

Analitika organske snovi (humusa) v vzorcih tal

Metoda suhi sežig

Ca

N

P

K

Mg

Žnidarič Monika, mag. biokem.

Kemijski laboratorij, KGZS Zavod Ptuj



C/N razmerje in stopnja humifikacije

Vrednotenje humifikacije organske snovi v tleh.


Optimalno razmerje C/N: stopnja humifikacije org. snovi je dovolj visoka, da omogoča **nemoteno mineralizacijo dušika**.

Zakaj je smiselno določati vsebnost ogljika v tleh?


Z določanjem organskega ogljika posredno določimo tudi vsebnost organske snovi/humusa v vzorcu tal.

Delež ogljika v humusu je relativno konstanten (55–58%).


Oblike ogljika v vzorcih tal

 karbonatne mineralne oblike (anorganske oblike)


CaCO₂, MgCO₃

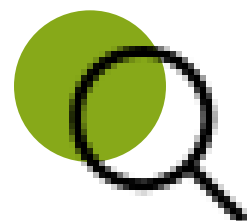
 visoko kondenzirani, skoraj elementarni ogljik

oglje, grafit, premog

 razkrojeni in dokaj obstojni organski ostanki

humus

 slabo razkrojeni organski ostanki



Katere frakcije ogljika zajamemo je odvisno od izbrane analitske metode.

Kemijski laboratorij KGZS Zavoda Ptuj:
mokri in suhi sežig za določanje organske snovi/humusa.



Metoda: suhi sežig

Mednarodni standard **SIST ISO 10694:1996**.

Delež skupnega organskega ogljika določamo **direktno** (anorgansko obliko predhodno odstranimo, da ne moti meritev org. C).

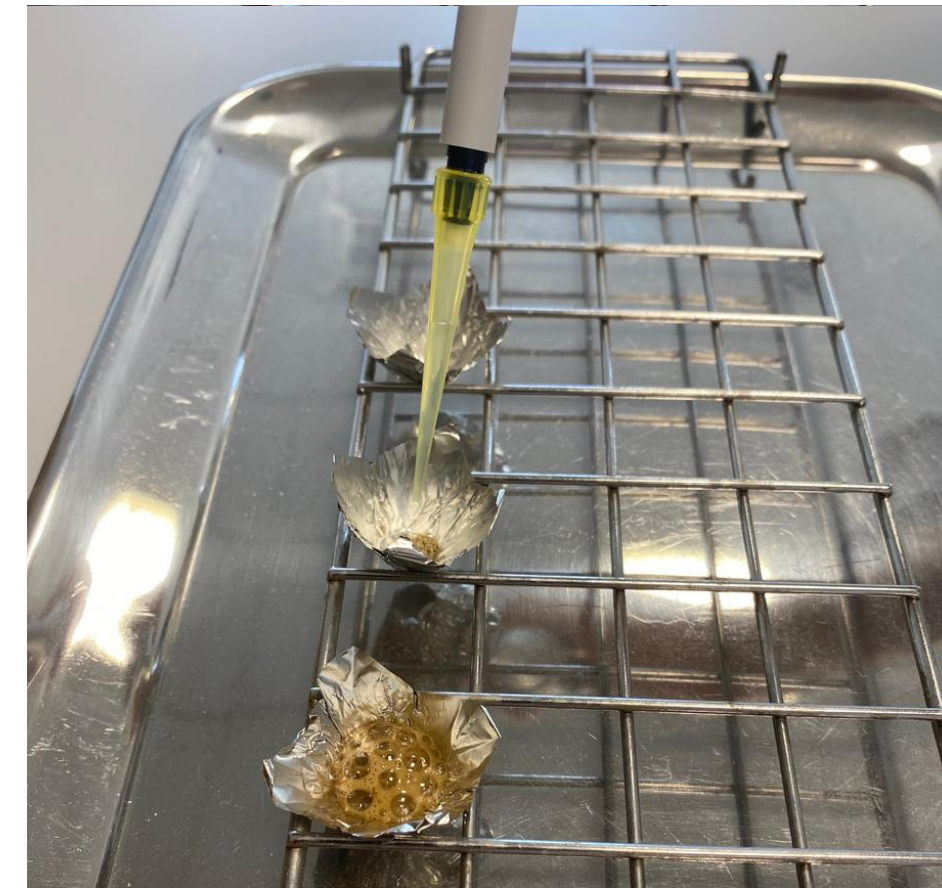
Iz statistično preverjenega rezultata izračunamo delež organske snovi v vzorcu:
skupni organski ogljik (v % ali g/kg) $\times 1,724$ = organska snov v vzorcu (% ali g/kg).

Postopek analize (1)



Izjemno pomembna je **priprava** vzorca.

- odstranjevanje vidne organske mase, nečistoč
- sušenje, mletje
- tehtanje – samo 50 mg vzorca!
- tretiranje natehtanega vzorca s kislino

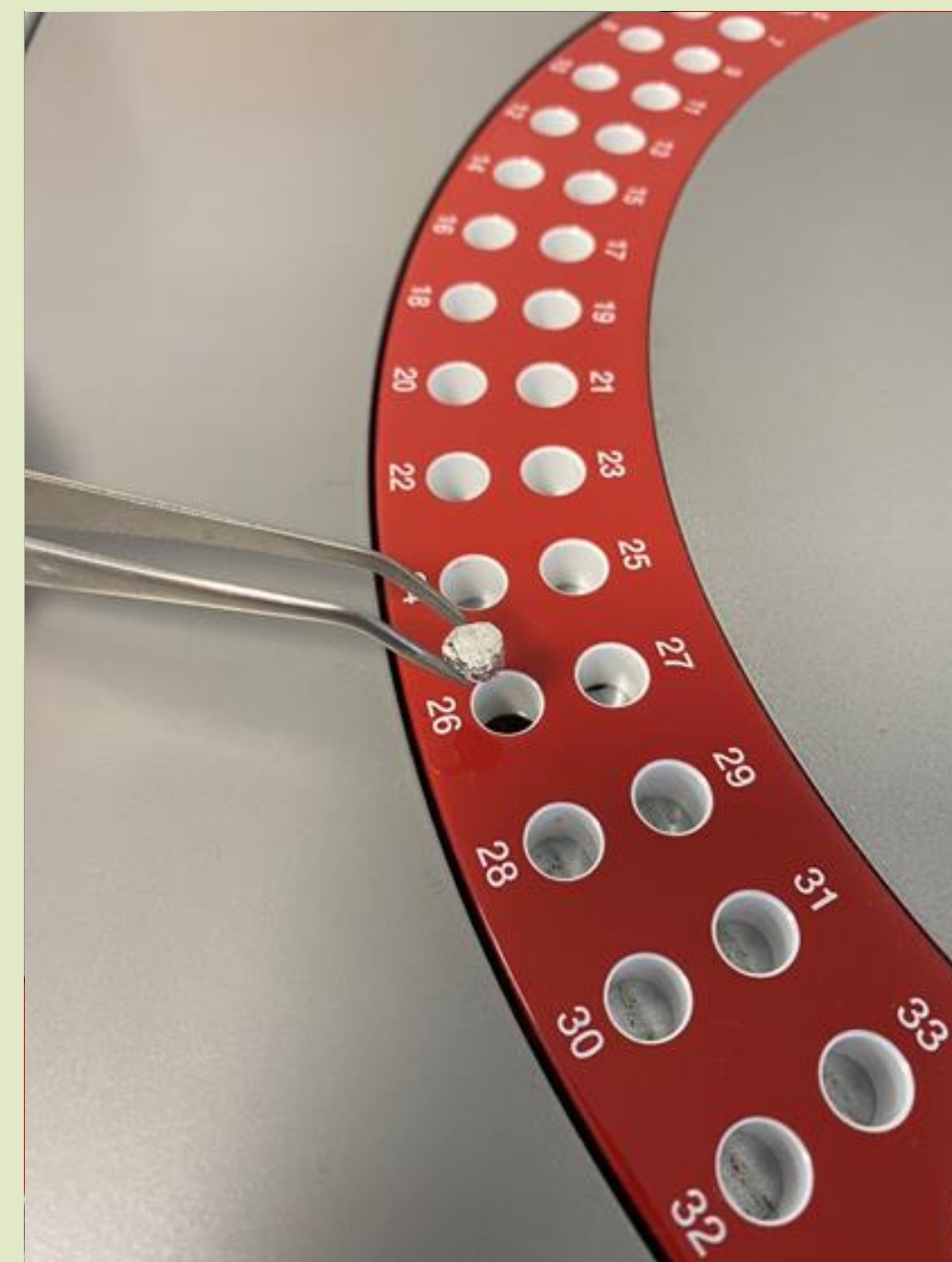
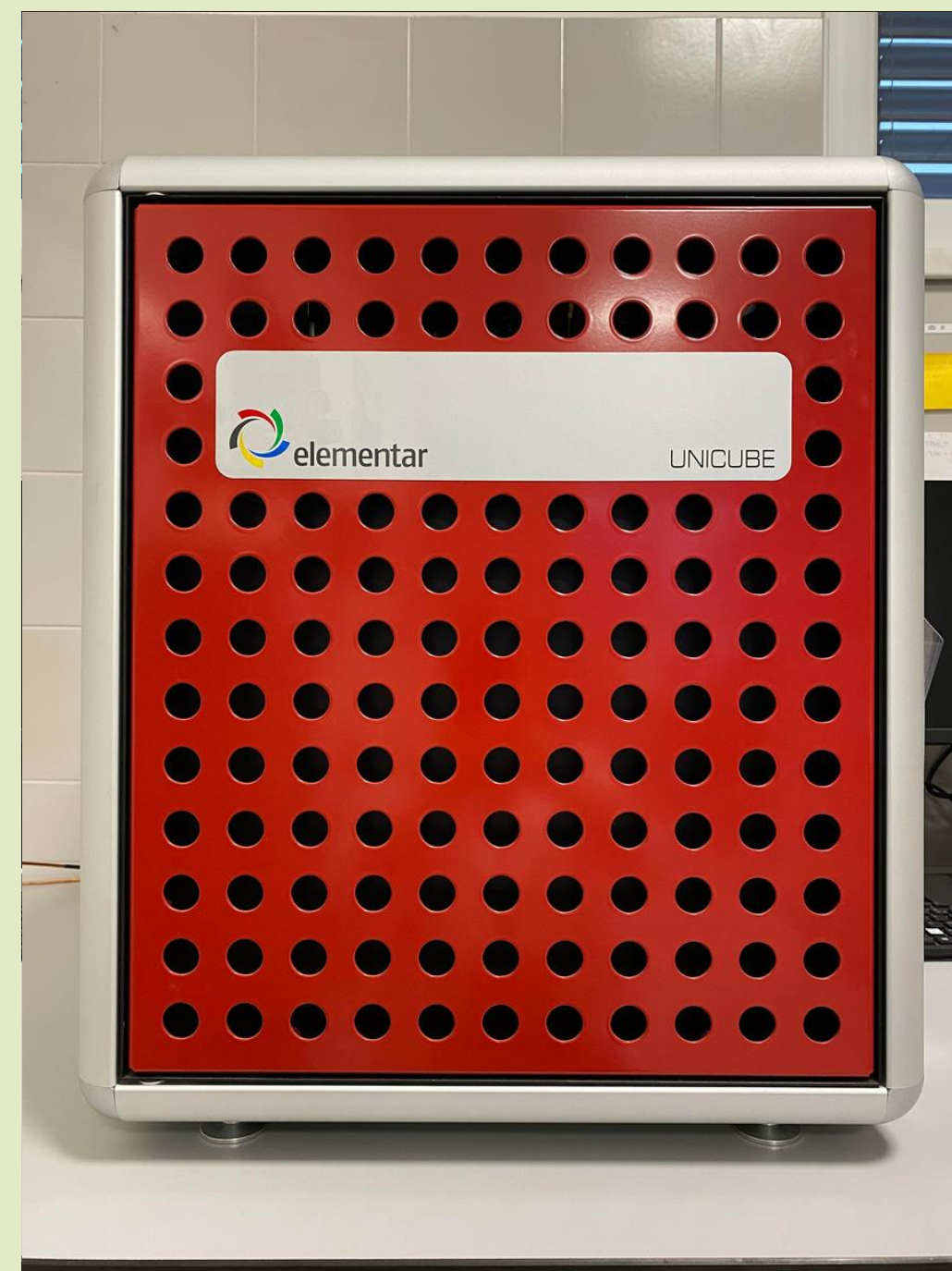


Postopek analize (2)

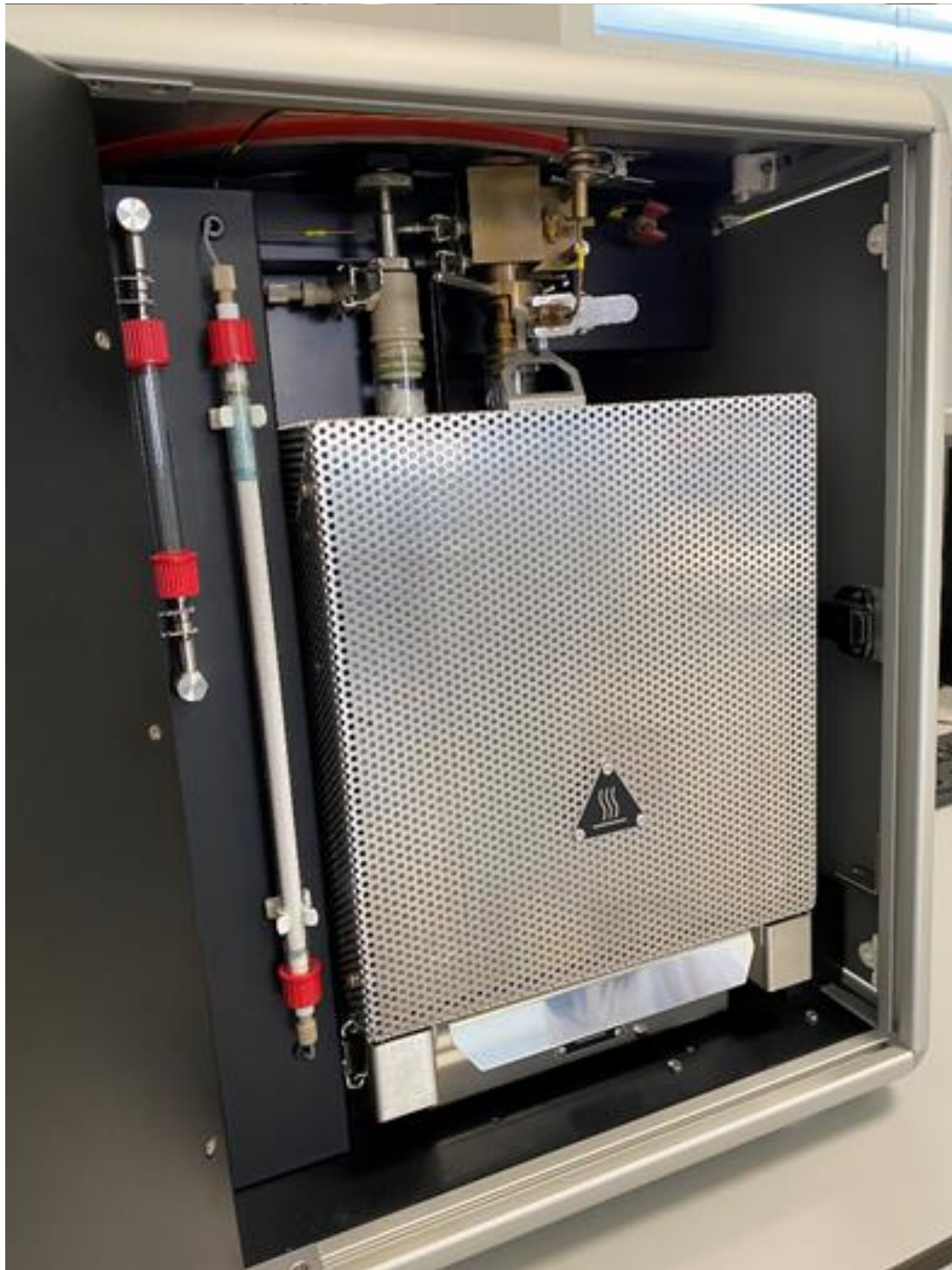
- s kislino omočeni vzorec posušimo
- tabletiramo



- analiza na analizatorju UNICUBE Trace Elementar (trajanje analize: najmanj 6 min/vzorec)

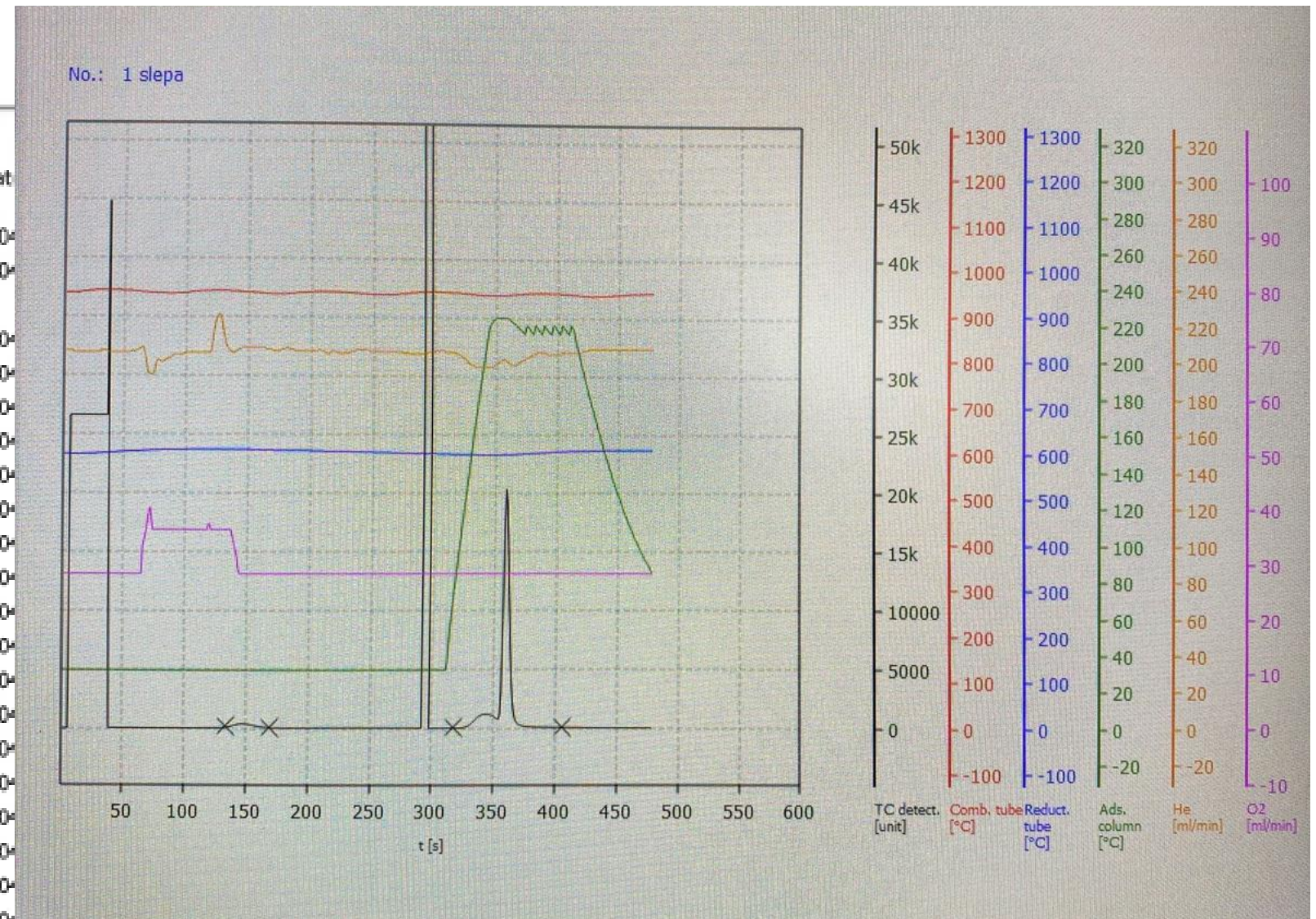


Postopek analize (3)



Izpis rezultatov

Samples														
Memo	Weight [mg]	Name	N Area	C Area	N [%]	C [%]	C/N ratio	Method	N Factor	C Factor	N Blank	C Blank	Info	Det
1	1.0000	slepa	510	13 983	0.3457	47.9327	138.6539	Blank with O	1.0000	1.0000	0	0		05/04/2022 09:31
2	1.0000	slepa	27	169	0.0474	0.5442	11.4849	Blank with O	1.0000	1.0000	0	0	Nu	05/04/2022 09:31
3	1.0000	slepa	32	115	0.0500	0.3581	7.1572	Blank with O	1.0000	1.0000	0	0	Nu,Cu	05/04/2022 09:31
4	1.0000	blank-	16	106	0.0000	0.0000	0.0000	Blank with O	1.0000	1.0000	16	106		05/04/2022 09:31
5	1.0000	blank-	6	90	0.0000	0.0000	0.0000	Blank with O	1.0000	1.0000	6	90		05/04/2022 09:31
6	1.0000	blank-	15	88	0.0000	0.0000	0.0000	Blank with O	1.0000	1.0000	15	88		05/04/2022 09:31
7	1.0000	blank-	37	80	0.0000	0.0000	0.0000	Blank without O	1.0000	1.0000	37	80		05/04/2022 09:31
8	1.8720	runin	32 324	39 294	10.7077	71.8195	6.7073	0-2 mg standard	1.0000	1.0000	19	91		05/04/2022 09:31
9	2.2390	runin	38 542	46 797	10.6464	68.8969	6.4714	0-2 mg standard	1.0000	1.0000	19	91		05/04/2022 09:31
10	2.3990	acetanilide	41 287	50 111	10.3600	71.0900	6.8620	0-2 mg standard	0.9742	1.0236	19	91		05/04/2022 09:31
11	2.6630	acetanilide	45 870	55 429	10.3600	71.0900	6.8620	0-2 mg standard	0.9746	1.0155	19	91		05/04/2022 09:31
12	2.5600	acetanilide	44 180	53 407	10.3600	71.0900	6.8620	0-2 mg standard	0.9723	1.0173	19	91		05/04/2022 09:31
13	1.7040	acetanilide	29 015	35 533	10.3600	71.0900	6.8620	0-2 mg standard	0.9793	0.9967	19	91		05/04/2022 09:31
14	runin zemlja	70251	14 353	23 722	0.1771	1.6786	9.4775	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
15	TN 70251	70251-1	15 257	27 048	0.1780	1.8108	10.1734	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
16		70251-2	14 974	27 521	0.1812	1.9111	10.5465	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
17		70251-3	14 904	27 428	0.1776	1.8760	10.5604	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
18		70251-4	14 288	26 827	0.1778	1.9155	10.7723	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
19		70251-5	12 990	24 566	0.1587	1.7208	10.8440	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
20		70251-6	13 968	26 077	0.1751	1.8753	10.7099	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
21		70251-7	14 969	27 726	0.1723	1.8311	10.6291	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
22		70251-8	14 089	26 444	0.1662	1.7892	10.7677	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:31
23		70251-9	13 905	26 040	0.1835	1.9711	10.7430	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:40
24		70251-10	14 595	26 018	0.1742	1.7817	10.2274	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:49
25	TOC 70251	70251-1	12 771	20 884	0.1331	1.2467	9.3696	soil 80	0.9751	1.0133	19	91		05/04/2022 09:58



Statistična obdelava podatkov

Zagotavljanje kakovosti rezultatov



Vmesna preverjanja

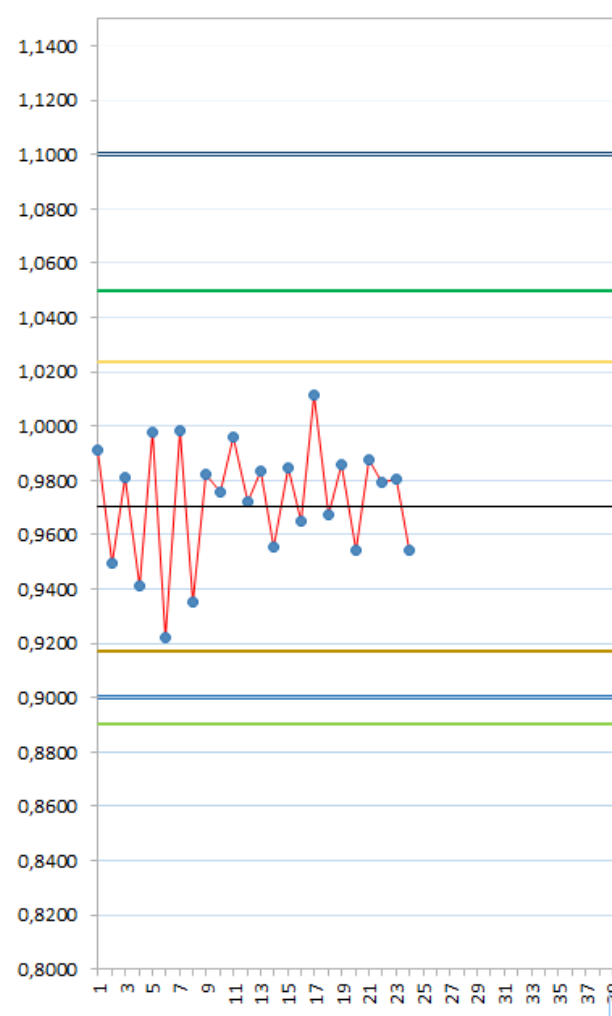
Kontrolni vzorci: umetno
pripravljeni vzorci, vzorci tal.
Vzorci za določanje dnevnega
faktorja.

Spremljanje s kontrolnimi kartami.



Uspešno sodelovanje v medlabor. primerjavah

AGES (Dunaj, Avstrija), KIS



Ponovljivost paralelk

Statistični izračuni – preverjanje
skladnosti s kriterijem v SIST ISO.

**REZULTAT: povprečje dveh meritev,
vključno s podatkom o vsebnosti
vlage v vzorcu.**



Validacija metode



Redno
preverjanje
tehtnic/
analizatorja:
linearnost, kalibracija.

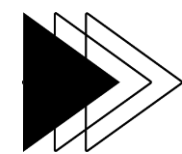


Metoda je v
postopku
pridobivanja
akreditacije.

Slovenska akreditacija

Informacija o vsebnosti humusa v tleh je pomembna.

Z zanesljivo analitiko pridemo do točnega rezultata.



Suhi sežig:

- z določanjem org. C dobimo podatek o org. snovi/humusu v vzorcu
- podatek o vsebnosti N v vzorcu: izračun C/N razmerja
- majhna količina izhodiščnega vzorca – vzorčenje!!
- zaznava tudi majhnih količin analita (org. C, tudi N) v vzorcu
- 'suha' metoda – brez nevarnih kemikalij



Hvala za pozornost.