

Laboratorijske procedure od zaprimanja uzoraka do gotovog rezultata

Od trenutka zaprimanja uzoraka tla i/ili biljnog materijala pa sve do konačnog rezultata, potrebno je provesti niz mjera i postupaka koji su propisani određenom metodikom. Svaki uzorak zaprimljen u analitičkom laboratoriju mora proći određenu proceduru pripreme (uvođenje, čišćenje, sušenje, usitnjavanje, homogeniziranje, skladištenje) kako bi se mogla provesti određena analitička metoda u svrhu dobivanja traženih podataka o uzorku. Samo kvalitetna i pravilna priprema uzorka može u konačnici dati točan rezultat.

U analitičkom laboratoriju, nakon zaprimanja uzoraka, provodi se niz različitih vrsta analiza i mjerenja u svrhu dobivanja različitih podataka koji se dalje po potrebi obrađuju. Uobičajeni postupci koji se obavljaju u analitičkom laboratoriju započinju zaprimanjem pravilno uzetih uzoraka tla i/ili biljnog materijala. Svaki uzorak koji je zaprimljen u laboratorij mora se uvesti u bazu uzoraka ("knjiga uzoraka") pod jedinstvenim brojem pod kojim će se voditi tijekom cijelog analitičkog postupka. Baza uzoraka mora sadržavati minimalan set podataka o vrsti uzorka, dubini uzimanja uzorka (ako je riječ o tlu), lokaciji, datumu uzimanja uzorka i vrstama analiza koje je potrebno napraviti u tom uzorku i tek onda može ići na daljnju obradu.

Nakon evidentiranja uzorka u bazi, započinje se sa procesom pripreme uzorka. Proces pripreme uzorka ovisi o tome analizira li se tlo ili biljni materijal. Priprema tla za analizu sastoji se od: čišćenja od primjesa koje su pomiješane sa uzorkom (kamenje, korijenje, zaostali biljni materijali...), sušenja i usitnjavanja/meljave uzorka. Sušenje uzorka obavlja se u specijaliziranim sušionicima s ventilacijom na temperaturi do 50°C oko 24 sata. Uzorak tla također možemo sušiti i na zraku (temperaturi prostorije) ali tada će proces sušenja potrajati duže. Nakon sušenja svaki uzorak ide na meljavu/usitnjavanje u specijaliziranim mlinovima za tlo. Samljeveno tlo se zatim prosijava kroz sita različitih veličina otvora (primjerice promjeri sita 2, 4, 6 mm) i odlaže se u kutije sa pripadajućim brojem uzorka.

Priprema uzorka biljnog materijala sastoji se od čišćenja uzorka od vidljivih nečistoća, sušenja biljnog materijala u sušionicima gdje temperatura sušenja ovisi o vrsti analize koju je potrebno napraviti (različite su temperature sušenja za npr. određivanje elementarnog sastava ili za određivanje enzimske aktivnosti). Nakon što je uzorak potpuno suh, obavlja se usitnjavanje istoga u specijalnim mlinovima. Nakon usitnjavanja uzorak se skladišti ili se direktno prosljeđuje na daljnju analizu.

Ovako pripremljeni uzorci tla i/ili biljnog materijala odlaze u analitički laboratorij na daljnju obradu (analitički dio).

Primjeri kemijskih analiza u uzorcima tla

U uzorcima tla se za potrebe determiniranja kemijskih svojstava tla obavljaju slijedeće analize:

- određivanje pH vrijednosti tla: elektrokemijskim postupkom prema ISO10390 standardu u 1:5 otopini tla u deioniziranoj vodi ($\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}}$) i 1M KCl-u (pH_{KCl}). Mjerenje se vrši na pH metru koji je prethodno kalibriran odgovarajućim puferima- pH4, pH7 i pH9
- određivanje hidrolitičke kiselosti tla titracijskom metodom: ova analiza se radi ukoliko je pH izmjeren u $\text{H}_2\text{O} < 6.5$ i u KCl-u < 5.5

- određivanje sadržaja karbonata u tlu volumetrijskom metodom prema ISO 10693 standardu: ovu analizu radimo onda kada je pH izmjeren u H₂O > 6.5 i u KCl-u >5.5
- određivanje električnog konduktiviteta tla (EC): elektrokemijskim postupkom prema ISO 11265 standardu
- određivanje oksido-redukcijskog potencijala (Eh): elektrokemijskim postupkom prema ISO 11271 standardu
- određivanje organskog ugljika tla (SOC): analiza se radi mokrim spaljivanjem organske tvari (sulfokloridna oksidacija) prema ISO 14235 standardu
- određivanje sadržaja raspoloživog fosfora i kalija AL metodom koja se temelji na ekstrakciji fosfora i kalija (AL-P₂O₅ i AL-K₂O) iz tla pufernom otopinom amonijevog laktata
- određivanje koncentracije mikroelemenata u tlu ekstrakcijskom metodom primjene etilen-diamin-tetra octene kiseline (EDTA)
- određivanje kationsko izmjenjivačkog kapaciteta tla (KIK)

Primjeri fizikalnih analiza u uzorcima tla

U uzorcima tla se za potrebe utvrđivanja fizikalnih svojstava tla obavljaju slijedeće analize:

- određivanje trenutačne vlage tla, retencijskog kapaciteta tla za vodu i volumna gustoća tla: u uzorcima uzetim u fizički neizmijenjenom stanju (Kopecky cilindri)
- određivanje fizikalno-mehaničko-kemijskih analiza u uzorcima tla uzetim u izmijenjenom stanju prema ISO11464 standardu
- određivanje teksture tla metodom prosijavanja i sedimentacije prema ISO 11277 standardu
- određivanje vlažnosti tla u uzorcima u fizički izmijenjenom stanju prema ISO 11465 i fizički neizmijenjenom stanju prema 11461 standardu
- određivanje gustoće čvrste faze tla prema ISO 11508 standardu
- određivanje volumne gustoće tla prema ISO 11272 standardu

Primjeri analiza u uzorcima biljnog materijala

Kako bi se u uzorcima biljnog materijala utvrdio elementarni sastav potrebno je obaviti mokro spaljivanje (smjesom kiselina) te iz matične otopine daljnjim metodama odrediti potreban elementarni sastav.

- Iz dobivene matične otopine određuje se koncentracija dušika destilacijom po Kjeldahl-u,
- koncentracija fosfora određuje se spektrofotometrijski,
- koncentracija ostalih mikro i makro elemenata određuje se na atomskom apsorpcijskom spektrofotometrijom.

Nakon završetka analize dobiveni gotovi rezultati uzorka tla ili biljnog materijala upisuju se u "knjigu uzoraka" i u bazu podataka. Baze podataka se slažu po grupama uzoraka ovisno o vrstama analiza koje je potrebno napraviti za svaki uzorak.