STANOVENÍ OBSAHU C_{OX}, C_{TOT}, N_{TOT} A GLOMALINU METODOU NIRS

1 Rozsah a účel

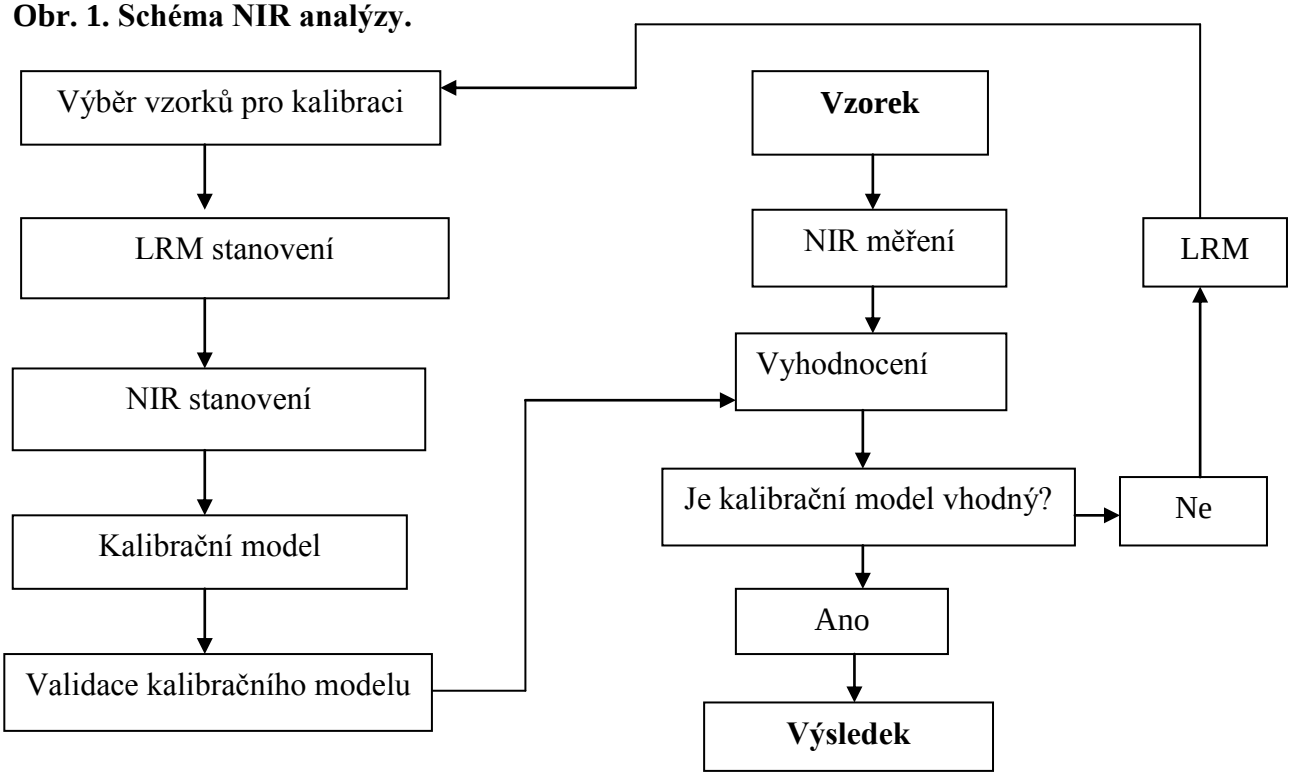
Metoda je určená pro stanovení oxidovatelného uhlíku (C_{OX}), celkového obsahu uhlíku a dusíku (C_{TOT} a N_{TOT}) a glomalinu ve vzorcích půd v organickém a minerálním horizontu.

2 Princip

Vzorky půd se měří metodou NIR spektroskopie v blízké infračervené spektrální oblasti (4 000 – 10 000) cm^{-1}, tj. (1 000 – 2500) nm s reflektanční detekcí. Vyhodnocení stanovených parametrů se provádí matematickými statistickými postupy z kalibračního modelu. Kalibrační model pro určitý parametr vyjadřuje míru korelace mezi výsledky získanými NIR metodou a laboratorní referenční metodou (LRM).

Měření probíhá v pevném vzorku, který se před měřením předupraví sušením při laboratorní teplotě, mletím a důkladnou homogenizací. Schéma NIR analýzy je znázorněno na obrázku 1.

Obr. 1. Schéma NIR analýzy.



Schválil: RNDr. Jiří Zbíral, PhD., ředitel NRL
Platné od: 16.1.2015

3 Přístroje a pomůcky

1 Spektrometr měřící v blízké infračervené spektrální oblasti NIR (FT-NIR).

2 Křemenná měřicí kyveta o vhodném průměru.

3 Laboratorní mlýn na zeminy (např. Fritsch Pulverisette 8 nebo obdobný).

4 Příprava vzorků

Metoda NIR spektroskopie nevyžaduje speciální přípravu vzorků, ale musejí být dodrženy určité přesné postupy pro sušení, mletí a homogenizaci vzorků. Způsob úpravy reálných vzorků musí být totožný s postupy, které byly použity při tvorbě kalibračních modelů.

Vzorky půd se suší při laboratorní teplotě.

Vzorky půd se deaglomerují na laboratorním mlýnku pro zeminy s výstupní velikostí částic 2 mm.

Upravené vzorky se před vlastním měřením důkladné promíchají, aby bylo dosaženo maximální homogenity vzorků.

5 Pracovní postup

Z dostatečně rozsáhlého souboru měřených vzorků se vytvoří kalibrační rovnice (model), který kvantifikuje vztah mezi informací NIR absorpce a hodnotou stanovenou laboratorní referenční metodou. Pro vytvoření vhodného NIR kalibračního modelu je potřeba měření nejméně 60 vzorků.
Vyhodnocování výsledků neznámých vzorků pro danou matrici a parametr se provádí softwarově s použitím matematických a statistických postupů aplikovaných na vytvořené příslušné kalibrační modely.
K vyhodnocování získaných spektrálních dat se používá vhodný vyhodnocovací software. Naměřená NIR spektra jsou v tomto programu uložena a následně je možné k jednotlivým vzorkům přiřadit laboratorní referenční hodnoty.

Kalibrace

Kalibrace jsou zpracovány vhodnou regresní metodou, např. PLS. Dále jsou používány různé matematické úpravy snímaných spekter, jako např. derivace, korekce rozptylu záření SNV a výběr vhodných vlnových délek tak, aby byly získány co nejkvalitnější regresní charakteristiky kalibračního modelu.

Validace a ověření kalibračního modelu

Ke kontrole kalibračního modelu a ověření predikční schopnosti daného modelu se používá metoda příčné validace (cross validation), která poskytuje optimální počet latentních proměnných (hlavních komponent).

Predikční schopnosti vytvořených kalibračních modelů se ověří porovnáním laboratorní referenční metody a NIR metody na testovaných vzorcích, které nejsou zahrnuty do vývoje kalibračního modelu. Predikci neznámých vzorků, které nejsou součástí kalibračního modelu, je nutné provádět v souladu s validačními parametry stanovenými pro danou metodu.

Měření vzorků na NIR spektrometru

Před měřením vzorků se přístroj nastaví podle doporučení výrobce. NIR spektra upravených vzorků se snímají v křemenných kyvetách o průměru např. (2 – 5) cm.
Upravený a dokonale promíchaný vzorek se rovnoměrně nadávkuje do měřicí kyvety v takovém množství, aby bylo možné kyvetu uzavřít. Vzorek se musí nadávkovat tak, aby pokrýval celou plochu kyvety a aby se neobjevovaly vzduchové mezery mezi částmi vzorku, které by mohly negativně ovlivnit správnost měření. Takto nadávkovaný vzorek se umístí do měřicí části přístroje a nasnímá se jeho NIR spektrum.
Všechna NIR měření se provádějí v režimu reflektance. Každý vzorek se měří dvakrát (ve dvou kyvetách).
Výsledky stanovení se uvádějí v % nebo mg/g.

Poznámky

1 *Neznámé vzorky se měří nejméně ve 2 paralelních stanoveních. Pokud hodnota paralelního stanovení překročí opakovatelnost metody NIR spektroskopie uvedenou v tabulce 1, je nutné měření opakovat.*

6 Opakovatelnost

Tabulka 1. Opakovatelnost měření.

Půda – minerální horizont		**Půda – organický horizont**	
Parametr	**Opakovatelnost**	**Parametr**	**Opakovatelnost**
C_{OX}	1,00 (%)	C_{OX}	4,20 (%)
C_{TOT}	1,10 (%)	C_{TOT}	4,50 (%)
N_{TOT}	0,10 (%)	N_{TOT}	0,20 (%)
Glomalin	0,80 (mg/g)	Glomalin	5,50 (mg/g)

Legenda: % – koncentrace sledovaného parametru v abs. %.

7 Literatura

1 ČSN EN ISO 17184 Kvalita půdy – Stanovení uhlíku a dusíku blízkou infračervenou spektrometrií (NIRS), ÚNMZ, 2014.