraje při výpočtu zrnitostního složení žádnou roli. Tato hypotéza, ale není úplně správná pro organickou hmotu, která může absorbovat část světla (Stefano et al, 2010). Tyto skutečnosti mohou být dle Stefana et al, 2010 vysvětlením, proč při měření metodou laserové difrakce dochází k podhodnocování obsahu jílových částic.

Konert a Vandenberghe, 1997 ve své práci publikovali tvrzení, že Franhouferova teorie je dobře aplikovatelná pro částice jílu nekulovitého tvaru. De Boer et al, 1987 naopak navrhuje, že Franhouferův model není dostatečně přesný pro stanovování jílové frakce. Autoři Beuselinck et al., 1998, Konert a Vandenberghe, 1997, Loizeau et al, 1994 se shodují, že Franhouferova teorie nadhodnocuje obsah jílových částic v porovnání s teorií Mie. Loiteau et al, 1994 ve své studii prezentuje, že Franhouferova teorie detekuje výrazně vyšší obsah naměřených jílových částic než je obsah naměřený pipetovací

metodou v porovnání s teorií Mie. Nejpřesnější a nejkomplexnější metodou pro předpověď rozptylu světla částic jsou dle Malvern Instruments, 2000 zabudovány v teorii Mie.

Novější přístroje vzaly tuto myšlenku v úvahu a při měření obsahu malých částic fungují na principu teorie Mie. Při používání programů založených na tomto principu je velmi důležité nastavit správný index lomu světla (Loziau et al, 1994).

Jelikož je vhodnost nastavení indexu lomu světla závislá jednak na velikosti částic, ale i na jejich mineralogickém složení a jelikož je půda systém tvořený částicemi různých velikostí, ale i různého mineralogického složení, je nastavení vhodného indexu lomu světla pro půdu vázáno na typ analyzovaného půdního vzorku. (Stefano et al, 2010).

Eshel et al, 2004 publikoval klesající množství detekované jílové frakce při zvyšující se hodnotou RI, zároveň publikoval zjištěnou vysokou citlivost jílové frakce na hodnoty RI nižší než 1,65. Na základě svým výzkumů Eshel et al, 2004 doporučuje hodnotu nastavit hodnotu RI 1, 53.

Bah, 2009 zjistil, že rozdíly v měření mezi metodami laserové difrakce a pipetovací metody mohou být způsobené také rozdílností hustoty půdních částic a odchylkách od kulovitého tvaru. Sedimentační metody předpokládají jednotnou hustotu částic, což je jedním z hlavních důvodů chyb při měření, naopak metoda laserové difrakce je na hustotě částic nezávislá (Goossens, 2008).

Půda je složena z částic o různé hustotě, která je převážně určována jejich mineralogickým složením. Nejistota hustoty částic může silně ovlivnit výsledek stanovovaného zrnitostního složení sedimentačními metodami (Wen et al, 2002). Stefano et al, 2010 uvádí, že hustota částic sedimentů se může lišit a pohybovat mezi hodnotami 1,66 – 2,99 mg/m^{3.} Jako průměrná hustota půdy se obvykle uvádí hodnota 2,65 mg/m³.

Podle Wena et al, 2002 lze očekávat, že s rostoucím rozdílem hustoty částic, roste rozdíl mezi metodami.

Jedním z důvodů rozdílných výsledků mezi pipetovací metodou a laserovou granulometrií je i rozdílné stanovování průměru částic. Průměr částice získaný metodou laserové difrakce je shodný s průměrem koule, která dává stejnou difrakci světla jako měřená částice (Stefano et al, 2010), zatímco průměr částice stanovený pipetovací metodou je průměr shodný s částicí kulovitého tvaru, která se ve vodném roztoku usazuje stejnou rychlostí (Loveland a Whaley,2001).

46

Odchylky od kulovitého tvaru ovlivňují obě metody. Jílové částice mají převážně destičkovitý tvar a jejich ekvivalentní optický průměr (stanovovaný metodou laserové difrakce) je mnohem větší než ekvivalentní kulový průměr stanovovaný pipetovací metodou, to je dle Beuselinka et al, 1998 důvodem, proč jílové částice bývají přiřazovány k větší zrnitostní frakci (převážně do prachové frakce) půd a dochází tak k podhodnocování jílové frakce.

Částice nekulovitého tvaru se usazují pomaleji než k nim ekvivalentní kulovité částice a výsledkem toho dochází k nadhodnocování jílové frakce u pipetovací metody. Tedy vliv tvaru částic funguje na opačném principu u těchto dvou metod (Stefano et al, 2011).

Dle Paz- Ferreiro, 2010 nelze hodnoty získané pomocí laserové granulometrie a standartní pipetovací metody srovnávat, přestože vzorky prošly stejnou předpřípravou. Obsahy jílových a pískových částic naměřených laserovou difrakcí jsou nižší, obsah prachových částic vyšší v porovnání s výsledky z pipetovací metody (Pazz-Ferrerio et al, 2010).

Rozsah podhodnocení se liší v závislosti na různých typech sedimentů a půd Mayson et al, 2011 zjistil podhodnocení obsahu částic $< 2 \mu m$ měřených metodou laserové difrakce, naměřený obsah byl 0,4 x menší než obsah naměřený pipetovací metodou.

Největší nesoulad naměřených výsledků byl zjištěn u jílové frakce (dle klasifikace FAO). U laserové metody může být zdrojem nejistoty získaných výsledků počítání částic založeném na jejich objemu. Méně početné, ale větší částice mají hlavní vliv na výsledek měření (Ryzak et al, 2007).

Dle Loziau et al 1994 dochází při měření přirozených sedimentů přístrojem Coulter LS 2000 k podhodnocování obsahu jílových částic o 36-70% v porovnání s obsahem naměřeným pipetovací metodou. Při porovnávání s přístrojem Malvern Laser partical analyser dospěl Loziau et al, 1994 k závěru, že získané výsledky jsou porovnatelné. K rozdílu naměřených obsahů dochází u velmi jemných částic prachu a u jílových částic, přičemž Coulter LS 200 vykazuje vyšší naměřený obsah těchto částic než přístroj Malvern Laser Sizer 2600.

Stefano et al, 2010 odkazuje na studii Loizeau, Arbouile, Santiaga a Verneta (1994), kteří uvádějí, že distribuce částic v půdě získaná metodou laserové difrakce podhodnocuje obsah jílu v porovnání s klasickou sedimentační metodou a toto podhodnocování narůstá se zvyšujícím se obsahem jílu v půdách. Nebylo ale zjištěno, zda je podhodnocování

47

jílových částic způsobeno mineralogickým složením a tvarem analyzovaných částic nebo jsou příčinou podhodnocování jiné faktory.

Buurman et al, 2001 píše, že částice písku jsou metodou laserové difrakce měřeny s větší čí menší shodou v porovnání s pipetovací metodou, zatímco částice jílu naměřené metodou laserové difrakce jsou naměřené v menším procentu v porovnání s výsledky z pipetovací metody. Z toho vyplývá, že nižší obsah jílové frakce vykazovaný laserovou difrakcí musí být kompenzován vyšším množstvím prachových částic.

Arriaga et al, 2006, který porovnával výsledky získané z laserové granulometrie s výsledky z pipetovací metody, uvádí, že výsledky měřené metodou laserové difrakce suchým způsobem při nastavené hodnotě reálného indexu lomu 1,4 a imaginárního (absorpčního) indexu 0,001, dosahovaly výrazně jiných výsledků v porovnání s pipetovací metodou. Korelační vztah mezi metodou laserové difrakce a pipetovací metodou pro písek, prach a jíl je Arriagem et al, 2006 hodnocen jako přijatelný. Pro písek byla korelační závislost stanovena na 0,88, pro prach 0,80 a pro jíl je R² = 0,69.

Buurman et al, 1997 zjistil dobrou korelační závislost $R^2 = 0.98$ mezi metodou laserové difrakce a pipetovací metodou, při nastavené obskuraci 10 % pro částice o velikosti 2 < 1, < 8, < 16, < 32 a < 50 µm a měření na přístroji Coulter LS230 s rozsahem detekce částic 0,04 – 2000 µm. Index lomu materiálu byl nastaven na hodnotu 1,56. Ačkoliv Buurman et al, 1997 stanovil vysokou korelační závislost, zároveň píše, že je nepravděpodobné, aby byla stanovena univerzální korelační závislost, ta se totiž může lišit v závislosti na vzniku a původu půdních částic.

Eshel et al, 2004 při analýze zrnitostního složení půd metodou laserové difrakce na přístroji Beckmann - Coulter LS – 230 s laserovým paprskem od délce 750 nm (detekuje částice od velikost 0,4 μ m) při nastaveném indexu lomu materiálu 1,5 a absorpčním indexu 0,2, dospěl k závěru, že naměřený obsah jílových částic byl výrazně nižší než při měření pipetovací metodou. Naopak u prachové frakce bylo dosaženo opačných výsledků. Stanovené koeficienty regrese pro jílové, prachové a pískové frakce mezi metodami jsou 0,702, 0,689, 0,821. Dobrá shoda výsledků mezi metodami pro jednu frakci, znamenala zvýšení neshody výsledků mezi metodami pro jinou frakci.

Kun et al, 2013 srovnával výsledky laserové difrakce měřených přístrojem Fritcch Analysette 22 MicroTec instrument o rozsahu měření částic $0,08 - 2000 \ \mu m$ s pipetovací metodou. Ve svém článku publikoval korelační závislost mezi metodami pro písek (> 20 μ m) 0,951, pro prachovou frakci (2 – 20 μ m) 0,934 a jílovou frakci (< 20 μ m) 0,928. Autoři zabývající se porovnáváním pipetovací metody a metody laserové difrakce se většinou shodují, že při měření dochází k podhodnocování jílové frakce, zatímco obsahy pískové frakce jsou v porovnání s pipetovací metodou srovnatelné. Vysvětlením dobré shody naměřených obsahů pískové frakce, může být dle Ryzaka et al, 2007, tvar pískových částic, které jsou svým tvarem v porovnání s částicemi prachu a písku nejpodobnější kouli. Ačkoliv výsledky získané metodou laserové granulometrie jsou v porovnání s pipetovací metodou odlišné, byla mezi metodami v různých studiích nalezena korelační závislost. Ta se však lišila v závislosti na použitém přístroji, ale i na typu analyzovaného vzorku.

4 MATERIÁL A METODIKA

4.1 Odběr půdních vzorků

Pro analýzu zrnitostního složení půd byl proveden odběr porušených směsných vzorků, které byly následně vysušeny při laboratorní teplotě a přesáty na jemnozem přes síto o velikosti ok 2 mm.

Vzorky byly vybírány tak, aby svým zrnitostním složením odpovídaly zařazením do zrnitostních tříd hlinitých a písčitých půd.

4.2 Laboratorní metody

U všech odebraných vzorků byla následně provedena analýza zrnitostního složení půd pipetovací metodou. Popis analýzy je uveden v kapitole 4.2.1.

K odebraným vzorkům byl proveden výběr referenčních vzorků a to na základě jejich zrnitostního složení, které bylo stanovováno pipetovací metodou. Vzorky byly vybírané tak, aby svým zrnitostním složením, co nejvíce odpovídaly odebraným vzorkům.

Následně bylo u obou skupin vzorků stanoveno zrnitostní složení metodou laserové granulometrie.

Naměřené výsledky byly statisticky porovnány s pipetovací metodou a to zvlášť pro skupiny hlinitých a písčitých půd. V rámci těchto svou skupin byly dále zvlášť porovnány skupiny vlastních odebraných vzorků se skupinou referenčních vzorků, tak aby bylo zjištěno, zda nastavená metodika měření dává v porovnání s pipetovací metodou shodné výsledky pro různé druhy písčitých a hlinitých půd.

4. 2. 1 Stanovení zrnitostního složení půd pipetovací metodou

Popsaný postup zrnitostní analýzy je v souladu s normou ČSN CEN ISO/TS 17892-4 (721007), Geotechnický průzkum a zkoušení - Laboratorní zkoušky zemin - Část 4: Stanovení zrnitosti zemin.

4.2.1.1 Přepříprava vzorku a jeho dispergace

Z odebraného půdního vzorku se odstraní větší kameny a části rostlin a vzorek se nechá vysušit, při sušení nesmí teplota přesáhnout 40°C. V průběhu sušení vzorku se postupně rozmělňují půdní agregáty. Vysušený vzorek se prosévá přes síto s velikostí ok 2 mm.

4.2.1.2 Pracovní postup

Půdní částice se dispergují varem s alkalickým roztokem (NaPO₃)₆. Takto vzniklá suspenze se po zředění na jednotný objem 1000 ml promíchá a nechá se volně sedimentovat. Po uplynutí příslušného času rovnajícího se době usazování částic určité velikosti se z dané hloubky odpipetuje konstantní objem suspenze do zvážené nádobky. Po odpaření a vysušení se novým vážením zjistí hmotnost příslušné zrnitostní frakce.

Postup:

Do kádinky vysokého tvaru o objemu 250 ml se naváží 10 g těžké nebo střední zeminy nebo 20 g lehké zeminy. Navážka 10 g se přelije 10 ml dispergačního činidla a 10 ml vody, k navážce 20 g se přidává 20 ml dispergačního činidla a 20 ml vody. Dispergační činidlo (hexametafosforečnan sodný, (NaPO₃)₆) se připravuje přidáním 35,7 g hexametafosforečnanu sodného a 7,94 g uhličitanu sodného Na₂CO₃ do 1000 ml vody. Nádobka se přikryje hodinovým sklem a nechá se stát (20-24 hodin). Poté se suspenze za stálého míchání skleněnou tyčinkou s gumovou botičkou vaří na rozehřáté pískové lázni 1 hodinu od počátku varu. Ztráta vody v nádobě se vyrovnává doplňováním horkou vodou na původní objem suspenze.

Po vychladnutí se obsah nádobky naředí vodou a slévá se přes síto o velikosti ok 0,25 mm do nálevky do sedimentačního válce o objemu 1000 ml. Zbytek vzorku zachyceného na sítě se důkladně se důkladně promyje vodou ze střičky a spláchne se do předem vysušené (po dobu 1 hodiny při 105°C) porcelánové misky a nechá se na pískové lázni odpařit za sucha. Ihned po odpaření se vloží do sušárny, kde se nechá vysušit při 105°C. Po vychladnutí se vzorek zváží.

Suspenze zeminy v sedimentačním válci se destilovanou vodou doplní na objem 1000 ml a změří se její teplota. Poté se suspenze po dobu jedné minuty promíchává míchadlem. Od ukončení promíchávání se začíná měřit doba sedimentace. Pipetuje se vždy 25 ml suspenze tak, že s pipetováním v hloubce 25 cm se započne 10 s, v hloubce 10 cm 12,5 s a v hloubce 7 cm 15 s před uplynutím doby sedimentace. Pipetování se reguluje tak, aby v čase ukončení sedimentace pro danou frakci byla naplněna polovina objemu pipety. Po nasátí celého objemu pipety se suspenze vypustí do předem vysušené porcelánové misky a pipeta se propláchne menším množstvím vody. Obsah misky se nechá na pískové lázni za sucha odpařit a vysuší se v sušárně po dobu 1 h při 105°C, po vychladnutí se miska s odparkem zváží.

Ze získaných navážených množství jednotlivých půdních frakcí se poté vypočte jejich procentuální zastoupení (Zbíral et al, 2011).

4. 2. 2 Stanovení zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie

Pro analýzu zrnitostního složení půd byl použit laserový analyzátor Mastersizer 2000 od firmy Malvern instrument s adaptérem Hydro MU (obrázek 15). Přístroj detekuje částice v rozsahu 0,02 – 2000 µm. Adaptér Hydro MU je vybaven míchadlem, které zabraňuje usazování částic v kádince a to tím, že dochází k cirkulaci vzorku v měřícím systému a usnadňuje průchod měřící buňkou.

Přístroj se skládá ze tří hlavních částí: vysílače, přijímače a oblasti měření vzorku.



Obrázek 15 Přístroj Malvern Mastersizer 2000 (foto: autor práce)

Přijímač je složen z laseru a elektroniky, která vysílá laserový paprsek. Pro určení zrnitostního složení využívá přístroj dvou zdrojů světla: červeného (vlnová délka 633 nm) a modrého (vlnová délka 466 nm).

Oblast měření vzorku (obrázek 16) leží mezi vysílačem a přijímačem a dochází zde k průchodu laserového paprsku měřeným vzorkem. Beam expander, označený číslem 2, je využíván ke zvětšení průměru laserového paprsku. Část přístroje označená číslem 3 slouží jako prostor pro shromáždění laserového paprsku, který byl při průchodu vzorkem rozptylem a soustředí ho na detektory. V této části přístroje jsou umístěné čočky. Druh čoček ovlivňuje rozsah měření přístroje, každý typ je totiž určen pouze pro měření určitého rozsahu velikostí.

Aby mohl měřeným vzorkem procházet paprsek analyzátoru, je měřený vzorek vložen do buňky s věstavěným míchadlem, díky kterému je neustále promíchávám a z míchací buňky je hadičkami (5) nasáván do měřící buňky, po průchodu měřící buňkou se opět vrací do míchací buňky. Půdní vzorek tedy v průběhu měření neustále cirkuluje přístrojem.



Obrázek 16 Oblast měření vzorku, přístroj Malvern mastersizer (převzato Malvern, 1999)

Závěrečnou částí optické jednotky je jednotka přijímače. Přijímač shromažďuje a uchovává informace získané z rozptylu paprsku analyzátoru při průchodu měřeným vzorkem. Jakmile jsou data shromážděna, jsou počítačovým systémem odeslána pro analýzu. Hlavní součástí přijímače je detektor. Detektor je ve skutečnosti tvořen větším množstvím jednotlivých detektorů, které jsou uspořádány v radiálním vzoru. Každý z detektorů shromažďuje rozptyl světla pro konkrétní rozsah úhlů.

Jednou ze součástí přístroje je zabudovaná ultrazvuková sonda s maximálním výkonem 35 W a frekvencí 40 kHz (obrázek 17).



Obrázek 17 Adaptér HydroMU s ultrazvukovou sondou (foto: autor práce)

Softwarový program měřicího přístroje kontroluje správnou funkci optických částí přístroje v průběhu měření a sesbíraná data z detektorů využívá k výpočtu velikostí částic daného vzorku.

Samotná analýza vzorku zahrnuje dva různé procesy – proces měření (zachycení difrakčního obrazu vzorku), který probíhá v optické jednotce, druhým procesem je zpracovávání dat získaných z detektorů za použití teorií lomu světla (Franhouferovy teorie nebo teorie Mie). Při měření detektory zachycují difrakční obrazy tzv."snap - shots". Zachycený "snap-shot" zobrazuje difrakční obraz vztahující se k částicím, kterými právě v době zachycení procházel laserový paprsek. Kdyby z celého měření byl pořízen pouze jeden "snap-shot", zachycený difrakční obraz by nebyl reprezentativním obrazem pro celý vzorek, ale pouze pro konkrétní skupinu částic. Na každou sekundu měření připadá asi 1000 "snap-shots, tedy se zvyšující se dobou měření se zvyšuje i reprezentativnost získaných výsledků pro daný vzorek.

Naměřená data jsou nejprve analyzována vybráním tzv. prezentace (presentation). Prezentace zobrazuje předpokládány rozptylový vzor teoretických částic. V softwarovém programu přístroje je nastaveno velké množství takovýchto rozptylových obrazů vztahujících se k různým částicím dispergovaných v různých rozpouštědlech. Při nastavení přístroje je proto nutné vybrat nejvhodnější rozptylový obraz, který by mohl vykazovat největší shodu s analyzovaným vzorkem a s použitým rozpouštědlem. Prezentace dat se poté provádí tak, aby co nejvíce odpovídala naměřeným datům.

Získaná data mohou být analyzována několika způsoby. Možné způsoby vyobrazení výsledků pro daný vzorek jsou uvedené na obrázku 18. Nejčastějším způsobem vyobrazení je četnostní křivka určitých velikostních kategorií (3). Získané výsledky mohou být také prezentovány prostřednictvím histogramu (4) nebo tzv. oversized (2) a undersized křivkami (1). První křivka prezentuje výsledky jako % vzorku nacházející se nad určitou velikostí částic. Druhá křivka prezentuje výsledky jako % vzorku nacházející se pod určitou velikostí částic.



Obrázek 18 Možnosti vyobrazení získaných výsledků (převzato Malvern, 1999)

Před samotným měřením je nutno nastavit přístroj tak, abychom mohli získat požadovaná data.

Nastavení přístroje můžeme rozdělit do tří základních kroků: 1. vybrání modelu analýzy, která má být při měření použita, 2. vybrání vhodného předpokládaného rozptylového vzorce 3. samotná kalkulace získaných výsledků.

Nastavený model analýzy informuje softwarový program o očekávaném tvaru výsledného grafu. K dispozici jsou čtyři možnosti nastavení: polydisperzní (vhodný použít pro vzorky, kde lze jen těžko předpokládat výsledný tvar), multimodální (předpokládá jeden nebo více vrcholů ve výsledném grafu, tzn., že ve vzorku budou obsaženy částice několika různých velikostí). Monomodální model předpokládá pouze jeden vrchol u výsledného grafu, ve vzorku budou obsaženy částice pouze jedné velikosti. Vysoce polydisperzní model je podobný polydisperznímu modelu, ale používá jen ve zvláštních případech.

Pokud je pro přepočet dat získaných detektory použitá teorie Mie, je nutno nastavit vhodný relativní index lomu měřených částic a imaginární index lomu (závisí na adsorpci částic) a index lomu suspenzačního media. Jakmile do systému tato data zadáme, může být programem vypočten očekávaný rozptylový vzor pro dané částice, který je označován jako prezentace. Existuje několik způsobů, jak zvolit správnou prezentaci. Nejjednodušší je zvolit jednu ze systémem přednastavených prezentací. Při měření vzorku rozpuštěného ve vodě je vhodnou volbou prezentace označovaná jako standard wet. Pro získání přesnějších výsledků je vhodné zadat index lomu materiálu a software pak přiřadí nejbližší shodnou prezentaci z velkého množství předem vypočítaných prezentací uložených v systému.

Po nastavení modelu analýzy a prezentace výsledků může program vypočítat výslednou předpokládanou distribuci částic. Proces vypočítávání výsledných hodnot je v programu zobrazován pod označením "residual", která nám podává informaci o míře shody vypočtených dat s naměřenými výsledky. Na základě vyjádřené shody si můžeme ověřit, zda byla pro měření zvolena vhodná metodika měření, hodnota by měla být menší než 1%.

Pro měření vzorků si uživatel přístroje může nastavit svoji vlastní metodiku měření, kde může zvolit nastavení následujících parametrů: typ disperze, měřený materiál a jeho optické parametry, disperzní medium a jeho optické vlastnosti, dobu měření, počet měření v rámci jednoho vzorku, přepočtovou metodu, instrukce formát prezentace výsledků, a označení záznamů. Tato metodika zůstane uložená v programu a uživatel ji tak může opakovaně využívat.

Protože dosud nebyla schválená standartní metodika pro nastavení přístroje tak, aby dosahoval vhodných výsledků, může se nastavení jednotlivých parametrů v rámci studií různit a to jednak v závislosti na použitém přístroji, ale také v závislosti na analyzovaných vzorcích. Doporučené nastavení jednotlivých parametrů pro měření půdních vzorků získané na základě podrobnější výzkumů je uvedené v kapitole 3.2.3.

Po nastavení všech důležitých parametrů může být zahájena samotná analýza půdních vzorků. Před samotným počátkem měření je nutné se ujistit, zda je přístroj a převážně jeho optická část (čočky) dostatečně čistý, aby se zabránilo případnému zkreslení výsledků. Druhým krokem při měření je měření pozadí, které probíhá ještě před přidáním vzorku a slouží k měření pozadí elektrického šumu a laserového rozptylu zněčišťujících látek, které se mohly zachytit na optice nebo mohou být obsaženy v dispergačním činidlu. Následující fáze měření spočívá v přidání vzorku. Množství přidaného vzorku je měřeno pomocí obskurace (procento zastínění laserového paprsku přidaným vzorkem).

Po přidání vzorku může být vzorek dispergován pomocí ultrazvuku, následuje měření vzorku, analýza výsledků a jejich interpretace.

Při interpretaci výsledků je nutné brát na vědomí, že získané velikostní rozdělení částic daného vzorku je založeno na objemu. Tedy pokud z výsledků zjistíme, že například 11 % ve velikostní distribuci tvoří skupina částic o velikosti 0,002 – 0,5 mm, znamená to, že celkový objem všech částic s průměrem v tomto rozsahu představuje 11% celkového objemu všech částic v distribuci.

56

. Program Mastersizer vyjadřuje, jak už bylo zmíněno dříve, velikost částice na základě objemu, měřené částici je tak přiřazován průměr částice o stejném objemu jako má měřená částice.

Po dokončené analýze vzorku máme jednak k dispozici vyjádření distribuce částic různými druhy křivek, které byly popsány v předchozích odstavcích, ale získáme i řadu dalších údajů charakterizujících daný vzorek (obrázek 19).

Particle Name:	Accessory Name:	Analysis model:	Sensitivity:
Půda	Hydro 2000MU (A)	General purpose (spherical)	Normal
Particle RI:	Absorption:	Size range:	Obscuration:
1.510	0.01	0.020 to 2000.000 um	29.29 %
Dispersant Name:	Dispersant RI:	Weighted Residual:	Result Emulation:
Water	1.330	0.426 %	Off
Concentration:	Span :	Uniformity:	Result units:
0.0387 %∀ol	3.952	1.27	Volume
Specific Surface Area:	Surface Weighted Mean D[3,2]:	Vol. Weighted Mean D[4,3]:	
9.99 m./g	0.601 um	21.445 um	
d(0.1): 0.130 um	d(0.5): 13.631	um d(0	0.9): 53.996 um

Obrázek 19 Výstup měření

První charakteristikou je residual, který byl již popsaný výše v textu, pokud je jeho hodnota vyšší než 1 %, je dobré takový vzorek znovu přeměřit, hodnota vyšší než 1 % totiž značí možnost špatné analýzy vzorku.

Charakteristiky D(0,5), D(0,1) a D(0,9) nám vyjadřují, kolik procent vzorku se nachází nad nebo pod touto velikostí. Například D(0,5) je velikost částice, která rozděluje naměřená data na dvě poloviny, 50 % částic ve vzorku je větších než tato velikost a 50 % částic ve vzorku je menších než částice této velikosti.

D[4,3] vyjadřuje objemový průměr částic, D[3,2] udává hodnotu povrchově ekvivalentního průměr částic.

Span je měřítkem šířky distribuce částic, čím menší je její hodnota, tím užší je rozdělení.

V následujících kapitolách je uvedeno nastavení parametrů přístroje, které bylo použito pro analýzu vzorků (Malvern, 1997).

4.2.2.2 Předpříprava vzorků

Část odebraného a přesátého vzorku (jemnozemě) byla vložena do malé kádinky. Pro rozrušení půdních agregátů bylo přidáno dispergační činidlo (hexametafosforečnan sodný), doba působení dispergačního činidla byla minimálně 12 hodin před počátkem měření. Připravený vzorek by měl mít pastovitou konzistenci (obrázek 20).



Obrázek 20 Připravený vzorek pro měření (foto: autor práce)

4.2.2.3 Nastavená doba měření, rychlost míchání a oskulace

Vzorek byl poté přidán do kádinky o objemu 1000 ml naplněné destilovanou vodou v množství 800 ml (obrázek 21). Rychlost míchání vzorku byla nastavena na 2000 otáček za minutu.



Obrázek 21 Přidání vzorku do analyzátoru (foto: autor práce)

Množství přidaného vzorku se stanovuje tzv. oskulací. Obskurace je zaznamenávána přístrojem (obrázek 22) a na displeji se přímo zobrazuje rozmezí (zelená barva), které bylo nastaveno v metodice. Hodnota obskurace byla pro analýzu písčitých půd nastavena na rozmezí mezi 20 - 30 %, pro analýzu hlinitých půd mezi 10 - 20 %.



Obrázek 22 Zaznamenávání % obskurace měřeného vzorku

Čas měření byl nastaven na 30 s pro červené světlo o vlnové délce 633 nm a 30 s pro modré světlo o vlnové délce 466 nm. Vzorky byly vždy měřeny ve třech opakováních, z nichž byl přístrojem vyhodnocen průměrný výsledek. Trojí opakování bylo nastaveno, aby se zajistilo získání reprezentativních výsledků a eliminovaly se tak případné chyby v měření.

4.2.2.4 Nastavení indexu lomu materiálu a absorpčního koeficientu

Pro výpočet procentuálního obsahu zastoupených zrnitostních frakcí byla v přístroji nastavená teorie Mie (kapitola 3.2.3.2).

Metodika byla nastavená na hodnotu indexu lomu materiálu 1,51 a hodnotu absorpčního indexu 0,01. Vhodnost nastavených parametrů indexů lomu materiálu a absorpčního indexu byla konzultována s odborným poradcem.

4.2.2.5 Dispergace vzorku pomocí ultrazvuku

Pro rozrušení půdních agregátů byla při přípravě vzorku použita chemická dispergace (kapitola 4.2.1.1), která byla před začátkem měření doplněna o mechanickou dispergaci pomocí ultrazvuku (kapitola 4.2.2.5).

Ultrazvuk byl nastaven na maximální výkon a doba působení ultrazvuku byla nastavena u písčitých i hlinitých půd na dobu 20 s.

4.3 Statistické vyhodnocení dat

Statistické vyhodnocování dat bylo prováděno pomocí programu Excel. K porovnání dosažených výsledků mezi metodami byl používán nepárový T-test pro testování středních hodnot souboru. Korelační závislost byla hodnocena pomocí regresní analýzy.

5 VÝSLEDKY A DISKUZE

5.1 Stanovení vhodného způsobu měření hlinitých a písčitých půd metodou laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou

V první části měření zrnitostního složení půd přístrojem Malvern Mastersizer 2000 byl hledán vhodný způsob nastavení jednotlivých parametrů přístroje, tak abychom při měření dosahovali vhodných a co nejpřesnějších výsledků v porovnání s pipetovací metodou.

Nastavení parametrů se u jednotlivých měření různilo. Zkoumán byl především vliv zvýšení obskurace a doby působení ultrazvuku na množství naměřených obsahů jednotlivých půdních frakcí a to zvlášť pro skupinu písčitých a hlinitých půd. Hodnota indexu lomu materiálu a absorpčního indexu, rychlost míchání vzorku a nastavená doba měření byly nastaveny jednotně pro všechna měření dle nastavení uvedených v kapitolách 4.2.2.3 a 4.2.2.4.

Jeden z faktorů ovlivňujících přesnost naměřených výsledků je % obskurace. Doporučené nastavení se u jednotlivých autorů liší, jak je uvedeno v kapitole 3.2.3.6 a není jednotně nastaveno vhodné nastavení pro správnou detekci částic v půdním vzorku. Druhým faktorem ovlivňujícím přesnost naměřených výsledků je způsob rozrušení půdních agregátů. Při předpřípravě vzorků se používá chemická dispergace hexametafosforečnanem sodným, která se ještě před začátkem měření může doplnit mechanickou dispergací působením ultrazvuku. Cílem tohoto porovnání bylo zjistit, zda změna doby působení ultrazvuku a předříprava vzorku ovlivňují zjištěný obsah půdních frakcí.

Pro posouzení vlivu změny obskurace vzorku a doby působení ultrazvuku na přesnost získaných výsledků bylo vybráno 5 reprezentativních vzorků hlinitých a 5 reprezentativních vzorků písčitých půd. Hlinité půdy byly analyzovány 4 různými způsoby měření (I. – IV.), písčité půdy třemi různými způsoby měření (I. – III). Jednotlivé způsoby měření se odlišovaly změnou obskurace a dobou působení ultrazvuku.

Nastavené parametry pro jednotlivé způsoby měření pro hlinité půdy jsou uvedeny v tabulce 10, pro písčité půdy v tabulce 11.

Způsob měření	Obskurace (%)	Doba působení ultrazvuku
I.	20 - 30	40
II.	10 - 20	0
III.	10-20	20
IV.	10-20	40

Tabulka 10 Nastavené parametry pro analýzu hlinitcýh půd způsoby měření I – IV

T 1 11	11	NT /	,	11	1 2.1 1	0 1	0 1	~~ / 7	
Tahulka	11	Nastavene	narametry pro	analyzu	niscitvch	nud	<i>รทนรถท</i> บ) mereni I	-111
1 00000000		1 100000 0000	paramenty pro	current y au	procreyen	pull	=pusooy	men ente 1	

Způsob měření	Obskurace (%)	Doba působení ultrazvuku (s)
I.	20 - 30	20
II.	10 - 20	0
III.	10 – 20	20

Výsledky získané na základě nastavených parametrů u jednotlivých způsobů měření byly mezi sebou statisticky porovnány a to zvlášť pro jednotlivé půdní frakce dle klasifikace USDA. Následně byly jednotlivé metody statisticky porovnány s výsledky z pipetovací metody. Vyhodnocení vlivu vybraných parametrů na změnu naměřených obsahů jednotlivých půdních frakcí je uvedeno zvlášť pro písčité a zvlášť pro hlinité půdy v kapitolách 5.1.1 a 5.1.3.

Z důvodu nejednoznačných výsledků vhodnosti nastavené metodiky měření pro analýzu zrnitostního složení hlinitých půd při statistickém porovnání způsobů měření I – IV s pipetovací metodou, bylo měření doplněno o analýzu nového souboru dat. Pro další analýzu bylo vybráno 6 vzorků hlinitých půd, které byly měřeny způsoby A – D. Parametry nastavené pro jednotlivé způsoby měření jsou uvedené v tabulce 12.

Způsob měření	Obskurace (%)	Doba působení ultrazvuku (s)
А	10-20	20
В	10 - 20	0
С	20-30	40
D	20-30	3,5

Tabulka 12 Nastavené parametry pro analýzu hlinitcýh půd způsoby měření A - D

U způsobu měření D byla doba působení ultrazvuku prodloužena na 3,5 minuty, kdy k předpřipravě vzorku nebyl použit hexametafosforečnan sodný. Toto nastavení a rozdílná předpříprava vzorku byla použita pro porovnání poznatků získaných studií Ryzaka a Bieganowskeho, 2011 (kapitola 3.2.3.7).

Vyhodnocení vlivu změny obskurace, doby působení ultrazvuku a změny v předpřípravě vzorku na naměřený obsah zrnitostních frakcí hlinitých půd je uveden v kapitole 5.1.2.

Po statistické porovnání všech zkoumaných způsobů měření pro analýzu hlinitých a písčitých půd s pipetovací metodou byl vybrán způsob měření, který při statistickém porovnávání dosáhl největší shody naměřených výsledků.

Vhodnost vybrané metodiky byla porovnávána i zařazením půd do zrnitostních tříd (dle klasifikace USDA) na základě získaných výsledků metodou laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou.

Vybraná nastavená metodika byla stanovena odlišně pro měření skupiny hlinitých a skupiny písčitých půd,

Nastavenou metodikou, uvedenou v kapitolách 4.2.2.2 -4.2.2.5, byly analyzovány skupiny hlinitých a písčitých půd a to tak, že pro každou skupinu půd byly měřeny dva soubory dat. Prvním souborem byla skupina vybraných referenčních vzorků, druhou skupinou byl soubor vlastních odebraných vzorků. Po statistickém porovnání s pipetovací metodou bylo následně zhodnoceno, zda je u obou skupin vzorků při porovnávání dosahováno stejných výsledků. Důvodem tohoto porovnání bylo zjištění, zda při aplikaci vybrané metodiky měření dostáváme pro různou skupinu vzorků stejné nebo porovnatelné výsledky nebo zda se vhodnost nastavené metodiky liší v závislosti na skupině vybraných analyzovaných vzorků.

5.1.1 Vliv změny obskurace a doby působení ultrazvuku na přesnost naměřených výsledků u hlinitých půd

Při porovnávání výsledků zrnitostního složení hlinitých půd, měřených metodou laserové granulometrie způsoby měření I - IV (tabulka 10) s výsledky z pipetovací metody, byly hledány odpovědi na následující otázky.

1. Má změna obskurace vliv na změnu stanoveného obsahu jednotlivých půdních frakcí? Pro zjištění odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření I. a IV. Ze statistického porovnání vyplývá statisticky nevýznamný rozdíl naměřených výsledků pro pískovou a jílovou frakci, na rozdíl od prachové frakce. Mezi způsoby měření byla pro jílovou frakci nalezena velmi silná korelační závislost 0,94. Porovnáním bylo zjištěno, při zvýšení obskurace nedochází u hlinitých půd ke statisticky významným rozdílům v obsahu naměřených částic písku a jílu. Toto zjištění může být vázané na konkrétní vzorky. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 23.



Obrázek 23 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, IV)

Legenda: měření IV měření I

2. Má snížení doby působení ultrazvuku při zachování stejného procenta obskurace vliv na stanovené množství jednotlivých půdních frakcí?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření III a IV. Při statistickém porovnání bylo zjištěno, že rozdíl v naměřených výsledcích je pro všechny půdní frakce statisticky nevýznamný a korelace mezi způsoby měření nabývá u pískové frakce hodnoty 0,996, prachové frakce 0,999 a u jílové frakce 0,99. Na základě těchto získaných údajů můžeme konstatovat, že změna doby působení ultrazvuku ze 40 s na 20 s se při zachování stejné hodnoty obskurace na dosažených výsledcích neprojeví. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 24.



Obrázek 24 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření III, IV)

Legenda: — měření III — měření IV

3. Ovlivňuje vynechání mechanické dispergace pomocí ultrazvuku množství naměřeného obsahu půdních frakcí při obskuraci 10 – 20%?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření II a IV. Na základě statistického porovnání bylo zjištěn nevýznamný rozdíl v naměřených výsledcích pro pískovou, prachovou i jílovou frakci. Korelace mezi způsoby měření nabývá u pískové frakce hodnoty 0,99, u prachové frakce 0,996 a u jílové frakce 0,99. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vybrazen na obrázku 25.



Obrázek 25 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření II, IV)

Legenda: — měření IV — měření II

Na základě výše zmíněných údajů můžeme konstatovat, že při hodnotě obskurace mezi 10 - 20 % a nepoužití ultrazvuku v porovnání s dobou působení ultrazvuku po dobu 40 s se na dosažených výsledcích výrazně neprojevilo. Toto zjištění však může být ve velké míře závislé přímo na použitých vzorcích, na pevnosti vazby půdních agregátů a na

předpřípravě vzorku, proto byl vliv tohoto faktoru ověřen ještě na dalším souboru vzorků (kapitola 5.1.2).

4. Má snížení obskurace a změna doby působení ultrazvuku vliv na obsah naměřených obsahů jednotlivých půdních frakcí?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření I a III a I a II.

Při porovnávání způsobů měření I a III bylo zjišťováno, zda snížení obskurace na rozmezí mezi 10-20 % a snížení doby působení ultrazvuku na 20 s ovlivní množství naměřených obsahů.

Na základě statistického porovnání výsledků získaných způsobem měření I a III bylo zjištěno, že rozdíl v naměřených výsledcích pro pískovou, prachovou i jílovou frakci není statisticky významný. U jílové frakce, kde rozdíl v naměřených výsledcích nabýval statistického významu, byla zjištěna velmi silná korelační závislost naměřených výsledků 0,96 mezi způsoby měření. Snížení doby působení ultrazvuku a změna obskurace významně neovlivnilo naměřený obsah zrnitostních frakcí. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 26.



Obrázek 26 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, III)

Legenda: — měření I — měření III

V případě porovnávání způsobu měření I a II bylo zjišťováno, zda změna obskurace na rozmezí 10 – 20 % a vynechání mechanické dispergace ultrazvukem ovlivní naměřený obsah zrnitostních frakcí. Ze statistického vyhodnocení vyplývá, že snížením procenta obskurace na rozmezí 10 -20 % a nepoužitím ultrazvuku, v porovnání s působením ultrazvuku po dobu působení 40 s, vzniká statisticky významný rozdíl u pískové a prachové frakce, zatímco výsledek obsahu jílové frakce u této skupiny vzorků nedosahoval mezi způsoby měření významných rozdílů. U jílové frakce byla mezi

porovnávanými způsoby měření zjištěna velmi silná přímá korelační závislost 0,94. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 27.



Obrázek 27 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, III)

Legenda: — měření I — měření II

Grafické znázornění všech 4 způsobů měření vybraného vzorku je vyobrazeno na obrázku 28.



Obrázek 28 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, II, III, IV)

Legenda: — měření IV — měření III — měření I — měření I

5.1.1.1 Statistické porovnání způsobů I – IV s pipetovací metodou

Při porovnání způsobu měření I bylo zjištěno, že pro zrnitostní frakci písku a prachu je rozdíl v naměřených výsledcích statisticky průkazný, na rozdíl od jílové frakce. Mezi metodami byla při tomto způsobu měření zjištěna jen slabá nepřímá korelační závislost u jílové frakce -0,32, u pískové frakce -0,25.

Při porovnání výsledků pipetovací metody s výsledky získanými způsobem měření II byl zjištěn statisticky nevýznamný rozdíl v naměřeném obsahu pro pískovou a jílovou frakci, kdy byla zjištěna i středně silná korelační závislost pro obě tyto frakce. Pro pískovou frakci 0,4, pro jílovou frakci -0,4. Rozdíl naměřených obsahů prachové frakce je sice statisticky významný, ale mezi metodami existuje velmi silná přímá korelační závislost 0,9.

Porovnání způsobu měření III a IV vykazovalo velmi podobné výsledky. Rozdíl naměřených výsledků u prachové a jílové frakce je považován za statisticky nevýznamný a byla zde zjištěna středně silná přímá korelační mezi laserovou granulometrií a pipetovací metodou pro pískovou frakci (způsob měření III: 0,46, způsob měření IV: 0,40) a středně silná nepřímá korelační závislost pro jílovou frakci -0,5 a to u obou způsobů měření. I když zjištěný rozdíl v naměřeném obsahu prachu při obou způsobech měření je při porovnání s pipetovací metodou statisticky významný, byla u způsobů III i IV nalezena velmi silná přímá korelační závislost 0,89 a 0,91 s pipetovací metodou.

Na základě tohoto statistického vyhodnocení nebyl nalezen rozdíl mezi způsoby měření II, III a IV, i v porovnání s pipetovací metodou dosahovaly tyto způsoby měření podobných výsledků. Jediný způsob měření, který se svými výsledky výrazně odlišoval, je způsob měření I, kdy obskurace bylo nastavena mezi 20 – 30 % a doba působení ultrazvuku na dobu 40 s. Tento způsob měření vyhodnocuji na základě zjištěných výsledků pro danou skupinu vzorku jako nevhodný.

Výsledná zjištěná korelace mezi metodami II, III a IV a pipetovací metodou byla u prachové frakce zjištěna ve shodě s prezentovanými výsledky v kapitole 3.4, u pískové a jílové frakce byla nalezená korelační závislost v porovnání studiemi nižší. Rozdíl může být způsoben rozdílem v použitém přístroji, ale i rozdílně nastaveným indexem lomu materiálu a absorpčním indexem.

5.1.1.2 Zařazení půdních vzorků do zrnitostních tříd

Výsledné obsahy jednotlivých zrnitostních frakcí získaných způsoby měření II, III a IV a změřených pipetovací metodou, byly vyneseny do trojúhelníkového diagramu (dle klasifikace USDA) a zařazeny do zrnitostních tříd (obrázek 29).

Z vyhodnocení zrnitostního zařazení je patrné, že rozdílné výsledky při měření obsahů pískové a jílové frakce se projevily i odlišných zařazením do zrnitostních tříd, které bylo většinou způsobeno vyšším % detekované pískové frakce a nižším obsahem naměřeného jílu. I když ze zařazení je patrné, že v některých případech dochází i k nadhodnocení jílové frakce nebo je množství detekovaného obsahu shodné pro obě skupiny, ale odlišné zařazení je způsobené rozdílnými obsahy naměřeného písku.

Závěrem můžeme říct, že i ve skupině vzorků malého rozsahu bylo dosahováno rozdílných výsledků u jednotlivých vzorků v porovnání s pipetovací metodou a potvrzují

se tím údaje publikované v kapitole 3.4, že vhodnost nastavení se liší i v závislosti na analyzovaných vzorcích.





Pipetovací metoda

Laserová granulometrie způsob měření II



Laserová granulometrie způsob měření III



Obrázek 29 Porovnání zrnitostního zařazení hlinitých půd na základě výsledků získaných pipetovací metodou a laserovou granulometrií způsoby měření I-IV

5.1.2 Vliv změny obskurace, doby působení ultrazvuku a předpřípravy vzorku na vhodnost získaných výsledků hlinitých půd v porovnání s pipetovací metodou

Při porovnávání výsledků zrnitostního složení hlinitých půd, měřených metodou laserové granulometrie způsoby měření A - D (tabulka 12) s výsledky z pipetovací metody, byly hledány odpovědi na následující otázky.

1. Má změna doby působení ultrazvuku a vliv na množství naměřených obsahů pro jednotlivé půdní frakce?

Při zjišťování odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření A a B. Ze statistického porovnání vyplývá, že při nepoužití ultrazvuku v porovnání s dobou působení ultrazvuku nastavenou na 20 s, je naměřený obsah půdních frakcí statisticky rozdílný a to pro všechny půdní frakce. Přičemž způsobem měření B bylo dosahováno vyšších naměřených obsahů u pískové frakce v průměru o 5 %, u jílové frakce o 3 %, což mělo za následek snížené množství prachové frakce v průměru o 8 %. Mezi způsoby měření byla u prachové a jílové frakce zjištěna silná korelační závislost (0,83 a 0,84). Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 30.



Obrázek 30 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření A, B)

Legenda: — měření A — měření B

2. Má zvýšení obskurace a snížení doby působení ultrazvuku vliv na množství naměřených obsahů pro jednotlivé půdní frakce?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnávány způsoby měření A a C. Při statistickém vyhodnocování bylo zjištěno, že při změně doby působení ultrazvuku z 20 s na 40 s a při zvýšení obskurace z rozmezí 10 - 20 % na rozmezí 20 - 30 %, je významně ovlivněno množství naměřené pískové a jílové frakce, ačkoliv mezi metodami byla u pískové frakce zjištěna silná korelační závislost. Naměřené vyššího obsahu jílové frakce při měření vzorku způsobem C, může být způsobeno zkreslením měření v závislosti na větším obsahu přidaného vzorku, kdy může docházet k opakovanému měření stejném skupiny vzorku a můžeme tak dosahovat ne úplně přesných výsledků (kapitola 3.2.3.6)

Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 31.



Obrázek 31 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření C, A)

Legenda: — měření C — měření A

3. Ovlivní zvýšení obskurace a zvýšení doby působení ultrazvuku naměřený obsah jednotlivých zrnitostních frakcí?

Pro zjištění odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnávány způsoby měření B a C. Na základě statistického porovnání bylo vyhodnoceno, že zvýšení doby působení ultrazvuku a zvýšení obskurace má statisticky významný vliv na naměřené množství pískové a jílové frakce, ačkoliv u pískové frakce byla zjištěna silná přímá korelační závislost 0,93 a u jílové frakce silná korelační závislost 0,7. Zvýšení doby působení ultrazvuku a zvýšení obskurace mělo za následek vyšší naměřený obsah jílových částic a nižší obsah pískových částic.



Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 32.

Obrázek 32 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření C, B)

Legenda: — měření C — měření B

Vyšší obsah naměřeného jílu a nižší obsah detekovaného písku může být způsoben dvěma faktory. Prvním vysvětlením může být nedostatečné rozrušení půdních agregátů u

způsobu měření B vlivem nepoužití ultrazvuku, které byly přístrojem přiřazovány k pískové frakci a docházelo díky tomu k podhodnocování prachové a převážně jílové frakce. Druhým vysvětlením může být vyšší obsah naměřeného jílu a nižší obsah detekované pískové frakce u metody C způsoben delší dobou působení ultrazvuku, kdy mohlo dojít k rozrušení i samotných půdních částic, které pak byly přiřazovány k menších půdním frakcím.

3. Bude při vynechání chemické dispergace vzorku a při nastavené době působení ultrazvuku na 3,5 minuty dosaženo stejných výsledků jako při použití chemické dispergace bez použití ultrazvuku?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnávány způsoby měření B a D. Porovnáním bylo zjištěno, že vynechání chemické dispergace má výrazný vliv na pískovou a prachovou frakci, rozdíl naměřených výsledků u jílové frakce není statisticky významný. Při vynechání chemické dispergace a použití ultrazvuku po dobu 3,5 minuty bylo naměřeno výrazně nižší množství pískové frakce a vyšší množství prachové frakce. Vysvětlením tohoto zjištění může být vyšší doba působení ultrazvuku, která může způsobit nejen rozbití půdních agregátů, ale i samotných pískových zrn, které jsou pak přístrojem detekovány jako písková frakce. Druhým důvodem může být nepoužití ultrazvuku při způsobu měření B, kdy mohlo dojít k rozrušení půdních agregátů a tím pádem jsou nedostatečně rozbité půdní agregáty přístrojem detekovány jako písková zrna.



Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 33.

Obrázek 33 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření B, D)

Legenda: — měření D — měření B

Podobných zjištění bylo dosaženo při porovnávání způsobů měření C a D s cílem zjištění, zda při zvýšení doby ultrazvuku na 40 s bude dosaženo stejných výsledků. I v tomto případě bylo zjištěno, že tato změna v nastavení výrazně ovlivňuje pískovou

a prachovou frakci a způsobem měření D je detekováno výrazně menší množství pískové frakce, které je v korelaci se zvyšujícím se obsahem prachové frakce. Výsledek měření obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 34.



Obrázek 34 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření C, D)

Legenda: — měření D — měření C

Grafické znázornění všech 4 způsobů měření vybraného vzorku je vyobrazeno na obrázku 35.



Obrázek 35 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření A - D)

Legenda: — měření D — měření B — měření C — měření A

Všechny způsoby měření byly následně porovnány s naměřenými obsahy jednotlivých půdních frakcí pipetovací metodou, tak aby mohlo být vyhodnoceno, který způsob měření dosahuje největší shody výsledků.

5.1.2.1 Statistické porovnání způsobů měření A – D s pipetovací metodou

Způsob měření A v porovnání s pipetovací metodou dosahuje při měření významných rozdílů a to pro všechny zrnitostní frakce. U pískové a jílové frakce byla zjištěna velmi
vysoká korelační závislost mezi metodami (0,91 a 0,89), u prachové frakce střední korelační závislost 0,56.

Při porovnání způsobu měření B s pipetovací metodou bylo zjištěno, že stejně jako u způsobu měření A dochází k významných rozdílům u pískové, prachové i jílové frakce. U pískové praxe byla nalezena silná přímá korelační závislost 0,77, u prachové frakce střední korelační závislost 0,65. Největší korelační závislost 0,9 byla zjištěna pro jílové částice stejně jako u způsobu měření A.

Pro prachovou frakci se jako nejvhodnější způsob měření v porovnání s pipetovací metodou jeví způsob měření C, kde je rozdíl v naměřených výsledcích statisticky nevýznamný, na rozdíl od pískové a jílové frakce, kde u pískové frakce byla zjištěna stejná korelační závislost jako u metody B, ale u jílové frakce byla zjištěna jen střední korelační závislost 0,5.

Způsob měření D v porovnání s pipetovací metodou vykazuje stejně jako způsoby měření A a B významný rozdíl u všech zrnitostních kategorií, ale v porovnání s ostatními způsoby měření byla zjištěna nejslabší korelační závislost pro pískovou frakci (0,63), pro jíl byla zjištěna střední nepřímá korelační závislost (-0,59).

Na základě statistického vyhodnocení byl pro tuto sadu porovnávaných vzorků jako nejvhodnější způsob měření zvolen způsob A s nastavenou obskuraci mezi 10 – 20 % a doby působení ultrazvuku 20 s, který vykazoval v porovnání s ostatními způsoby nejvyšší korelační závislost s pipetovací metodou.

Na základě poznatků získaných při statistickém srovnávání dvou souborů dat, měřených při různých nastaveních přístroje (kapitola 5.1.1 a 5.1.2), s pipetovací metodou byl jako nejvhodnější způsob měření hlinitých půd zvoleno nastavení obskurace mezi 10 – 20 % a doba působení ultrazvuku 20 s.

5.1.3 Vliv změny obskurace a doby působení ultrazvuku na přesnost naměřených výsledků u písčitých půd

Při porovnávání výsledků zrnitostního složení půd měřených metodou laserové granulometrie třemi různými způsoby (tabulka 11) s výsledky z pipetovací metody jsme si kladli následující otázky.

Má změna obskurace vliv na změnu stanoveného obsahu jednotlivých půdních frakcí?
 Při zjišťování odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření I.
 a III. Ze statistického porovnání těchto dvou způsobů měření vyplývá, že ani pro jednu

frakci není rozdíl naměřených výsledků statisticky průkazný, tedy při změně obskurace z rozmezí 20 -30 % na rozsah 10 – 20 % při zachování stejné doby působení ultrazvuku, nedochází k statisticky významnému rozdílu v množství naměřených jednotlivých půdních frakcí. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 36.



Obrázek 36 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, III)

Legenda: — měření I — měření III

2. Má snížení doby působení ultrazvuku při zachování stejného procenta obskurace vliv na stanovené množství jednotlivých půdních frakcí?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření II. a III. Při statistickém porovnání bylo zjištěno, že rozdíl v naměřených výsledcích je pro všechny půdní frakce statisticky velmi významný, ale mezi naměřenými výsledky z metody II a III existuje velmi silná korelační závislost. Pro pískovou frakci je korelační koeficient rovem 0,904, pro prachovou frakci 0,90 a u jílové frakce byl vypočten korelační koeficient 0,93. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 37.



Obrázek 37 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření II, III)

Legenda: měření II měření III

Z následujícího porovnání plyne, že při vynechání mechanické dispergace vzorku pomocí ultrazvuku, dochází k naměření vyššího obsahu pískové frakce v průměru o 3,6 %, tím se snižuje množství naměřené prachové frakce v průměru o 3 % a jílové frakce o 0,6 %. Naměření vyššího obsahu pískové frakce u způsobu měření II, může být způsobeno nedostatečným rozbitím půdních agregátů, které jsou poté přístrojem přiřazovány k pískové frakci.

3. Ovlivňuje snížená obskurace a vynechání mechanické dispergace pomocí ultrazvuku množství naměřeného obsahu půdních frakcí?

Při hledání odpovědi na tuto otázku byly mezi sebou porovnány způsoby měření I a II. Na základě jejich statistického porovnání bylo zjištěn nevýznamný rozdíl v naměřených výsledcích pro pískovou, prachovou i jílovou frakci. Ačkoliv rozdíl v naměřeném obsahu nebyl statisticky významný ani pro jednu z frakcí, při měření způsobem II byl detekován vyšší obsah pískové a jílové frakce. V korelaci s vyšším množstvím detekované pískové frakce bylo snížení obsahu naměřené prachové frakce způsobem II. Vyšší detekce pískové a nižší množství naměřené prachové frakce mohlo být způsobeno nedostatečným rozbitím půdních agregátů. Výsledek obou způsobů měření pro vybraný vzorek je vyobrazen na obrázku 38.



Obrázek 38 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, II)

Legenda: — měření II — měření I

Grafické vyobrazení měření vybraného vzorku všemi třemi způsoby měření je uvedeno na obrázku 39.



Obrázek 39 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, II, III)

Legenda: — měření I — měření II — měření III

5.1.3.1 Statistické porovnání způsobů měření I – III s pipetovací metodou

Všechny tři metody měření byly následně statisticky porovnány s pipetovací metodou, pro zjištění, který z těchto způsobů dosahuje nejpodobnějších výsledků.

Při porovnání způsobu měření I bylo zjištěno, že pro zrnitostní frakci písku a prachu je rozdíl v naměřených výsledcích statisticky neprůkazný, na rozdíl od jílové frakce, kde se stanovený obsah liší ve větší míře a rozdíl je statisticky významný. Mezi metodami byla zjištěna silná přímá korelační závislost, která u pískové frakce má hodnou 0,803, u prachové frakce 0,804 a u jílové frakce byla vypočtena korelační závislost 0,86.

Při porovnání výsledků pipetovací metody s výsledky získanými způsobem měření II bylo stanoveno, že pro pískovou a jílovou frakci je rozdíl v naměřených výsledcích statisticky průkazný a mezi způsobem měří II a pipetovací metodou nebyla zjištěna korelační závislost.

Statisticky významný rozdíl výsledků byl zjištěn u naměřeného obsahu jílové frakce způsobem měření III v porovnání s pipetovací metodou, u pískové a prachové frakce je rozdíl výsledků statisticky neprůkazný, ale mezi metodami byla u pískové a frakce zjištěna slabá korelační závislost a u jílové frakce střední korelační závislost.

Ze statistického porovnání jednotlivých způsobů měření pískových půd metodou laserové granulometrie s výsledky z pipetovací metody, byla jako nejlepší metoda pro písčité půdy stanovena metoda měření I, kdy je procento obskurace nastaveno na rozmezí mezi 20 - 30 % a doba působení ultrazvuku na 20 s. Hodnota indexu lomu materiálu a absorpční koeficientu je nastavena dle metodiky na hodnotu 1,51 a 0,01.

Na obrázku 40 je vyobrazeno zařazení do zrnitostních tříd na základě hodnot naměřených pipetovací metodou a vybranou metodikou měření laserovou granulometrií.

Z vyobrazených zařazení je patrný již zmíněný statisticky významný rozdíl naměřeného obsahu jílových částic, kdy dochází k jeho podhodnocování. Ačkoliv je rozdíl patrný, existuje mezi naměřeným obsahem silná korelační závislost. Naměřený obsah prachu a především písku, který je u stanovování písčitých půd nejdůležitější frakcí, je natolik podobný obsahu získanému při měření pipetovací metodou, že je rozdíl v naměřených hodnotách považován za statisticky neprůkazný.

Vybraný nejvhodnější způsob měření písčitých půd byl používán při dalším měření písčitých půd, aby byla zjištěna jeho aplikovatelnost na širším rozsahu půdních vzorků písčitých půd.



Obrázek 40 Porovnání zrnitostního zařazení půd dle výsledků z pipetovaci metody a laserové granulometrie

5.2 Porovnání stanoveného obsahu zrnitostních frakcí laserovou difrakcí s výsledky z pipetovací metody u hlinitých půd

Na základě předchozích statistických porovnání vhodného způsobu měření hlinitých půd pro získání nejshodnějších výsledků v porovnání s pipetovací metodou, byla nastavena metodika měření uvedená v kapitolách 4.2.2.2 - 4.2.2.5.

Tento způsob měření byl aplikován na dvě skupiny vzorků hlinitých půd. První skupinou bylo 45 vzorků vybraných referenčních vzorků, druhou skupinu tvořil soubor 45 vlastních odebraných vzorků. Získané výsledky byly pro jednotlivé frakce (dle klasifikace USDA) statisticky porovnány s výsledky z pipetovací metody a to zvlášť pro

obě skupiny vzorků. Výsledky porovnání pro skupinu referenčních vzorků jsou uvedené v kapitole 5.2.1, pro skupinu vlastních odebraných vzorků v kapitole 5.2.2.

5.2.1 Porovnání výsledků skupiny referenčních vzorků hlinitých půd s pipetovací metodou

Při statistickém porovnání naměřených obsahů jílové a pískové frakce byl zjištěn nevýznamný rozdíl v naměřených výsledcích v porovnání s pipetovací metodou. U jílové frakce byla mezi metodami zjištěna velmi silná přímá korelační závislost 0,93. Na obrázku 41 je vyobrazena korelační závislost pro jílovou frakci mezi pipetovací metodou a laserovou granulometrií. Zjištěna korelační závislost je v souladu se studiemi uvedenými v kapitole 3.4.



Obrázek 41 Korelační závislost pro jílovou frakci (< 0,002) mezi skupinou referenčních vzorků hlinitých půd měřených metodou laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou

Naměřené obsahy pískové a prachové frakce pipetovací metodou a laserovou granulometrií byly vyneseny do trojúhelníkového diagramu (obrázek 42), tak abychom zjistili zařazení vzorků do zrnitostních tříd na základě naměřeného procentuálního obsahu jednotlivých frakcí. Ze zařazení je patrná různorodost výsledků pojící se k jednotlivým vzorkům.





Laserová granulometrie

Obrázek 42Zařazení skupiny referenčních vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na základě zrnitostního rozboru pipetovací metodou a metodou laserové granulometrie

5.2.2 Porovnání výsledků skupiny odebraných vzorků hlinitých půd s pipetovací metodou

Při statistickém porovnání naměřených obsahů jílové a pískové frakce byl zjištěn nevýznamný rozdíl v naměřených výsledcích v porovnání s pipetovací metodou. U jílové frakce byla mezi metodami zjištěna velmi silná přímá korelační závislost 0,90 (obrázek 43), která je v souladu s korelačním závislostí autorů uvedou v kapitole 2.4.



Obrázek 43 Korelační závislost pro jílovou frakci (< 0,002) mezi skupinou odebraných vzorků hlinitých půd měřených metodou laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou

Naměřené obsahy pískové a prachové frakce pipetovací metodou a laserovou granulometrií byly vyneseny do trojúhelníkového diagramu (obrázek 44), tak abychom zjistili zařazení vzorků do zrnitostních tříd na základě naměřeného procentuálního obsahu

jednotlivých frakcí. Ze zařazení je patrná různorodost výsledků pojící se k jednotlivým vzorkům. K nejvýraznějšímu rozdílu v zařazení do zrnitostních tříd docházelo vlivem nižšího naměřeného obsahu metodou laserové granulometrie v případě pískové frakce.



Obrázek 44 Zařazení skupiny odebraných vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na základě zrnitostního rozboru pipetovací metodou a metodou laserové granulometrie

Při srovnání výsledků porovnání s pipetovací metodou u obou souborů dat, můžeme konstatovat, že v obou případech byla nalezena velmi silná korelační závislost u jílové frakce, která dosahovala výsledků shodných s literaturou. Naměřený obsah při porovnávání středních hodnot souboru byl sice považován za statisticky neprůkazný, ale při porovnání docházelo v některých případech k výraznému podhodnocení při měření metodou laserové difrakce.

Nastavená metodika měření vyhovovala detekci jílových částic, jejichž naměřené obsahy dosahovaly u obou skupin půd podobných výsledků v porovnání s pipetovací metodou, bohužel u pískové frakce docházelo k výrazným rozptylům naměřených výsledků v rámci jednotlivých vzorků a nalezená korelační závislost byla u obou souborů dat nižší v porovnání s údaji v literatuře (kapitola 3.4). Nižší korelační závislost a velké rozptyly mohou být způsobeny zkreslením měření z důvodu nevhodně nastaveného indexu lomu materiálu a absorpčního indexu. Jeho detekci mohla ovlivnit i orientace pískové částice při průchodu laserového paprsku. Vzhledem k tomu, že pískové zrno má ve většině případu tvar mnohostěnu, může jeho orientace způsobit odlišný lom světla a tím pádem i zkreslení výsledků. Další důvodem by mohla být

nastavená nedostatečná rychlost míchání, kdy mohlo u těžších pískových částic docházet k jejich usazování na dně kádinky a nedostávaly se tak do měřící buňky v dostatečné frekvenci, tak aby ve výsledném vyhodnocení procentuálního zastoupení jednotlivých frakcí bylo vyobrazeno jejich reprezentativní zastoupení.

Na základě dosažených výsledků musím souhlasit s výsledky některých studií uvedených v kapitole 3.4, které uvádějí, že nastavená metodika vyhovující jedné skupině vzorků, může dávat rozdílné výsledky u jiného souboru dat a to v závislosti na mineralogickém složení, tvaru i barvě obsažených půdních částic v daném vzorku. Nebude tak nikdy možné nastavit jednotnou metodiku, která by dosahovala stoprocentních výsledků u všech měřených vzorků pro všechny zrnitostní frakce.

5.3 Porovnání stanoveného obsahu zrnitostních frakcí metodou laserové granulometrie s výsledky z pipetovací metody u písčitých půd

Na základě vyhodnocení vhodného způsobu nastavení přístroje pro písčité půdy, byl tento způsob měření aplikován na 15 referenčních vzorků přiřazovaných na základě výsledků získaných pipetovací metodou do zrnitostních tříd – písčitá, hlinitopísčitá, písčitohlinitá a 15 odebraných vzorků půd, které spadají do zrnitostních tříd písčitá a hlinitopísčitá.

Naměřené výsledky pro jednotlivé zrnitostní frakce (dle klasifikace USDA) byly statisticky porovnány s výsledky z pipetovací metody a to zvlášť pro soubor referenčních vzorků (kapitola 5.3.1) a soubor odebraných vzorků (kapitola 5.3.2).

5.3.1 Porovnání výsledků skupiny referenčních vzorků písčitých půd s pipetovací metodou

Při statistickém porovnání byl pro všechny zrnitostní frakce zjištěn statisticky významný rozdíl v porovnání s pipetovací metodou.

Naměřené obsahy pískové a prachové frakce z pipetovací metody a z laserové granulometrie byly vyneseny do trojúhelníkového diagramu (45), tak abychom zjistili zařazení vzorků do zrnitostních tříd na základě naměřeného procentuálního obsahu jednotlivých frakcí. Půdy byly na základě zrnitostních obsahů sice zařazené do stejných zrnitostních tříd jako v případě zařazení na základě výsledků z pipetovací metody, ale i z trojúhelníkového diagramu je patrné, že při měření dochází k podhodnocování obsahu jílových částic a k nižšímu obsahu naměřené pískové frakce.



Obrázek 45 Zařazení skupiny referenčních vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na základě zrnitostního rozboru pipetovací metodou a metodou laserové granulometrie

I když byl zjištěn statisticky významný rozdíl v naměřených výsledcích a to zejména v podhodnocování obsahu naměřené prachové a jílové frakce, byla u pískové frakce zjištěna velmi silná korelační závislost - 0, 9 s pipetovací metodou. S klesajícím množstvím pískové frakce naměřené pipetovací metodou, narůstá množství detekované prachové frakce metodou laserové granulometrie. Hodnota spolehlivosti R² nabývá hodnoty 0,8041 (obrázek 46). U prachové frakce byla zjištěna korelační závislost -0,81, u jílové frakce -0,65.



Obrázek 46 Korelační závislost pro pískovou frakci (2 - 0,05), (x= laserová difrakce, y= pipetovací metoda

5.3.2 Porovnání výsledků skupiny odebraných vzorků s pipetovací metodou

Abychom si potvrdili, zda při použití metodiky měření pro písčité půdy, dosáhneme v porovnání s pipetovací metodou stejných výsledků jako v případě porovnávání skupin referenčních vzorků, byla touto metodou zanalyzována skupina 15 odebraných vzorků.

Stejně jako u referenčních vzorků byl v porovnání výsledků z pipetovací metodou zjištěn statisticky významný rozdíl v naměřených výsledcích.

Naměřené obsahy pískové a prachové frakce z pipetovací metody a laserové granulometrie byly stejně jako u skupiny referenčních vzorků vyneseny do trojúhelníkového diagramu (obrázek 47), tak abychom zjistili zařazení vzorků do zrnitostních tříd na základě naměřeného procentuálního obsahu zrnitostních frakcí. Z porovnání zařazení je patrné, že díky nadhodnocování obsahu jílu a nižším obsahům naměřeného písku v porovnání s pipetovací metodou, byly vzorky přiřazeny do jiných zrnitostních tříd.



Obrázek 47 Zařazení skupiny odebraných vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na základě zrnitostního rozboru pipetovací metodou a metodou laserové granulometrie

Při testovaní, zda mezi obsahem zrnitostních frakcí naměřených metodou laserové granulometrie a pipetovací metodou existuje korelační závislost, byla u pískové frakce zjištěna silná korelační závislost 0,91 a hodnota spolehlivosti nabývala hodnoty $R^2 = 0,83$ (obrázek 48). U prachové frakce byla vypočtena střední korelační závislost 0,63 s pipetovací metodou. Mezi množstvím naměřeného obsahu jílové frakce pipetovací metodou laserové granulometrie byla statisticky vyhodnocena střední negativní korelační závislost -0,76, tedy se zvyšujícím se množství detekované jílové

frakce naměřené pipetovací metodou, se snižuje množství detekované jílové frakce naměřené zrnitostním přístrojem.



Obrázek 48 Korelační závislost pro pískovou frakci (2 - 0,05), (x= laserová difrakce, y= pipetovací metoda

Pokud porovnáme výsledky skupiny referenčních a odebraných vzorků, zjistíme, že ačkoliv byla v obou případech použitá stejná metodika měření, nebylo dosaženo stejných výsledků.

I když i v případě první skupiny vzorků docházelo k podhodnocování obsahu pískové frakce, nebylo toto podhodnocení natolik výrazné jako v případě druhé skupiny vzorků. Rozdíl mezi středními hodnotami souboru výsledků referenčních vzorků pro pískovou frakci v porovnání s pipetovací metodou byl 8,3. Při měření přístrojem Mastersizer 2000 docházelo k průměrnému podhodnocení pískové frakce v porovnání s pipetovací metodou o 8,69 %.

Při porovnání souborů odebraných vzorků v porovnání s pipetovací metodou pro pískovou frakci nabýval rozdíl mezi středním hodnotami souborů hodnoty 55. Metodou laserové difrakce docházelo v průměru k podhodnocení pískové frakce o 52 %.

U jílové frakce bylo zjištěno průměrné podhodnocení o 8,8 % v porovnání s pipetovací metodou u skupiny referenčních vzorků, u skupiny odebraných vzorků docházelo k nadhodnocování obsahu jílové frakce průměrně o 13 %.

Rozdíly v obsahu pískové a jílové frakce u obou skupin vzorků se projevily na prachové frakci, kdy u skupiny referenčních vzorků docházelo k nadhodnocení prachu o 14,5 %, u skupiny odebraných vzorků k průměrnému nadhodnocení o 44 % v porovnání s pipetovací metodou.

Podhodnocení pískové a jílové frakce a s ním spojené nadhodnocení obsahu prachové frakce u skupiny referenčních vzorků je v souladu se zjištěním Pazz-Ferrerio et al, 2010. Na podhodnocování jílové frakce při měření metodou laserové granulometrie v porovnání s pipetovací metodou se shodují i další autoři (Buurman et al, 2001, Eshel et al, 2004, Loziau et al, 1994, Stefano et al, 2011). Zároveň uvádějí, že mezi soubory výsledků naměřených obsahů jílové frakce byla zjištěna střední až silná korelační závislost, která je v souladu s výsledky srovnávání uvedených kapitole 3.4.

V souladu s údaji zjištěnými porovnávacími studiemi uvedenými v kapitole 3.4 však není zjištěná vysoká míra nadhodnocení jílové frakce druhého souboru vzorků. Zjištěné vyšší množství mohlo být způsobeno zkresleným měřením vzorku, kdy mohlo z důvodu obskurace mezi 20 – 30 % docházet k několikanásobnému měření stejné skupiny jílových částic.

Z výsledků porovnání aplikovatelnosti nastavené metodiky měření na skupiny různých písčitých půd vyplývá, že ačkoliv byl dodržen stejný postup přípravy vzorků a stejný způsob měření, bylo dosaženo jiných výsledků. Toto zjištění potvrzuje, že nastavené parametry mohou sice vyhovovat jedné skupině vzorků, nelze však s jistotou doporučit jejich aplikovatelnost na libovolný soubor písčitých půd.

Vysoké podhodnocení pískové frakce u skupiny odebraných vzorků bylo způsobeno právě přiřazením částic z této velikostní skupiny do prahové frakce. Toto špatné zařazení do zrnitostní frakce mohlo být způsobeno jiným mineralogickým složením, tvarem, barvou nebo orientací těchto půdních částic při průchodu laserového paprsku.

7 ZÁVĚR

Ve své diplomové práce jsem se zabývala porovnáním dvou metod měření zrnitostního složení půd: laserové granulometrie a pipetovací metody.

Při stanovování zrnitostního složení půd metodou laserové granulometrie byly vzorky analyzovány přístrojem Malvern Mastersizer 2000 a naměřené výsledky byly porovnány s výsledky z pipetovací metody a to zvlášť pro skupinu hlinitých a písčitých půd.

Na základě poznatků získaných při psaní literárního přehledu, byl v první fázi výzkumu hledán vhodný způsob nastavení přístroje, tak abychom dosahovali, co největší shody v porovnání s pipetovací metodou. Zkoumán byl především vliv rozdílné dispergace vzorku a procento obskurace.

Na základě vyhodnocení nejvhodnějšího nastavení těchto dvou parametrů, byla nastavena rozdílná metodika měření pro skupinu hlinitých a skupinu písčitých půd (kapitola 4.2.2), která se lišila procentem obsukrace. Doba použití ultrazvuku, index lomu materiálu (1,51) a absorpční koeficient (0,01) byly nastaveny jednotně pro obě skupiny vzorků, stejně tak rychlost míchání (2000 rpm) a doba měření (60 s).

Nastavená metodika měření byla aplikována na skupinu 90 vzorků hlinitých půd (45 referenčních vzorků, 45 vlastních vzorků) a 30 vzorků písčitých půd (15 referenčních vzorků, 15 vlastních vzorků). Při statistickém porovnávání s pipetovací metodou byly zvlášť srovnávány skupiny hlinitých a písčitých půd i skupiny referenčních a odebraných vzorků s cílem zhodnotit, zda je u obou skupin vzorků (referenční, odebrané) při porovnávání dosahováno stejných výsledků. Cílem porovnání bylo zjistit, zda při aplikaci vybrané metodiky měření dostáváme pro různou skupinu vzorků stejné nebo porovnatelné výsledky nebo zda se vhodnost nastavené metodiky liší v závislosti na skupině vybraných analyzovaných vzorků.

U skupiny hlinitých půd dosahovalo naměřené množství jílu podobných výsledků s pipetovací metodou, ačkoliv docházelo k odlišnostem v získaných výsledcích v závislosti na měřeném vzorku. Mezi pipetovací metodou a laserovou granulometrií byla pro jílové částice nalezena korelační závislost 0,92. Nastavená metodika měření vyhovovala detekci jílových částic, bohužel u pískové frakce docházelo k výrazným rozptylům naměřených výsledků v rámci jednotlivých vzorků a nalezená korelační závislost byla u obou souborů dat nízká.

Při statistickém porovnání písčitých půd byl zjištěn významný rozdíl získaných výsledků v porovnání s pipetovací metodou a to pro všechny půdní frakce. Mezi

metodami však byla pro pískovou frakci zjištěna velmi silná korelační závislost 0,9. Vysoká korelační závislost se ale nepotvrdila u jílové a pískové frakce, kde docházelo k velkým rozptylům získaných výsledků u jednotlivých vzorků.

Pokud u písčitých půd porovnáme výsledky skupiny referenčních a odebraných vzorků, zjistíme, že ačkoliv byla v obou případech použitá stejná metodika měření, nebylo při porovnání s pipetovací metodou dosaženo stejných výsledků. Potvrdilo se, že vyhovující nastavení parametrů měření, které je vhodné pro jednu skupinu vzorků, nemusí být vhodné u druhé skupiny vzorků. Odchylka v měření může být způsobena různorodostí mineralogického složení, tvaru i velikosti obsažených půdních částic v analyzovaných vzorcích.

Při porovnávání metody laserové granulometrie s pipetovací metodou bylo zjištěno, že přesnost získaných výsledků může být v první řadě ovlivněna typem použitého přístroje a s ním spojenou použitou teorií rozptylu světla. Pokud je zvolena teorie Mie, která je pro částice menších velikostí vhodnější, je třeba správně nastavit index lomu použitého disperzního činidla, index lomu měřeného vzorku a absorpční koeficient materiálu. Vzhledem k různorodosti půdních částic je složité nastavit univerzální vhodný index lomu materiálu a absorpčního koeficientu jednotně pro všechny vzorky. Stanovená průměrná hodnota indexu lomu materiálu, nemusí tedy vyhovovat všem půdním částicím a z tohoto důvodu může docházet ke zkreslením, která mohou být u různých skupin vzorků odlišná. Ke zkreslení měření může docházet i vlivem orientace částic při průchodu laserového paprsku, kdy při různých natočeních částice může docházet k lomu světla do jiného úhlu.

Jeden z dalších problemů v porovnávání těchto dvou metod spatřuji v odlišném vyjádření. Zatímco výsledkem pipetovací metody je vyjádření zastoupení jednotlivých zrnitostních frakcí prezentováno hmotnostními procenty, výsledkem laserové granulometrie jsou objemová procenta.

Na základě poznatků zíkaných při vypracovávání této diplomové práce a to převážně při samotném měření vzorků metodou laserové granulometrie přístrojem Malvern Mastersizer 2000, jsem dospěla k názoru, že ačkoliv je metoda v porovnání s pipetovací metodou rychlejší a dokáže detekovat i částice menších velikostí, je správné nastavení přístroje, tak abychom získali porovnatelné výsledky, závislé na velkém množství faktorů. Najít nejvhodnější kombinaci nastavených faktorů pro dosažení požadovaných výsledků pro všechny zrnitostní frakce bude vyžadovat další podrobnější výzkumy, které

87

byly již nad rámec diplomové práce. Ačkoliv je pravděpodobné, že ani podrobnější výzkumy nedosáhnou takového nastavení, které bude univerzálně použitelné i pro jiné přístroje a pro analýzu půd různého zrnitostního složení.

8 POUŽITÁ LITERATURA

ALLEN, Terence. *Particle size measurement*. 4th ed. New York: Chapman and Hall, 1990, xxi, 806 p. ISBN 04-123-5070-X.

ARRIAGA, Francisco J., Birl LOWERY a M. Dewayne MAYS. *A fast method for determing soil particle size distribution using a laser instruent. Soil Science*. 2006, vol. 171, issue 9, s. 663-674. DOI: 10.1097/01.ss.0000228056.92839.88.

BAH, Abdul R., Olena KRAVCHUK a Gunnar KIRCHHOF. Fitting Performance of Particle-size Distribution Models on Data Derived by Conventional and Laser Diffraction Techniques. Soil Science Society of America Journal. 2009, vol. 73, issue 4. DOI: 10.3403/30168946.

BAVER, Leonard David, Walter H GARDNER a Wilford R GARDNER. *Soil physics*. 4th ed. New York: Wiley, 1972, xx, 498 p. ISBN 04-710-5974-9.

BEUSELINCK, L, G GOVERS, J POESEN, G DEGRAER a L FROYEN. *Grain-size* analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. CATENA. 1998, vol. 32, 3-4, s. 193-208. DOI: 10.1016/s0341-8162(98)00051-4.

BOER, Gerben B. J. de, Cornelis de WEERD, Dirk THOENES, Hendrik W. J. GOOSSENS a H. M. NUSSENZVEIG. *Laser Diffraction Spectrometry: Fraunhofer Diffraction Versus Mie Scattering. Particle.* 1987, vol. 4, 1-4, s. 37-44. DOI: 10.1007/springerreference_223250.

BUURMAN, P., Th. PAPE a C. C. MUGGLER. Laser grainsize determination in soil genetic studies 1. Partical problems. Soil Science. 1997, vol. 162, issue 3, s. 211-218. DOI: 10.1097/00010694-199703000-00007.

CERTINI, Giacomo a SALENGHE. *Soils, Basic concepts and future challenges*. Cambridge: Cambridge university press, 2012. ISBN 978-1-107-40643-8.

ČURLÍK, J. a B. ŠURINA. Príručka terénnho prieskumu a mapovania pód. Bratislava: Výzkumný ústav pódnej úrodnosti, 1998. ISBN ISBN 80-85361-37X.

ESHEL, G., G. J. LEVY, U. MINGELGRIN a M. J. SINGER. Critical Evaluation of the Use of Laser Diffraction for Particle-Size Distribution Analysis. Soil Science Society of America Journal. 2004, vol. 68, issue 3. DOI: 10.2136/sssaj2004.0736.

FOTH, H, L TURK a Charles Ernest MILLAR. *Fundamentals of soil science*. 5th ed. New York: Wiley, [1972], xi, 454 p. ISBN 04-712-6790-2.

FULAJTÁR, Emil. *Fyzikálne vlastnosti pódy*. Bratislava: Výzkumný ústav pódoznalectva a ochran pódy, 2006. ISBN 80-89128-20-3.

Gee, G. W., & Bauder, J. W. *Particle-size analysis*.1986. In J. H.Klute (Ed.), Methods of soil analysis. Part 1 (2nd ed.), Agron.Monogr., Vol. 9 (pp. 383e411) Madison, WI: ASA and SSSA.

GEE, G. W., & ORR, D. *Particle-size analysis*. 2002. In: J. H. Dane & G.. Topp (Eds.), Soil Science Society of America Book Series: Vol. 5, Methods of soil analysis. Part 4. Physical methods (pp. 255-293). Madison, WI.

GOOSSENS, D. (2008). Techniques to measure grain-sizedistributions of loamy sediments: a comparative study of ten instruments for wet analysis. 2008. Sedimentology, 55, 65e96.

HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER. *Fyzika*. 2. přeprac. vyd. Editor Petr Dub. Brno: VUTIUM, c2013, 1 sv.. ISBN 978-80-214-4123-1.

HONSA, Ivo. Vybrané kapitoly z pedologie pro chemiky In: Bulletin 2005: [online]. Brno: Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský, Ročník IX, číslo 3/ 2005 [cit. 2015-04-27]. Dostupné z:<u>http://eagri.cz/public/web/file/220480/Bulletin_NRL_32005.pdf</u>

HUANG, P, Yuncong LI a M SUMNER. *Handbook of soil sciences: properties and processes*. 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2011, p. cm. ISBN 978-143-9803-059.

CHAPPELL, Adrian. *Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distributions using optical laser diffraction. CATENA.* 1998, vol. 31, issue 4, s. 271-281. DOI: 10.1016/s0341-8162(97)00049-0.

JANDÁK, Jiří. *Cvičení z půdoznalství*. 1. vyd. Brno: Mendelova zemědělská a lesnická univerzita v Brně, 2003, 92 s. ISBN 80-7157-733-2.

JANDÁK, Jiří, Alois PRAX a Eduard POKORNÝ. *Půdoznalství*. Brno: Mendelova zemědělská a lesnická univerzita, 2007, 140 s. ISBN 80-715-7559-3.

JURY, William A a Robert HORTON. *Soil physics*. 6th ed. Hoboken, NJ: J. Wiley, c2004, xiv, 370 p. ISBN 04-710-5965-X.

KINOSHITA, Takeshi. *The method to determine the optimum refractive index parameter in the laser diffraction and scattering method*. *Advanced Powder Technology*. 2001, vol. 12, issue 4, s. 589-602. DOI: 10.1163/15685520152756697.

KONERT, Martin a Jef VANDENBERGHE. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. *Sedimentology*. 1997, vol. 44, issue 3, s. 523-535. DOI: 10.1046/j.1365-3091.1997.d01-38.x.

KUN, Ágnes, Orsolya KATONA, György SIPOS a Károly BARTA. Comparison of Pipette and Laser Diffraction Methods in Determining the Granulometric Content of Fluvial Sediment Samples. *Journal of Environmental Geography*. 2013, vol. 6, 3-4. DOI: 10.2478/jengeo-2013-0006. KUTÍLEK, Miroslav. *Půda planety Země*. 1. vyd. Praha: Dokořán, 2012, 199 s., [8] s. obr. příl. Bod (Dokořán). ISBN 978-807-3632-120.

LOIZEAU, J.-L., D. ARBOUILLE, S. SANTIAGO a J.-P. VERNET. Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyser for use with sediments. Sedimentology. 1994, vol. 41, issue 2, s. 353-361. DOI: 10.1111/j.1365-3091.1994.tb01410.x.

LOVELAND, P.J. and W.R. WHALLEY. *Particle size analysis*. 2001.p. 281- 314. In: *Soil and environmental analysis, physical methods*. K.A. Smith and C.E. Mullins (ed.). Marcel Dekker Inc. New York.

 MALVERN INSTRUMENTS. Laser diffraction for particle size analysis - why use

 Mie
 theory.
 LabPlus
 international.
 2000.
 Dostupné

 z:
 http://www.atomikateknik.com/pdf/Why%20use%20Mie%20Theory.pdf

MALVERN WORKS. Malvern Operators Guide. 1999. Malvern Worcs.U.K.

MARSHALL, T a J. HOLMES. *Soil physics*. 2nd ed. New York: Cambridge University Press, 1988, xii, 374 p. ISBN 05-213-5817-5.

MASON, Joseph A., Richard S.B. GREENE a R.M. JOECKEL. Laser diffraction analysis of the disintegration of aeolian sedimentary aggregates in water. CATENA. 2011, vol. 87, issue 1, s. 107-118. DOI: 10.1016/j.catena.2011.05.015.

McRAE, Stuart. *Practical pedology, studying soils in the field*. New York: Halsted press a division of John Willey and Sons, 1988. ISBN 0-470-21062-1.

McCAVE, I. N., BRYANT, R. J., COOK, H. F., COUGHANOWR, C. A. Evaluation of a laser-diffraction-size analyzer for use with natural sediments. J. Sediment. 1986. Res. 56, 561–564.

OZER, M., M. ORHAN a N. S. ISIK. *Effect of Particle Optical Properties on Size Distribution of Soils Obtained by Laser Diffraction. Environmental and Engineering Geoscience*. 2010, vol. 16, issue 2, s. 163-173. DOI: 10.2113/gseegeosci.16.2.163.

PABST, W., E. GREGOROVÁ. *Characterization of particles and particles systems* [online]. Praha: ICT Prague, 2007 [cit. 2015-03-10]. Dostupné z: http://old.vscht.cz/sil/keramika/Characterization_of_particles/CPPS%20_English%20version_.p df

PAZ-FERREIRO, J., E. Vidal VÁZQUEZ a J.G.V. MIRANDA. Assessing soil particle-size distribution on experimental plots with similar texture under different management systems using multifractal parameters. Geoderma. 2010, vol. 160, issue 1, s. 47-56. DOI: 10.1016/j.geoderma.2010.02.002.

PLASTER, Edward J. Soil science & management. 6th ed. Clifton Park: Delmar Cengage Learning, c2014, xix, 520 s. ISBN 978-0-8400-2438-1

RAWLE, Alan. Basic principles of particle size analysis. Malvern Instruments, 1993.

REHÁK, Štefan a Libor JANSKÝ. *Fyzika pôdy*. 1. vyd. Bratislava: Univerzita Komenského Bratislava, 2000, 105 s. ISBN 80-223-1544-3

RYŻAK, Magdalena a Andrzej BIEGANOWSKI. *Methodological aspects of determining* soil particle-size distribution using the laser diffraction method. Journal of Plant Nutrition and Soil Science. 2011, vol. 174, issue 4, s. 624-633. DOI: 10.1002/jpln.201000255.

RYZAK, Magdalena, Alexandr BIEGANOWSKI a R. T. WALCZAK. Application of laser diffraction method for determination of particle size distribution of grey-brown podzolic soil. 2007. RES. AGR. ENG., 53, 2007 (1): 34–38

SHUKLA, Manoj. *Soil physics: an introduction*. Boca Raton: Taylor and Francis group, 2014, 458 s. ISBN 978-1-4398-8842-1.

SCHJØNNING, P, S ELMHOLT a B CHRISTENSEN. *Managing soil quality: challenges in modern agriculture*. Cambridge, MA: CABI Pub., c2004, 344 s. ISBN 08-519-9671-X.

SPERAZZA, M., J. N. MOORE, M. S. HENDRIX, John C. THOMAS a David FAIRHURST. High-Resolution Particle Size Analysis of Naturally Occurring Very Fine-Grained Sediment Through Laser Diffractometry. Journal of Sedimentary Research. 2004, vol. 74, issue 5, s. 213-224. DOI: 10.1007/978-1-4615-3812-7_16.

STEFANO, C. Di, V. FERRO, S. MIRABILE, P. BUURMAN a J. D. J. van DOESBURG. *Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. Biosystems Engineering*. 2010, vol. 106, issue 2, s. 453-468. DOI: 10.1007/978-3-540-48711-1_33.

STEFANO, Costanza Di, Vito FERRO a Stefano MIRABILE.*Testing the grain-size distribution determined by laser diffractometry for Sicilian soils. Journal of Agricultural Engineering.* 2011, vol. 42, issue 3. DOI: 10.4081/jae.2011.30.

THIEN, S. J. a J. G. GRAVEEL. *Laboratory manual fot Soil Science: Agricultural and Enviromental Principles*. New York: McGraw Hill, a bussines of The McGraw Companies, 2003. 8th edition. ISBN 0-07-242881-3.

TOY, Terrence J. *Soil erosion: processes, predicition, measurement, and control.* New York: Wiley, 2002, xii, 338 p. ISBN 04-713-8369-4.

VOPRAVIL, Jan. *Půda a její hodnocení v ČR*. 2. vyd. Praha: Výzkumný ústav meliorací a ochrany půdy, 2010, 148 s. ISBN 978-808-7361-054.

WEN B., AYDIN, A, a Duzgoren-AYDIN, N. S. A comparative study of particle size analyses by sieve-hydrometer and laser diffraction methods.2002. Geotechnical Testing Journal, 25, 434e442

WHITE, R. *Principles and practice of soil science: the soil as a natural resource*. 3rd ed. Malden, MA, USA: Blackwell Science, 1997, 348 p. ISBN 06-320-4238-9.

ZBÍRAL, Jiří, Ivo HONSA, Stanislav MALÝ a Martin VÁŇA. *Analýza půd*. Vyd. 3., přeprac. a rozš. Brno: Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský, 2011, 3 sv. ISBN 978-80-7401-031-6.ZOBECK, T. M. *Rapid soil particle size analyses using lase diffraction*. *Applied Engineering in Agriculture*. 2004, vol. 20, issue 5, s. 633-639. DOI: 10.13031/2013.17466.

ZOUBKOVÁ, Lenka. UNIVERZITA JANA EVANGELISTY PURKYNĚ. *Návody k laboratorním cvičením z pedologie* [online]. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem, Fakulta životního prostředí, 2014 [cit. 2015-03-10]. ISBN 978-80-7414-842-2. Dostupné z:<u>http://envimod.fzp.ujep.cz/sites/default/files/skripta/22e_final_tisk.pdf</u>

9 SEZNAM OBRÁZKŮ

OBRÁZEK 1 TROJÚHELNÍKOVÝ DIAGRAM ZRNITOSTI PŮD (NRSC USDA), (DOSTUPNÉ NA:	
HTTP://STORM.FSV.CVUT.CZ/ON_LINE/PEDO/TROJUHEL-DIAG-ZRNITOST.GIF)	14
OBRÁZEK 2 NEPRAVIDELNOST PŮDNÍCH ČÁSTIC(PŘEVZATO SHUKLA, 2014)	19
OBRÁZEK 3 TVARY PŮDNÍCH ČÁSTIC (PŘEVZATO SHUKLA, 2014)	19
OBRÁZEK 4 KOPECKÉHO PLAVÍCÍ PŘÍSTROJ (PŘEVZATO JANDÁK ET AL, 2003)	31
Obrázek 5 Schéma pipetovacího přístroje (převzato Jandák et al, 2003)	32
OBRÁZEK 6 PRINCIP LASEROVÉ GRANULOMETRIE (PŘEVZATO KINOSHITA ET AL, 2001	34
OBRÁZEK 7 POROVNÁNÍ ZÍSKANÝCH VÝSLEDKŮ PŘI POUŽITÍ TEORIE MIE A FRANHOUFEROVY TEORIE LO	MU
SVĚTLA (PŘEVZATO OZER ET AL, 2010	36
Obrázek 8 Index lomu vybraných nejčastěji se v půdě se vyskytujících minerálů dle firmy	
MALVERN A ISO 13320-1 (PŘEVZATO OZER ET AL, 2010)	37
OBRÁZEK 9 VLIV NASTAVENÉO INDEXU LOMU MATERIÁLU NA VÝSLEDEK ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD	
(PŘEVZATO OZER ET AL, 2010)	38
Obrázek 10 Vliv změny nastaveného indexu lomu materiálu na naměřený obsah jílové	
FRAKCE (PŘEVZATO OZER ET AL, 2010)	38
OBRÁZEK 11 VLIV ZMĚNY ABSORPČNÍHO INDEXU NA VÝSLEDEK ZRNITOSTNÍ ANALÝZY PŮD (PŘEVZATO	
Ozer et al, 2010)	39
OBRÁZEK 12 VLIV ZMĚNY ABSORPČNÍHO INDEXU NA MNOŽSTVÍ NAMĚŘENÉ JÍLOVÉ FRAKCE (PŘEVZATO	
Ozer et al, 2010)	39
OBRÁZEK 13 VLIV NASTAVENÉ DOBY MĚŘENÍ NA ZMĚNU VARIAČNÍHO KOEFICIENTU PRO D (0,9),	
(PŘEVZATO RYZAK A BIEGANOWSKI, 2011)	41
OBRÁZEK 14 VLIV ZMĚNY RYCHLOSTI MÍCHÁNÍ VZORKU NA ZMĚNU VARIAČNÍHO KOEFICIENTU PRO D (O	,9),
PŘEVZATO RYZAK A BIEGANOWSKI, 2011	42
OBRÁZEK 15 PŘÍSTROJ MALVERN MASTERSIZER 2000 (FOTO: AUTOR PRÁCE)	52
OBRÁZEK 16 OBLAST MĚŘENÍ VZORKU, PŘÍSTROJ MALVERN MASTERSIZER (PŘEVZATO MALVERN, 1999)) 53
OBRÁZEK 17 ADAPTÉR HYDROMU S ULTRAZVUKOVOU SONDOU (FOTO: AUTOR PRÁCE)	53
Obrázek 18 Možnosti vyobrazení získaných výsledků (převzato Malvern, 1999)	55
Obrázek 19 Výstup měření	57
Obrázek 20 Připravený vzorek pro měření (foto: autor práce)	58
Obrázek 21 Přidání vzorku do analyzátoru (foto: autor práce)	58
OBRÁZEK 22 ZAZNAMENÁVÁNÍ % OBSKURACE MĚŘENÉHO VZORKU	59
Obrázek 23 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, IV)	63
Obrázek 24 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření III, IV)	64
OBRÁZEK 25 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ II, IV)	64
OBRÁZEK 26 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ I, III)	65
OBRÁZEK 27 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ I, III)	66
OBRÁZEK 28 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ I, II, III, IV)	66

	,	× ,	, ,	,	× / 0	, ,
()DD A 7EV 70 DODOUNIANI 7DNITO	TNHIO 7	ADAZENILII	INITVCH DUD N	A 7AVI AT	VI VVCI EDVI	I TICK ANVOLL
UDKAZEN 27 FUKUVNANI ZKNITUS	M M M M M M M M M M	AKAZENI IIL	INTER FUD NA	4 ZANLAL	JE VISLEDAU	LISKANIUT
• • - • - • - • • • • •						

	••
PIPETOVACÍ METODOU A LASEROVOU GRANULOMETRIÍ ZPŮSOBY MĚŘENÍ I-IV	68
OBRÁZEK 30 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ A, B)	69
OBRÁZEK 31 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ C, A)	70
OBRÁZEK 32 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ C, B)	70
Obrázek 33 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření B, D)	71
Obrázek 34 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření C, D)	72
OBRÁZEK 35 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ A - D)	72
Obrázek 36 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, III)	74
OBRÁZEK 37 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ II, III)	74
OBRÁZEK 38 VÝSLEDKY MĚŘENÍ ZRNITOSTNÍHO SLOŽENÍ PŮD (ZPŮSOB MĚŘENÍ I, II)	75
Obrázek 39 Výsledky měření zrnitostního složení půd (způsob měření I, II, III)	76
Obrázek 40 Porovnání zrnitostního zařazení půd dle výsledků z pipetovaci metody a	
LASEROVÉ GRANULOMETRIE	77
Obrázek 41 Korelační závislost pro jílovou frakci (< 0,002) mezi skupinou referenčních	
VZORKŮ HLINITÝCH PŮD MĚŘENÝCH METODOU LASEROVÉ GRANULOMETRIE V POROVNÁNÍ	
S PIPETOVACÍ METODOU	78
Obrázek 42Zařazení skupiny referenčních vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na	
ZÁKLADĚ ZRNITOSTNÍHO ROZBORU PIPETOVACÍ METODOU A METODOU LASEROVÉ GRANULOMETF	RΕ
	79
Obrázek 43 Korelační závislost pro jílovou frakci (< 0,002) mezi skupinou odebraných	
VZORKŮ HLINITÝCH PŮD MĚŘENÝCH METODOU LASEROVÉ GRANULOMETRIE V POROVNÁNÍ	
S PIPETOVACÍ METODOU	79
$Obrázek \ 44 \ Za \check{r}azení \ skupiny \ odebraných \ vzorků \ hlinitých \ půd \ do \ zrnitostních \ skupin \ na$	
ZÁKLADĚ ZRNITOSTNÍHO ROZBORU PIPETOVACÍ METODOU A METODOU LASEROVÉ GRANULOMETF	ιE
	80
Obrázek 45 Zařazení skupiny referenčních vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na	ł
ZÁKLADĚ ZRNITOSTNÍHO ROZBORU PIPETOVACÍ METODOU A METODOU LASEROVÉ GRANULOMETF	١E
	82
OBRÁZEK 46 KORELAČNÍ ZÁVISLOST PRO PÍSKOVOU FRAKCI (2 - 0,05),(X= LASEROVÁ DIFRAKCE, Y=	
PIPETOVACÍ METODA	82
Obrázek 47 Zařazení skupiny odebraných vzorků hlinitých půd do zrnitostních skupin na	
ZÁKLADĚ ZRNITOSTNÍHO ROZBORU PIPETOVACÍ METODOU A METODOU LASEROVÉ GRANULOMETF	١E
	83
OBRÁZEK 48 KORELAČNÍ ZÁVISLOST PRO PÍSKOVOU FRAKCI (2 - 0,05),(X= LASEROVÁ DIFRAKCE, Y=	
PIPETOVACÍ METODA	84

10 SEZNAM TABULEK

TABULKA 1 MEZINÁRODNÍ KLASIFIKACE (HODNOTY V MM)	13
TABULKA 2 KLASIFIKACE USDA (HODNOTY V MM)	13
TABULKA 3 KLASIFIKACE BSI (HODNOTY V MM)	13
TABULKA 4 ZASTOUPENÍ URČUJÍCÍCH ZRNITOSTNÍCH FRAKCÍ V JEDNOTLIVÝCH ZRNITOSTNÍCH TŘÍDÁCH	
(Fulajtár, 2006, Rehák a Janský, 2000)	15
TABULKA 5 KLASIFIKACE DLE KOPECKÉHO (HODNOTY V MM)	16
TABULKA 6 NOVÁKOVA KLASIFIKACE (UPRAVENO DLE ČURLÍK A ŠURINA, 1998)	16
TABULKA 7 KLASIFIKACE SKELETU DLE KOPECKÉHO	17
TABULKA 8 HODNOCENÍ PŮDY PODLE OBSAHU SKELETU (PŘEVZATO Z ŠARAPATKA, 2014)	17
TABULKA 9 MĚRNÁ HMOTNOST PŮDNÍCH MINERÁLŮ (PŘEVZATO Z ZBÍRAL ET AL, 2011)	29
TABULKA 10 NASTAVENÉ PARAMETRY PRO ANALÝZU HLINITCÝH PŮD ZPŮSOBY MĚŘENÍ I – IV	61
TABULKA 11 NASTAVENÉ PARAMETRY PRO ANALÝZU PÍSČITÝCH PŮD ZPŮSOBY MĚŘENÍ I – III	61
Tabulka 12 Nastavené parametry pro analýzu hlinitcýh půd způsoby měření A - D	62