



ÚSTŘEDNÍ KONTROLNÍ A ZKUŠEBNÍ ÚSTAV ZEMĚDĚLSKÝ

Národní referenční laboratoř

Analytické možnosti pro monitoring půd Jiří Zbíral



Mezinárodní konference
25 let monitoringu půd v České republice
Brno, 1.-2.2. 2017

Základní požadavky

Porovnatelnost

- Odběr vzorků a jejich úprava před analýzou
- Extrakce, mineralizace
- Měření
- Vyhodnocení (nejistoty)

Minimalizace metodických odchylek

- Vždy pečlivé ověření – validace s ohledem na původní metodu
- Porovnání na archivních vzorcích (u stabilních parametrů)
- Cílem není dosažení nejlepší možné analytické metody, ale metody porovnatelné

Důvody změn

Technický pokrok

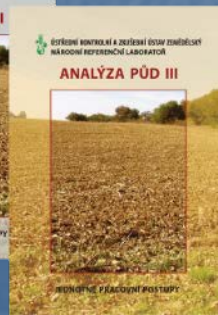
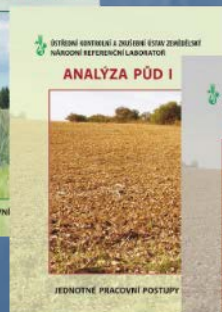
- Využití nových principů (ICP-MS)
- Širší využití známých principů – spektrální analýza - ICP-OES
- Snížení mezí stanovitelnosti – možnosti stanovení dalších parametrů



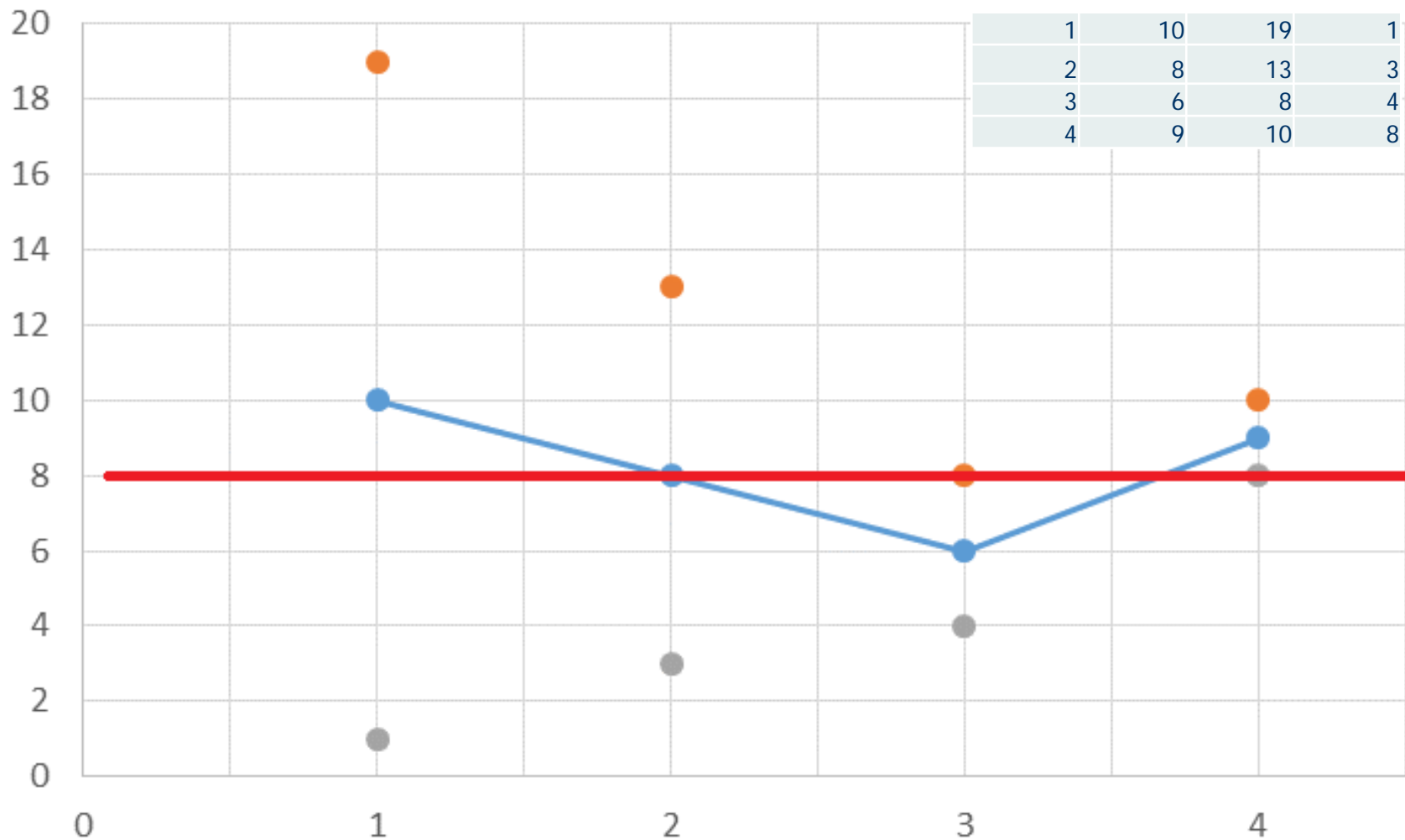
Důvody změn

Změny legislativy, norem, požadavků

- Stanovení dalších parametrů (rezidua pesticidů, mykotoxiny...)
- Speciace (Cr VI apod.)
- Akreditovatelnost (dostupnost MPZ, možnost validace)



Rozdíly a trendy



Je nutné znát

Jaká byla nejistota stanovení (jak byla určena)?

- Změny meze stanovitelnosti (LOQ)
- Změny postupu stanovení nejistoty

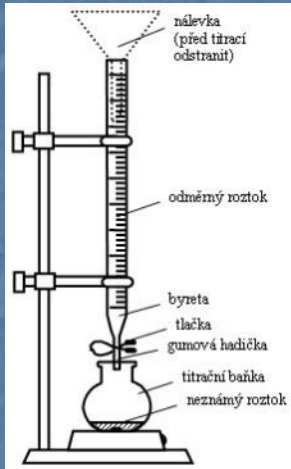
Jaká je nejistota (variabilita) vlastního odběru ?

- Stanoveno pro daný parametr alespoň na vybraných plochách

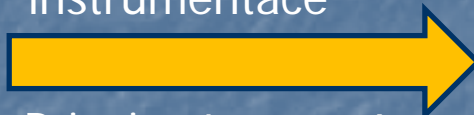
K jakým metodickým změnám došlo ?

- Pouze změna přístroje (princip zachován)
- Nový princip stanovení

Příklad – stanovení oxidovatelného uhlíku



Pouze změna instrumentace



Princip stanovení – titrace - zachován



Změna pouze v komfortu stanovení, omezení subjektivní chyby, export výsledků atd.

INTERNATIONAL STANDARD 17184

ISO 17184

17184

17184

Soil quality — Determination of carbon and nitrogen by near-infrared spectrometry (NIRS)

Soil quality — Determination of carbon and nitrogen by near-infrared spectrometry (NIRS)

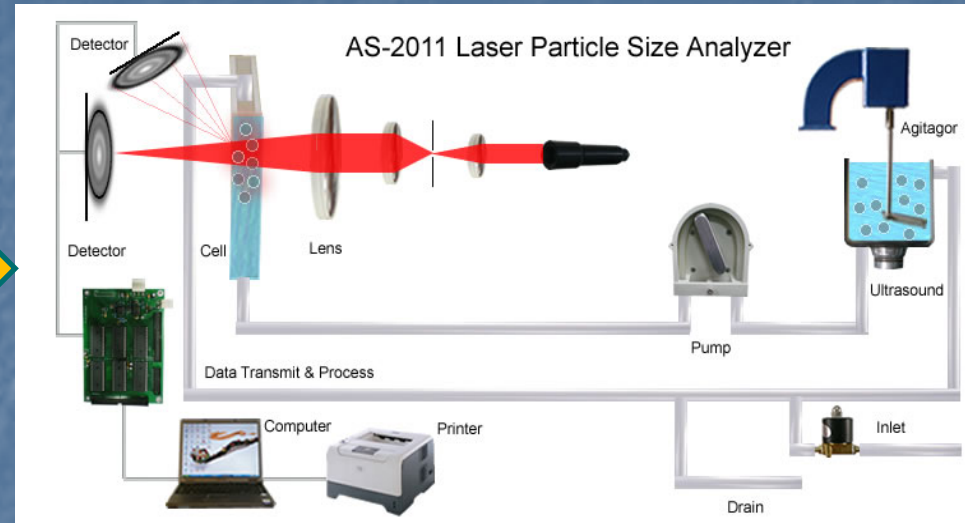
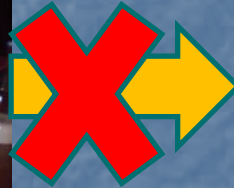
NIRS

Významná metodická změna – odlišný princip stanovení, odlišné požadavky na úpravu vzorků apod.

Pouze změna instrumentace



Příklad – stanovení zrnitostního složení půd



Při změně principu stanovení jsou výsledky zcela odlišné. Pro zajištění kontinuity je nutné zachovat princip (nicméně je možné postup poloautomatizovat)

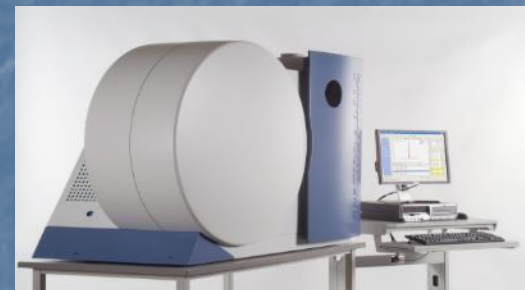
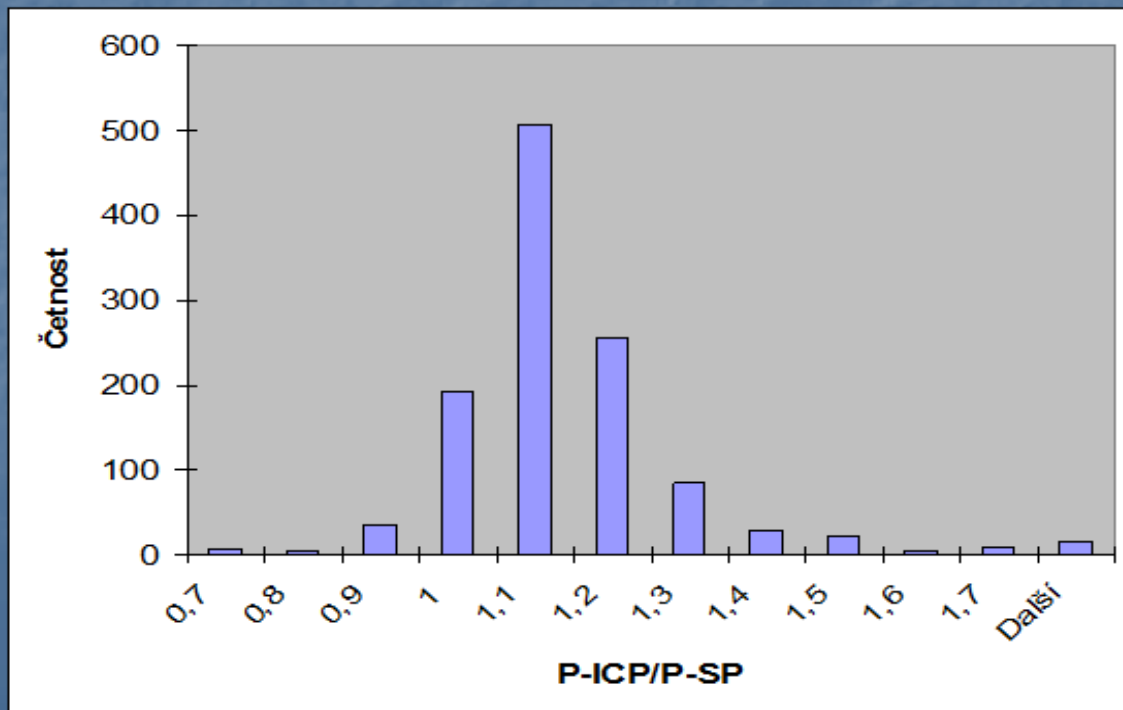
SP2000 Clay fraction analyzer

Příklad – stanovení fosforu v extraktu M3

UV-VIS spektrofotometrie – stanovení na základě molybdenové modři – stanoví pouze obsah extrahovaných fosforečnanů



ICP-OES – stanoví **celkový obsah** extrahovaného fosforu



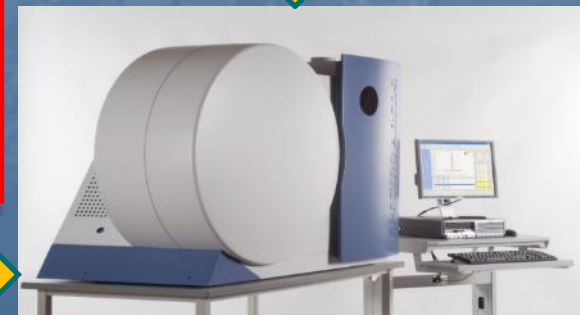
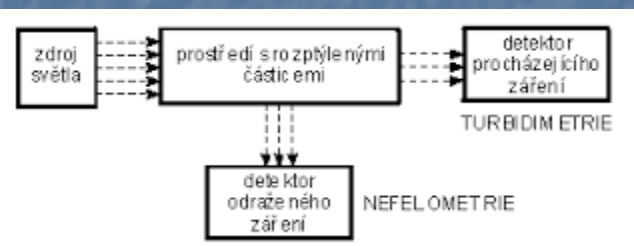
Příklad – stanovení síry

Vodný extrakt půd – stanovení síranů turbidimetricky – stanovení síranů CZE nebo IC

Vodný extrakt půd – stanovení celkové extrahované síry ICP-OES

Extrakt podle Mehlicha 3 – stanovení celkové extrahované síry v M3

Vodný extrakt



Mehlich 3



Příklad – extrakce lučavkou královskou

Extrakce pod zpětným chladičem
Stávající norma



Extrakce za zvýšené teploty a tlaku (mikrovlnná extrakce)
Připravovaná norma



Rovnoměrná teplota, vliv navážky,
přesná definice parametrů extrakce

Další využití monitoringu

- Ověření nových extrakčních postupů (0,43 M HNO₃)
- Ověření nových metod stanovení (TK a ME v extrakčním činidle Mehlich 3)
- Soubor reprezentuje půdy ČR
- Použitelné pro MPZ

Bulletin NRL

Jednotné pracovní postupy ÚKZÚZ

<http://eagri.cz/public/web/ukzuz/portal/laboratore/dokumenty-a-publikace/>

