

# **Problemy oznaczania pierwiastków w osadach i glebie**

**Marcin Niemiec, Jacek Antonkiewicz,  
Małgorzata Koncewicz-Baran,  
Jerzy Wieczorek**

Uniwersytet Rolniczy w Krakowie  
Katedra Chemii Rolnej i Środowiskowej

# Gleba i Osady denne definicje

- Gleba - biologicznie czynna zewnętrzna powłoka litosfery, składająca się z cząsteczek minerałów, stanowiących produkt wietrzenia skał, oraz rozkładającej się materii organicznej powietrza i wody.
- Osady denne materia zalegająca na dnie zbiorników wodnych, która powstała w wyniku sedymentacji sestonu lub została nagromadzona w wyniku przemieszczania się i rozfrakcjonowania osadów powstałych wcześniej.

## **Cel oznaczania pierwiastków w glebie**

- 1. Ocena zasobności gleby w składniki pokarmowe roślin**
- 2. Ocena jakości gleby z punktu widzenia możliwości produkcji bezpiecznych produktów roślinnych.**
- 3. Monitoring środowiska (ocena poziomu antropopresji w ujęciu jakościowym i ilościowym)**
- 4. Ewaluacja działań związanych z rekultywacją**

# Różnorodność gleb



# Cel oznaczania pierwiastków w osadach dennych

1. Monitoring środowiska
  - a) monitoring zbiornika wodnego
  - b) monitoring zlewni
2. Ocena możliwości wykorzystania zbiornika do organizacji akwakultury
3. Ocena możliwości wykorzystania osadów po ich bagrowaniu.
4. Badania monitoringowe w ujęciu historycznym

## **Problem I** Pobór próbki w kontekście realizacji celu prowadzenia analizy

### Gleba

- Możliwość dużej zmienności rodzaju gleb na małej powierzchni (reprezentatywność)
- Możliwość dużej zmienności głębokości profilu glebowego

## **Problem I** Pobór próbki w kontekście realizacji celu prowadzenia analizy

### Osady denne

1. Możliwość dużej zmienności właściwości osadów w poszczególnych częściach zbiornika (rzeki, jeziora, zbiorniki zaporowe, stawy, zbiorniki antropogeniczne....)
2. Możliwość przemieszczania się dużej zmienności

## Normy pobieranie próbek gleby

- PN-R-04031:1997 „Analiza chemiczno-rolnicza gleby. Pobieranie próbek”
- PN-R-04032: 1998 „Gleby i utwory mineralne. Pobieranie próbek i oznaczanie składu granulometrycznego”
- ISO 10381-1:2002 „Soil quality. Sampling – Guidance on the design of sampling programmes”
- ISO 10381-2:2002 „Soil quality. Sampling – Part 2: Guidance on the design of sampling techniques”.



## Przygotowanie próbki do analizy

- Porcję laboratoryjną przygotowuje się z niektórych frakcji próbki laboratoryjnej.

(W przypadku gleby do oznaczeń rolniczych frakcje poniżej 2 mm)

W przypadku osadów dennych 1 mm

## Przygotowanie porcji analitycznej gleby

Sposób przygotowania i przechowywania próbek do oznaczania zawartości metali ciężkich i innych zanieczyszczeń nieorganicznych powinien być zgodny z normą **PN-ISO 11464:1999 „Jakość gleby. Wstępne przygotowanie próbek do badań fizykochemicznych”**. Próbkę gleby przeznaczoną do wykonania oznaczeń zawartości metali śladowych i podstawowych właściwości gleb należy wysuszyć na powietrzu lub w suszarce w temperaturze 40 °C, rozetrzeć w moździerzu agatowym, a następnie przesiać przez sito o średnicy 2 mm i zhomogenizować

# Przygotowanie porcji analitycznej osadu dennego

- Jakość wody -- Pobieranie próbek - Część 15: Wytyczne dotyczące utrwalania i postępowania z próbkami osadów ściekowych i osadów dennych (ISO 5667-15:2009)

## Strategia mineralizacji i roztwarzania

1. W systemie otwartym na sucho Mineralizacja w piecu mufowym oraz roztwarzanie w mieszaninie kwasów azotowego(V) i Chlorowego(VII)
2. w systemie zamkniętym na mokro Mineralizacja w wodzie królewskiej.
3. W systemie otwartym na mokro
4. **Ekstrakcja pierwiastków z gleby lub osadów dennych w kontekście potrzeb**

# Roztwarzanie próbki

1. Ilość roztworu w stosunku do wielkości naważki
2. Rodzaj użytego roztworu do roztwarzania próbki gleby oraz osadów dennych

**Względna czułość analitu maleje wraz ze wzrastającym stężeniem użytego kwasu i jednocześnie maleje według następującego porządku  $\text{H}_3\text{PO}_4 < \text{H}_2\text{SO}_4 < \text{HClO}_4 < \text{HNO}_3 < \text{HCl}$ .**

# Roztwory używane do ekstrakcji

- **1. Próba oceny zawartości przyswajalnych form pierwiastków w glebie.**
- Kwas wersenowy ( $C_{10}H_{16}N_2O_8$ ), chlorek wapnia ( $CaCl_2$ ), azotan amonu ( $NH_4NO_3$ ) Kwas octowy ( $CH_3COOH$ ), woda ( $H_2O$ ), azotan potasu ( $KNO_3$ ), Pirofosforan sodu ( $Na_4P_2O_7$ ), mleczan wapnia ( $C_6H_{10}CaO_6$ )
- **Próba oceny zawartości przyswajalnych form pierwiastków w osadach.**

# Problemy na etapie oznaczania próbek gleb i osadów dennych

1. Ze względu na różnorodność matrycy w próbkach gleby i osadów istnieje ryzyko niecałkowitej mineralizacji próbki (niedostateczne rozłożenie matrycy) Wskaźnik (residual carbon content– RCC)

Brak możliwości zdefiniowania matrycy (duże różnice zawartości węgla organicznego żelaza, wapnia, glinu)

# Kilka przykładów interferencji

- Wapń obniża temperaturę plazmy i zaburza równowagę termodynamiczną czego konsekwencją jest obniżenie intensywności sygnału analitu. **Wpływ liniowy ale niekoniecznie**
- Węgiel organiczny - wzmacnianie sygnału analitycznego
- Sód – wysolenie wtryskiwacza
- Trudności w oznaczaniu pierwiastków z I grupy układu okresowego



# Kilka przykładów interferencji

- Żelazo – wzmacnianie lub osłabianie sygnału analitycznego innych pierwiastków
- Glin, stront - wzmacnianie lub osłabianie sygnału analitycznego innych pierwiastków

- **Dziękuję za uwagę**