

Analiza gleby

... i innych stałych próbek środowiskowych

Gleba

stanowi luźną powłokę skorupy ziemskiej, która powstała w wyniku długotrwałego i niszczącego działania atmosfery, hydrosfery, gleby i organizmów żywych na skały macierzyste skorupy ziemskiej.

Skład gleby:

gleba to porowaty, trójfazowy ośrodek, na który składają się:

- faza gazowa
(powietrze glebowe stanowiące 15-35 % obj. gleby),
 - faza ciekła
(roztwory glebowe, rzeczywiste i koloidalne, zajmują 15-35 % obj. gleby),
 - faza stała
(na którą składa się część mineralna stanowiąca ok. 35-45 % obj. gleby i część organiczna, stanowiąca 5-15 % obj. gleby).
-

Parametry charakteryzujące udziały ilościowe fazy gazowej, ciekłej i stałej w glebie:

- gęstość (gęstość objętościowa),
 - porowatość (wskaźnik porowatości),
 - stopień zagęszczenia,
 - wilgotność.
-

Powietrze glebowe:

wypełnia w glebie wolne przestrzenie, nie zajęte przez fazę ciekłą.

- ✓ Zawartość powietrza w glebie przyjęto określać terminem „porowatość powietrzna”.
 - ✓ Porowatość powietrzna maleje wraz z głębokością, jest też zależna od opadów atmosferycznych.
-

Powietrze glebowe

Składniki powietrza glebowego:

- główne: O_2 , N_2 , CO_2 , para H_2O ,
- drugorzędne: CH_4 , C_2H_2 , tlenki azotu (NO_x),
- ślady: H_2S , NH_3 , CO , H_2 .

Skład powietrza glebowego zależy od:

- procesów chemicznych zachodzących w glebie,
 - składu gleby (fazy stałej),
 - zanieczyszczenia gleby,
 - od warunków atmosferycznych, pory roku itp.
-

Formy występowania wody w glebie:

zależą od rodzaju i wielkości sił działających w glebie:

1. para wodna,
 2. woda molekularna (higroskopijna i błonkowata),
 3. woda kapilarna,
 4. woda wolna.
-

Roztwór glebowy (woda w glebie):

roztwór rzeczywisty, wieloskładnikowy,
heterogeniczny o różnym składzie chemicznym
i poziomie zasolenia.

Roztwór glebowy - skład:

- substancje mineralne rozpuszczone w formie prostych jonów i ich hydratów (K^+ , Ca^{2+} , Cl^- , HCO_3^-),
- substancje mineralne nierozpuszczone (formy koloidalne $Fe(OH)_3$, FeS),
- kompleksowe koloidy mineralno-organiczne,
- związki organiczne (kwasy humusowe, fulwowe),
- rozpuszczone gazy (O_2 , H_2S , NH_3).

!!! wody gruntowo-glebowe są środkiem transportu zanieczyszczeń.

Substancje stałe występujące w glebie:

- składniki mineralne,
 - składniki organiczne,
 - składniki mineralno-organiczne.
-

Składniki mineralne gleby:

klasyfikacja I

- minerały jałowe nie uwalniające składników pokarmowych (pierwiastków)
np. kwarc, krzemionka,
 - minerały uwalniające składniki pokarmowe typu pierwiastki
np. dolomit $\text{Ca,Mg}(\text{CO}_3)_2$, minerały ilaste.
-

Składniki mineralne gleby:

klasyfikacja II

- minerały łatwo wietrzejące:
kalcyt CaCO_3 , dolomit, syderyt FeCO_3 , ...
 - minerały średnio odporne na wietrzenie:
hematyt Fe_2O_3 ,
 - minerały trudno wietrzejące:
korund Al_2O_3 , magnetyt Fe_3O_4 , SiO_2 .
-

Metody analizy składników mineralnych:

analiza pierwiastkowa:

- pomiar zawartości całkowitych (AAS, ICP-OES, ICP-MS),
- analiza frakcjonowana (pierwiastkowa),
- ocena łągowalności wybranymi ekstrahentami.

analiza strukturalna, fazowa:

- XRD, XRPD,
 - IR.
-

Składniki organiczne gleby:

humus = próchnica

Właściwe związki próchniczne = substancje organiczne, które w wyniku procesu humifikacji zatraciły całkowicie strukturę tkanek organizmów, których powstały.

Podział:

- nieswoiste substancje próchniczne (10-15% substancji organicznej; białka, tłuszcze, woski, smoły, garbniki, cukry, kwasy organiczne),
 - swoiste substancje próchniczne (85-90% substancji organicznej; kwasy huminowe i fulwowe, huminy).
-

Substancje humusowe:

- ✓ mieszanina wielu związków,
 - ✓ bardzo różne pod względem chemicznym, dotychczas tylko częściowo poznane,
 - ✓ barwne,
 - ✓ masa cząsteczkowa waha się od 700 do 800000,
 - ✓ trudno- lub nierozpuszczalne w wodzie,
 - ✓ bardzo wolno biodegradowalne.
-

Substancje humusowe - podział:

kryteria analityczne

w zależności od ich rozpuszczalności
w rozcieńczonych kwasach i zasadach:

- ✓ kwasy huminowe - są rozpuszczalne w roztworach zasadowych (wytrącają się w roztworze kwasu solnego),
 - ✓ kwasy fulwowe - są rozpuszczalne w roztworach kwaśnych i zasadowych,
 - ✓ huminy - są nierozpuszczalne w roztworach kwaśnych, ani w zasadowych.
-

Substancje humusowe:

udział poszczególnych grup jest bardzo różny w zależności od warunków, w jakich przebiega biochemiczny rozkład szczątków organizmów.

W wodach naturalnych występują głównie kwasy fulwowe.

Substancje humusowe

Kwasu huminowe i fulwowe posiadają w strukturze:

- pierścienie aromatyczne,
 - grupy funkcyjne typu:
 - karboksylowa -COOH
 - karbonylowa -C=O
 - fenolowa -C₆H₅-
 - eterowa -C-O-C-
 - alkoholowa -OH
 - estrowa -COO-
 - metoksykowa -CH₃O-
-

Przykładowe, typowe badania gleby:

- ocena zawartości próchnicy,
 - analiza formy próchnicy,
 - ocena wilgotności gleby,
 - badanie pojemności wodnej,
 - badanie przepuszczalności wody,
 - pomiar gęstości gleby,
 - pomiar wartości pH,
 - pomiar zawartości wapnia,
 - zawartość składników odżywczych:
pomiar zawartości azotanów w glebie,
-
- fauna glebowa: wykrywanie zwierząt glebowych.

Soil chemical analysis - przykłady:

- measurement of soil pH,
- determination of electrical conductivity,
- determination of water soluble cations and anions,
- determination of CaCO_3 equivalent and estimates for calcite and dolomite,
- determination of organic carbon,
- determination of pyrophosphate-soluble organic matter index (organic soils),
- determination of nitrogen (Kjeldahl),
- determination of cation exchange capacity,
- extraction of exchangeable cations,
- analysis for Ca, Mg, Na and K in NH_4OAc extract,
- determination of exchange acidity,
- determination of total elements (Fe, Al, Zn, Cu),
- extraction and determination of Fe, Al, Mn – fractionation analysis.

Gleba – rodzaje próbek:

1. próbki profilu glebowego
(o nienaruszonej strukturze i bez zachowania struktury),
 2. próbki gleby z warstwy ornej,
 3. próbki gleby z warstwy korzeniowej
(lasy, sady, parki),
 4. próbki gleby z warstwy powierzchniowej,
 - ...
 5. próbki osadów dennych.
-

Gleba:

przykład procedury poboru próbek gleby,
opracowany przez Krajową Stację Chemiczno-Rolniczą
w Warszawie:

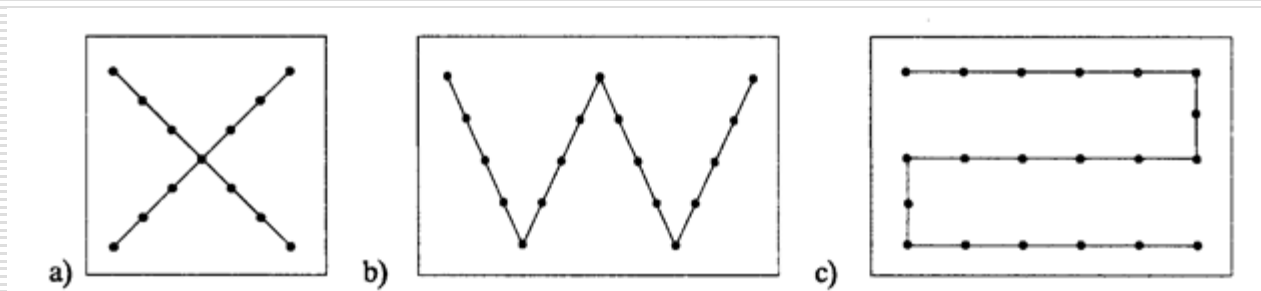
1. przed przystąpieniem do pobierania próbek należy sporządzić szkic pól gospodarstwa przeznaczonych do badań,
2. na szkicach tych pól należy zakreślić zasięg powierzchni uprawianych roślin np. okopowe, zboża, rzepak, itp.
3. próbka (ogólna uśredniona) powinna reprezentować obszar użytku rolnego o zbliżonych warunkach przyrodniczych (typ, rodzaj i gatunek gleby, ukształtowanie terenu) i agrotechnicznych (przedplon, uprawa, nawożenie),
4. powierzchnia użytku przypadająca na próbkę ogólną, przy wyrównanej pod względem glebowym powierzchni i zbliżonym ukształtowaniem terenu, nie może przekroczyć obszaru 4ha,
5. próbkę ogólną należy przygotować oddzielnie dla każdej uprawy,

Gleba:

przykład procedury poboru próbek - cd:

6. próbki ogólne powinny być zaznaczone na dokładnie wykonanym szkicu, opatrzone kolejnymi numerami wraz z określeniem powierzchni pola, którą reprezentują; próbki pobrane z użytków zielonych muszą być oprócz numeru oznakowane X,

7. aby sporządzić próbkę ogólną należy pobrać do 20 próbek pierwotnych według schematu:



zaleca się prostopadły kierunek pobierania do zabiegów agrotechnicznych (uprawa, nawożenie)

Gleba:

przykład procedury poboru próbek - cd:

8. próbka ogólna (uśredniona) powinna ważyć około 0,5 kg,

9. próbki pierwotne pobiera się laską glebową z wierzchniej warstwy gleby 0-20cm, kolejno wykonując czynności:

- w miejscu pobierania próbki pierwotnej (pojedynczej), rolę świeżo zaoraną przydeptać,
 - ustawić laskę glebową pionowo/prostopadle do powierzchni gleby,
 - wcisnąć laskę do oporu (na wysokość poprzeczki ograniczającej),
 - wykonać pełny obrót i wyjąć laskę,
 - zawartość wgłębienia (zasobnika) przenieść do pojemnika skrobaczki,
 - po pobraniu próbek pojedynczych, całość wymieszać i napełnić kartonik lub woreczek,
-

Gleba:

przykład procedury poboru próbek - cd:

10. próbek nie należy pobierać:

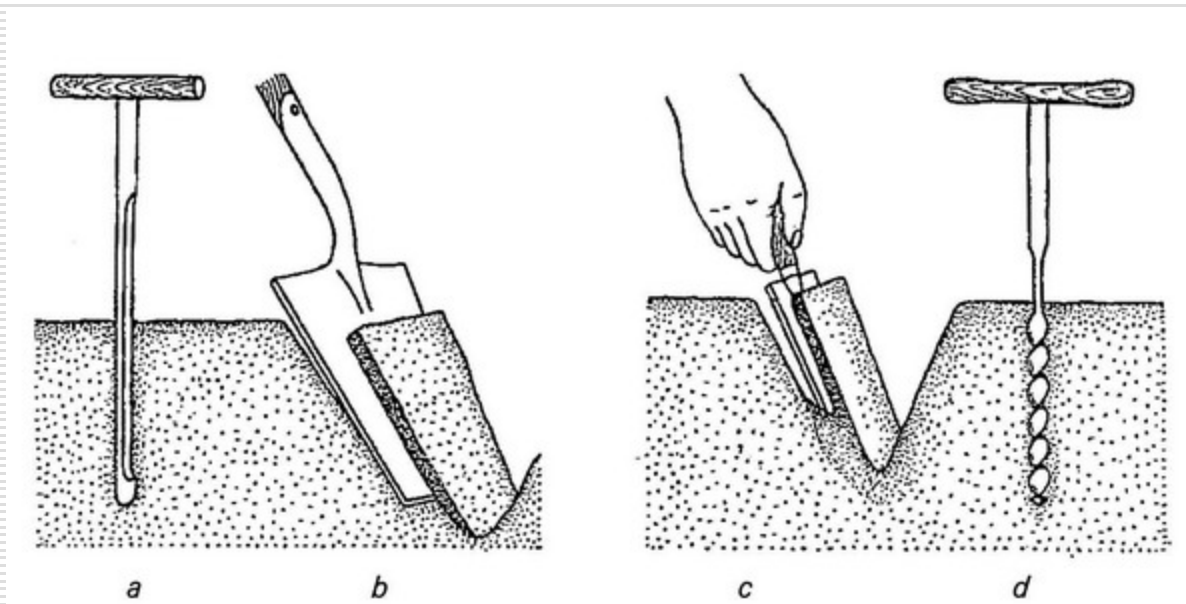
- na obrzeżach pola do 5m,
- w miejscach po stogach i kopcach,
- w rowach, brzdach, kretowiskach i żwirowiskach,
- w zagłębieniach i ostrych wzniesieniach terenu (w razie potrzeby z tych miejsc pobrać dodatkowe próbki),

11. najodpowiedniejszym okresem pobierania próbek glebowych jest okres wiosenny lub jesienny przed wysiewem nawozów,

12. należy unikać pobierania próbek bezpośrednio po zastosowaniu nawozów mineralnych, po nawożeniu organicznym oraz w okresie nadmiernej suszy lub wilgotnej gleby,

13. zwrócić uwagę na zgodność oznaczeń zawartych na opakowaniu próbki z jej odpowiednikiem na szkicu pola.

Pobieranie próbek gleby:



a) laską glebową Egnera, b) szpadlem, c) łopatką ogrodniczą, d) świdrem

Odczyn glebowy:

to właściwość gleby wyrażona przez stosunek stężenia jonów wodorowych H^+ do jonów wodorotlenkowych OH^- (odczyn roztworu określony w jednostkach pH) w fazie stałej gleby i w jej roztworze.

Odczyn gleby jest to zmienna sezonowo cecha gleby.

Skala odczynu gleb uprawnych i leśnych:

| pH_{KCl} | Gleby uprawne | pH_{KCl} | Gleby leśne |
|-------------------------|----------------------|-------------------------|----------------------|
| < 4,0 | bardzo kwaśne | < 3,5 | bardzo silnie kwaśne |
| 4,1-4,5 | kwaśne | 3,6-4,5 | silnie kwaśne |
| 4,6-5,0 | średnio kwaśne | 4,6-5,5 | kwaśne |
| 5,1-6,0 | kwaśne | 5,6-6,5 | słabo kwaśne |
| 6,1-6,5 | obojętne | 6,6-7,2 | obojętne |
| 6,6-7,0 | słabo alkaliczne | 7,3-8,0 | słabo alkaliczne |
| 7,1-7,5 | średnio alkaliczne | > 8,0 | alkaliczne |
| > 7,5 | alkaliczne | | |

Rośliny wskaźnikowe - bioindykatory:



odczyn bardziej kwaśny



odczyn mniej kwaśny

Rośliny wskaźnikowe:

1. gleby silnie kwaśne:
borówka czernica, borówka brusznica, wrzos;
 2. gleby kwaśne:
szczawik zajęczy, konwalijka dwulistna, kosmatka owłosiona;
 3. gleby słabo kwaśne:
marzanka wonna, przylaszcza, gajowiec;
 4. gleby o odczynie obojętnym:
zawilec leśny, perłówka zwisła, gwiazdnica, kuklik;
 5. gleby o odczynie zasadowym:
czosnek niedźwiedzi, kopytnik europejski, kłosownica leśna, podagrycznik.
-

Odczyn gleby a warunki życia:

Każdy organizm posiada **odpowiedni** przedział pH czyli ten, w którym dobrze się rozwija oraz przedział pH **optymalny**, w którym się rozmnaża.

Większość roślin uprawnych posiada optymalne pH powyżej 5,5. Gatunki iglaste mogą rozwijać się na glebach o odczynie bardzo kwaśnym. Bakterie dobrze rozwijają się przy odczynie obojętnym, natomiast grzyby rozwijają się w warunkach odczynu kwaśnego i silnie kwaśnego

Odczyn gleby a substancje nieorganiczne:

1. w środowisku kwaśnym następuje rozpuszczanie się niektórych substancji nieorganicznych:
 - powstają wolne metale i ich hydraty,
 - fosforany ulegają rozpuszczeniu;
 2. w środowisku obojętnym i zasadowym metale występują głównie w formie związanej, obecne są:
 - nierozpuszczalne sole typu węglany, fosforany,
 - wodorotlenki - w formie osadów.
-

Kwasowość gleby:

1. czynna

pochoząca od jonów wodorowych w roztworze glebowym, jej wskaźnikiem jest odczyn roztworu glebowego,

2. potencjalna

wywołana jest przez jony wodoru (H^+) lub jony glinu (Al^{3+}), zaadsorbowane przez kompleks sorpcyjny gleby:

a) wymienna - pochodząca od jonów kwaśnych słabo związanych w procesie sorpcyjnym, o kwasowości tej decydują jony Al^{3+} , H^+ , a także jony Fe^{3+} ,

b) hydrolityczna - pochodząca od jonów kwaśnych silnie związanych w procesie sorpcyjnym, czyli jonów H^+ lub Al^{3+} , które najsilniej związane są z cząstkami koloidalnymi kompleksu sorpcyjnego.

Kwasowość gleby:

1. kwasowość czynną

oznaczamy, określając wartość pH gleby w wodzie destylowanej (wolne jony wodorowe),

2.

3. kwasowość wymienna

dotyczy tej części jonów wodorowych, która przechodzi do roztworu po zadaniu jej roztworem soli obojętnej (np. 0,1 M KCl, 0,05 M CaCl₂),

2. kwasowość hydrolityczną

oznaczamy w wyniku działania na glebę roztworów soli ulegających hydrolizie, jak np. octanu sodu CH₃COONa lub octanu wapnia Ca(CH₃COO)₂.

Metody określania odczynu gleby:

odczyn gleb można określić, mierząc stężenie jonów wodoru, a ściślej mówiąc aktywność jonów wodoru (H^+) różnymi metodami:

1. metody kolorymetryczne, których zasada oparta jest na zjawisku zmiany barwy indykatorów w zależności od stężenia jonów wodoru;
 2. metody potencjometryczne, które polegają na pomiarze różnicy potencjałów w ogniwie składającym się z elektrody porównawczej (kalomelowej) oraz elektrody pomiarowej (szklanej) zanurzonej w zawieszynie glebowej.
-

Typy gleb:

1. gleby rankerowe / surowe: wykazują obecność poziomego próchnicznego, położonego na bezwęglanowej skale stałej, na podłożu skał krzemianowych,
2. rędziny: czarny lub brunatno-czarny, bogato uszkielecony, ziarnisty poziom próchniczny położony na jasnej skale węglanowej,
3. czarnoziem: gleba o potężnym poziomie próchnicznym z próchnicą właściwą i optymalną strukturą ziarnistości przede wszystkim na podłożu lessowym,
4. gleby brunatne i parabrunatne
5. bielice: obecność dużego, ubogiego w azot, kwaśnego poziomego próchnicznego, ubogie w żelazo, glinę, zasady i składniki odżywcze,
6. gleby glejowate: stanowią typowe miejsce pod pastwiska.

Klasy wielkości organizmów glebowych:

| Megafauna (> 20 mm) | Makrofauna (2-20 mm) | Mezofauna (0,2–2 mm) | Mikrofauna (<0,2 mm) |
|--------------------------------------|--|---|--------------------------|
| ssaki gady płazy dżdżownice | szczecinonogi ślimaki pająki równonogi dwuparce chrząszcze i ich larwy larwy muchówek skorki | wrotki niesporczaki nicienie roztocza skoczogony pseudoskorpiony | jednokomórkowce ameby |

Oznaczanie wybranych rodzajów sumarycznego węgla

Powody:

duża ilość bardzo różnorodnych składników będących związkami węgla, co skutkuje koniecznością wykonania

- bardzo dużej ilości,
 - często drogich,
 - wymagających długiego czasu oznaczeń.
-

Rodzaje oznaczanego węgla:

1. węgiel ogólny (*Total Carbon, TC*) – węgiel występujący w badanej próbce w postaci związków nieorganicznych, jak i organicznych;
 2. węgiel ogólny nieorganiczny (*Total Inorganic Carbon, TIC*) – np. węglany, rozpuszczony CO_2 ;
 3. węgiel ogólny organiczny (*Total Organic Carbon, TOC*).
-

Rodzaje oznaczanego węgla:

1. niewypłukiwalny/nieusuwalny węgiel organiczny (*Non-Purgeable Organic Carbon, NPOC*)
węgiel organiczny pozostający w zakwaszonej próbce po usuwaniu związków z próbki gazem (inertnym)
 2. wypłukiwalny/usuwalny węgiel organiczny (lotny) (*Purgeable (volatile) Organic Carbon, POC, VOC*)
węgiel organiczny usuwany z obojętnej lub zakwaszonej próbce wraz z gazem (inertnym) – *oznaczany z zastosowaniem metody: Purge and Trap Gas Chromatography*
-

Rodzaje oznaczanego węgla:

rozpuszczona materia organiczna

(*Dissolved Organic Matter, DOM*) - to główne źródło węgla organicznego w wodach;

jest to mieszanina substancji o różnym składzie, np.: metanu, rozpuszczalnych substancji humusowych, wolnych aminokwasów, sacharydów i in., nierzadko trudnym do określenia.

Rozpuszczony węgiel organiczny

(*Dissoved Organic Carbon, DOC*) jest przyswajalny głównie dla bakterii, w mniejszym stopniu przez inne mikroorganizmy, natomiast jest bardzo słabo wykorzystywany przez zwierzęta.

Znaczna część DOC, np. substancje humusowe, jest trudno przyswajalna także dla bakterii.

Metody oznaczania substancji organicznych (węgla):

1. oznaczanie węgla – analiza elementarna,
 2. metody wagowe,
 3. spektroskopia IR, Ramana,
 4. spektrometria mas,
 5. NMR,
 6. metody chromatograficzne,
 7. XRD/XRPD - analiza strukturalna.
-

Próbki z matrycą biologiczną

Ekosystem:

obiekt/obszar środowiskowy;
jednostka funkcjonalna biosfery.

Składniki ekosystemu:

1. biocenoza - ogół organizmów występujących na danym obszarze powiązanych ze sobą różnymi zależnościami,
 2. biotop - nieożywione elementy tego obszaru.
-

Typy badań flory i fauny (biocenoza):

1. rozwój gatunków i populacji (biologia),
 2. porównanie rozwoju w różnych środowiskach (biologia),
 3. bioakumulacja (analiza środowiskowa),
 4. szacowanie zagrożenia ekologicznego (analiza środowiskowa)
 - bioindykacja i bioindykatory, biomonitoring.
-

Rodzaje materiału biologicznego stosowanego w analizie środowiskowej jako bioindykatory:

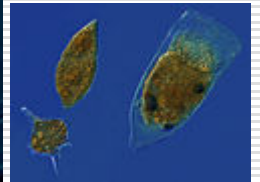
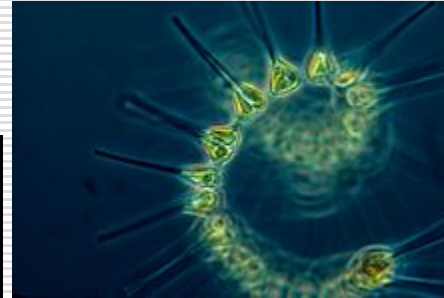
- plankton,
 - bentos,
 - bakterie,
 - organizmy prymitywne, np. mchy, porosty,
 - ryby,
 - rośliny.
-

Plankton:

swobodnie pływające w zbiornikach wodnych drobne organizmy roślinne i zwierzęce.

- ✓ Stanowi biologiczny składnik wody w rzekach, stawach, jeziorach.
 - ✓ Służy do oceny stanu ekosystemu wodnego (reaguje na zmiany w środowisku).
-

Plankton:



Plankton:

krytyczne parametry przy próbkowaniu:
czas, miejsce, sposób (technika) i ilość pobranego materiału.

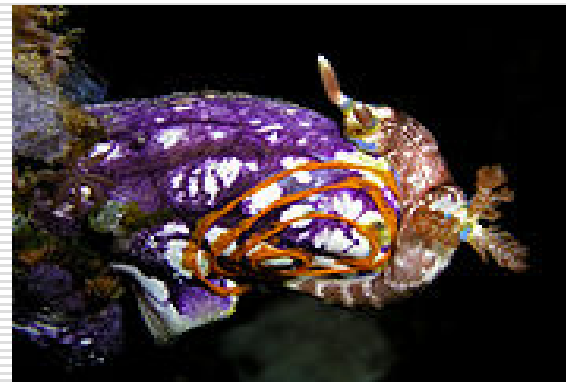
- ✓ Stabilizacja i przechowywanie próbek:
pH < 2, około 4°C, minimalna ekspozycja na światło.
 - ✓ Stabilizacja chemiczna (przykłady):
 - 70% etanol
 - 5% buforowany roztwór formaliny (zooplankton).
-

Bentos (gr. *benthos* - głębina):

organizmy zamieszkujące dno zbiornika wodnego.

- ✓ Skład bentosu: rośliny, zwierzęta, pierwotniaki oraz bakterie - skład zależy od rodzaju zbiornika (płytki staw, ocean).
 - ✓ Organizmy tworzące bentos są czułe na zanieczyszczenie środowiska i jego zmiany.
-

Bentos (gr. *benthos* - głąbina):



Bentos:

próbkiwanie zwykle dwuetapowe:

- zbieranie osadu wraz bentosem,
- oddzielanie bentosu od osadu.

- ✓ Próbką musi mieć odpowiednie rozmiary.
 - ✓ Konserwacja: 10% roztwór formaliny lub 70% etanol.
-

Bakterie:

zbiera się je głównie w środowisku wodnym do wysterylizowanych butli szklanych.

Służą do oceny mikrobiologicznej danego ekosystemu wodnego oraz przydatności wody do celów spożywczych.

- ✓ Przechowywanie - w ciemni.
 - ✓ Analiza po 1h lub po 24h.
-

Ryby:

poddawane analizie ponieważ są:

1. bioindykatorami czułymi na zmiany środowiska,
2. żywnością.

Próbkowanie:

- ✓ z uwzględnieniem regulacji prawnych (licencje),
 - ✓ biorąc pod uwagę cykle życiowe oraz drogi migracji (połów tylko w pewnych okresach),
 - ✓ równoczesny pobór próbek ryb i wody.
-

Ryby:

- ✓ konserwacja:
 - mrożenie,
 - chemiczna – przechowywanie w 10% roztworze formaliny.

- ✓ analiza:
 - pierwiastkowa, włączając specjację (Hg, As),
 - substancje organiczne.

!!! Trudności w interpretacji wyników z uwagi na dużą mobilność ryb.

Rośliny:

- ✓ rodzaje próbek:
 - liście, kora i korzenie drzew (rzadko krzewów),
 - trawy,
 - inne rośliny (najczęściej spożywcze).

 - ✓ krytyczne parametry próbkowania:
 - czas (pora roku),
 - sposób - zgodnie z obowiązującymi procedurami.
-

Skala porostowa:



Rośliny:

przykład procedury poboru roślin dla potrzeb dokarmiania dolistnego

opracowany w Krajowej Stacji Chemiczno-Rolniczej w Warszawie

Próbki pobiera się z miejsc charakterystycznych dla łanu rośliny uprawnej - 20-30 próbek pojedynczych z przekątnej pola lub idąc zygzakiem.

Tworzy się próbę średnią wielkości około 0,3 kg.

Próbkę zapakowaną w worek foliowy z etykietą zawierającą imię i nazwisko, miejscowość oraz szkic pola dostarcza się do SCHR w celu oznaczenia składu chemicznego.

Rośliny – pobieranie próbek:

- zboża - próbki roślin pobiera się, gdy 60-80% roślin posiada pierwsze kolanko na wysokości 2 cm nad ziemią (wysokość roślin 10-18 cm); rośliny ścina się 1 cm nad ziemią i tworzy próbę średnią,
- burak cukrowy - 50-60 dni po wschodach pobiera się ze środkowej części rozety liście wraz z ogonkami (nie najstarsze i nie najmłodsze),
- ziemniak - liście wierzchołkowe przed zwarciem rzędów,
- rzepak - rozwinięte liście na początku wegetacji lub w fazie zielonego (zwartego) pąka,
- kukurydza - rozwinięte liście przy wysokości roślin 40-60 cm,
- trawy - całe rośliny, początek wegetacji, w fazie kwitnienia,
- chmiel - w pełni rozwinięte liście w połowie sezonu,
- tytoń - najwyższe, w pełni rozwinięte liście, przed kwitnieniem lub w połowie sezonu,
- warzywa - w pełni rozwinięte liście.

Rośliny:

etapy wstępnego przygotowania próbek do analizy:

1. mycie (różne procedury),
 2. suszenie,
 3. homogenizacja,
 4. opcjonalnie: separacja części,
 5. analiza sitowa.
-

Skład chemiczny liści:

1. substancje nieorganiczne
(różne sole mineralne; kompleksy) – najczęściej oznaczamy pierwiastki,
 2. substancje organiczne typu:
związki garbnikowe, olejki eteryczne, alkaloidy (teina), związki białkowe i aminokwasy, pigmenty, skrobia, węglowodany (cukry proste i złożone), witaminy, pektyny.
-

Rośliny:

- ✓ rodzaje przeprowadzanych analiz:
 1. elementarna,
 2. pierwiastkowa typu metale śladowe – najczęściej,
 3. azotany, szczawiany.

 - ✓ metody analizy:
 1. spektroskopia atomowa,
 2. IR, NMR, spektrofotometria,
 3. chromatografia.

 - ✓ metody przygotowania próbek do pomiaru:
 1. mineralizacja,
 2. ekstrakcja.
-

Próbki stałe:

- osady denne i ściekowe,
 - gleba,
 - komposty,
 - ściółka leśna,
 - materiał roślinny,
 - pyły i aerozole,
 - odpady komunalne i przemysłowe (w tym odpady niebezpieczne i popioły),
 - materiał biologiczny,
 - żywność.
-

Próbki stałe:

zależność masy próbki ogólnej
od wielkości partii produktu

| Próbki ciekłe, półciekłe i maziste | | Próbki sypkie i w kawałkach | |
|---------------------------------------|---------------------|--------------------------------|---------------------|
| Wielkość partii: | Wielkość próbki: | Wielkość partii: | Wielkość próbki: |
| < 8 t | 1 % całej partii | < 4 t | 5 % całej partii |
| 8 - 60 t | 80 kg | 4 - 50 t | 200 kg |
| 61 - 300 t | 120 kg | 51 - 200 t | 400 kg |
| 301 - 500 t | 180 kg | 201 - 300 t | 600 kg |

Próbki stałe:

zależność wielkości próbki pierwotnej
od wielkości ziarna

| Wielkość ziaren lub kawałków [nm] | do 1 | 1-10 | 11-50 | >50 |
|--------------------------------------|------|------|-------|------|
| Pierwotna próbka minimum [g] | 100 | 200 | 1000 | 2500 |

Operacje i procesy stosowane podczas przygotowania próbek stałych do analizy:

1. konserwacja,
 2. przechowywanie próbek
(zamrażanie, przechowywanie bez dostępu światła),
 3. usuwanie zanieczyszczeń powierzchniowych
(mycie w wodzie destylowanej, roztworach kwaśnych, roztworach czynników kompleksujących),
 4. suszenie (w temperaturze pokojowej i w podwyższonej temperaturze – suszarki),
 5. rozdrabnianie
(kruszenie i mielenie w moździerzu lub młynku/młynie),
 6. homogenizacja (ćwiartowanie),
-

Operacje i procesy stosowane podczas przygotowania próbek stałych do analizy:

7. przygotowanie próbki o odpowiedniej granulacji (analiza sitowa),
8. liofilizacja,
9. rozkład próbki (roztwarzanie w stężonych kwasach, roztwarzanie w wodorotlenkach metali, roztwarzanie w czynnikach kompleksujących, rozkład przez stapianie, spopielanie, mineralizacja z wykorzystaniem energii mikrofalowej i promieniowanie UV),
10. uzyskanie suchej pozostałości,
11. izolacja i wzbogacanie analitów (ekstrakcja za pomocą strumienia gazu, ekstrakcja rozpuszczalnikiem, w tym ekstrakcje sekwencyjna, saponifikacja, destylacja),

Operacje i procesy stosowane podczas przygotowania próbek stałych do analizy:

7. derywatywacja (estryfikacja, wytwarzanie wodorków, ...),
 8. rozdzielanie faz (odwirowywanie),
 9. wzbogacanie ekstraktu (odparowanie nadmiaru rozpuszczalnika),
 10. osuszanie ekstraktu (przepuszczanie ekstraktu przez kolumnę ze środkiem suszącym lub dodawanie środka suszącego do ekstraktu),
 11. oczyszczanie ekstraktu,
 12. kalibracja.
-

Charakterystyczne grupy analitów:

1. metale,
 2. składniki biogazu,
 3. związki organiczne,
 4. lotne związki organiczne (*VOC*),
 5. dioksyne,
 6. polichlorowane bifenyle (*PCB*),
 7. wielopierścieniowe związki aromatyczne (*WWA*),
 8. związki ropopochodne,
 9. pestycydy,
 10. związki metaloorganiczne, ...
-