

## METODY Z ZAKRESU FIZYKI I CHEMII GLEB ZALECANE PRZEZ ISO (i PKN)

*S. Drzymała, A. Mocek*

Katedra Gleboznawstwa, Akademia Rolnicza im. A. Cieszkowskiego

ul. Mazowiecka 42, 60-623 Poznań

e-mail: moceka@owl.au.poznan.pl

**Streszczenie:** W pracy przedstawiono krótki opis 21 metod ISO. Większość metod dotyczy właściwości chemicznych gleb, a kilka właściwości fizycznych. Te metody ISO zostały przetłumaczone na język polski i wprowadzone przez Polski Komitet Normalizacyjny jako oficjalne polskie metody wzorcowe.

**Słowa kluczowe:** metody ISO, chemia gleby, fizyka gleby.

### WSTĘP

Polski Komitet Normalizacyjny (PKN) od kilkunastu lat jest członkiem międzynarodowej organizacji normalizacyjnej – International Standard Organization (ISO). Jako oficjalny członek ISO, PKN bierze udział w tworzeniu nowych norm międzynarodowych na wszystkich etapach ich powstawania. Jednym z głównych zadań PKN w ostatnich latach jest wprowadzanie norm ISO do Polski – poprzez ich ścisłe przetłumaczenie i uznanie jako Polskiej Normy (PN). Tworzone są również nowe polskie normy, zastępujące dawne normy branżowe, które decyzją PKN przestały obowiązywać na początku lat dziewięćdziesiątych.

W ramach szeroko pojętego gleboznawstwa i ochrony środowiska, od kilku lat w PKN istnieją intensywne prace dotyczące transformacji norm międzynarodowych na normy polskie. Zdecydowana ich większość z tego zakresu opracowywana jest w trzech komisjach PKN, a mianowicie: Komisji Nr 192 ds. Fizyki

i terminologii gleby, Komisji Nr 191 ds. Chemii gleby, Komisji Nr 193 ds. Biologii gleby.

Do końca 2000 r. ISO wydało ostatecznie z zakresu nauk gleboznawczych ponad 20 norm a dalszych kilkadziesiąt jest w toku opracowywania (średni okres tworzenia normy trwa około 5 lat).

## METODY Z ZAKRESU FIZYKI GLEBY

### **Oznaczanie zawartości wody w strefie nienasyconej. Metoda sondy neutronowej. ISO 10 573 [1]**

Oznaczanie zawartości wody w glebie sondą neutronową według tej normy odbywa się podobnie, jak przebiega to według dotychczasowych rozwiązań i opracowań. Szczególną rolę przypisano w tej metodzie sposobom kalibracji – głównie w warunkach polowych. O szczególności opisu kalibracji w różnych warunkach świadczyć może fakt, że są one zawarte w czterech załącznikach o łącznej objętości 14 stron.

### **Metoda oznaczania ciśnienia wody w porach gleby – metoda tensjometryczna. ISO 11 276 [2]**

Oznaczanie ciśnienia wody w porach glebowych według tej normy odbywa się podobnie, jak w powszechnie dotąd stosowanych sposobach i warunkach. Na uwypuklenie zasługują procedury sprawdzające poprawność odczytów w tensjometrach – przynajmniej 1 raz w tygodniu oraz odmienny nieco sposób ich instalowania w glebach szkieletowych i pęczniejących-kurczących się. Jako czujniki ciśnienia (poza czujnikami rtęciowymi) opisane są: czujniki wodne, rurka Bourdona i czujniki elektryczne.

### **Oznaczanie gęstości objętościowej gleby suchej. ISO 11 272 [3]**

Metoda oparta jest na powszechnie dotąd stosowanych próbkach o „nienaruszonej strukturze”, w pierścieniach metalowych o objętości 100-400 cm<sup>3</sup>. Wymogi szczególne to:

- ilość powtórzeń z każdej warstwy gleby – minimum 6 (!)
- minimalny okres suszenia w 105°C – 48 h.

Gleby pęczniejące-kurczące się (głównie ility, muły, torfy) zmieniają swoją gęstość objętościową wraz z zawartością wody. Próbkę takich gleb pobiera się

w trzech różnych stanach uwilgotnienia tj. w stanie suchym (punkt trwałego więdnięcia), w stanie wilgotnym (połowa pojemność wodna) i w stanie mokrym (pełne nasycenie wodą).

Dla gleb żwirowych i (lub) słabo kamienistych zalecana jest metoda odkrywkowa. Polega ona na wykopaniu małego dołka, wysuszeniu wydobytego materiału glebowego, zważeniu suchej masy wydobytej gleby oraz określeniu objętości dołka – poprzez pomiar objętości piasku, kulek plastikowych lub innych środków wykorzystywanych do jego wypełnienia.

Gęstość objętościową suchych brył lub dużych agregatów glebowych zaleca się określać poprzez ich impregnację środkiem nieprzepuszczającym wodę a następnie zważenie jej na specjalnej wadze, w powietrzu i we wodzie – z wykorzystaniem prawa Archimedesesa.

### **Oznaczanie składu granulometrycznego w mineralnym materiale glebowym. Metoda sitowa i sedymentacyjna. ISO 12 277 [4]**

Norma ta obejmuje przygotowanie próbek do analizy: przesianie materiału glebowego przez sito o  $\phi$  2 mm, rozkład materii organicznej (perhydrolem), usunięcie (jeżeli to konieczne) soli rozpuszczalnych i gipsu oraz tlenków żelaza i węglanów, dyspersję próbki, przesiewanie na mokro i przeniesienie cząstek glebowych o  $\phi > 0,063$  mm do cylindra pomiarowego. Z metod sedymentacyjnych przedstawiona jest metoda pipetowa (analogicznie jak pipeta Köhna) oraz metoda areometryczna (z zastosowaniem areometru znanego pod nazwą areometru Bouyousa). Z wymogów szczególnych należy podkreślić:

- konieczność usuwania substancji organicznej, również przy metodzie areometrycznej,
- konieczność stosowania dyspersji (z Calgonem) przez mieszanie minimum 16 h (!),
- fakultatywne usuwanie soli, gipsu, węglanów itp. w zależności od EC zawiesiny (czyli konieczności pomiaru przewodności elektrycznej),
- alternatywną procedurę oznaczania składu granulometrycznego w próbkach gleby, które nie należy suszyć – z naturalną wilgotnością.

### **Oznaczanie charakterystyki retencji wodnej – metody laboratoryjne. ISO 12 274 [5]**

Norma ta obejmuje bardzo szczegółowo opisane cztery metody:

1. metodę z zastosowaniem piasku, kaolinu lub ceramicznych płyt, do oznaczenia zawartości wody w zakresie potencjału od 0 do -50 kPa;

2. metodę z zastosowaniem porowatych płyt i zestawu biuret do oznaczania zawartości wody w zakresie potencjału od 0 do -20 kPa;
3. metodę z zastosowaniem płyty ekstrakcyjno-ciśnieniowej do oznaczania zawartości wody w zakresie potencjału od 0 do -1500 kPa;
4. metodę z zastosowaniem membrany ciśnieniowej do oznaczania zawartości wody w zakresie potencjału od 0 do -1500 kPa.

Na szczególne podkreślenie zasługują zalecane okresy nawilżania próbek, wynoszące:

- dla piasku: 1-5 dni,
- dla gliny: 5-10 dni,
- dla łu: 5-14 dni,
- dla torfu: 5-20 dni.

#### METODY Z ZAKRESU CHEMII GLEBY

##### **Oznaczanie wagowej zawartości suchej masy i wody w przeliczeniu na suchą masę – metoda grawimetryczna. ISO 11 465 [6]**

Zasada metody nie odbiega od metod dotychczas stosowanych w Polsce. Suszenie należy przeprowadzić w temperaturze  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Jedynie w przypadku próbek gleby o wysokiej zawartości substancji organicznej (powyżej 10%), suszenie należy przeprowadzać do stałej wagi w temperaturze  $50^{\circ}\text{C}$ . Zastosowanie podciśnienia przyspieszy proces suszenia.

##### **Wstępne przygotowanie próbek do badań fizyczno-chemicznych. ISO 11 464 [7]**

W normie przedstawiono wstępne przygotowanie próbek glebowych, które mają zostać poddane badaniom fizyczno-chemicznym. Opisano pięć typów wstępnego przygotowania próbek: suszenie, kruszenie, przesiewanie, dzielenie i mielenie. Poza wskazaniem właściwych warunków do przeprowadzenia poszczególnych czynności, wskazano także sposoby przygotowania podpróbek (gdz próbka nie może być przygotowana lub wykorzystana całkowicie) oraz aparaturę niezbędną do realizacji poszczególnych etapów przygotowania próbek.

### **Oznaczanie fosforu. Spektrometryczne oznaczanie fosforu rozpuszczalnego w roztworze wodorowęglanu sodu ISO 11 263 [8]**

Do próbki gleby dodaje się  $0,5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  roztworu wodorowęglanu sodu  $\text{NaHCO}_3$  o pH 8,5, w celu zmniejszenia stężenia jonów wapnia, glinu i żelaza (III) przez ich strącenie oraz w celu uwolnienia do roztworu jonów fosforanowych. Zawartość fosforu w klarownym ekstrakcie oznacza się metodą spektrometryczną, opartą na tworzeniu kompleksu antymono-fosforowo-molibdenianowego (w temperaturze pokojowej) lub kompleksu fosforowo-molibdenianowego (w wysokiej temperaturze). W obydwu przypadkach kompleksy są redukowane kwasem askorbinowym, z utworzeniem kompleksu o intensywnym niebieskim zabarwieniu.

### **Oznaczanie efektywnej pojemności wymiennej kationowej i stopnia wysycenia zasadami za pomocą chlorku baru. ISO 11 260 [9]**

Przedstawiona w normie metoda oznaczania efektywnej pojemności wymiennej jest modyfikacją metody zaproponowanej przez Gillmana. Kationowa pojemność jest oznaczana przy aktualnym pH gleby i przy niskiej całkowitej sile jonowej (około  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ). Glebę wysyca się barem, przez trzykrotne potraktowanie jej roztworem chlorku baru o stężeniu  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  i w ekstrakcie oznacza się sód, potas, wapń i magnez.

Następnie, po doprowadzeniu do stanu równowagi z roztworem chlorku baru o stężeniu  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  i odrzuceniu ekstraktu, do gleby dodaje się w znacznym nadmiarze roztwór siarczanu magnezu o stężeniu  $0,02 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ . Cała zawartość baru obecna w roztworze oraz zasorbowana jest strącana w postaci trudno rozpuszczalnego siarczanu baru, a centra jono-wymienne są łatwo zajmowane przez magnez. Nadmiar magnezu oznacza się metodą płomieniowej atomowej spektrometrii absorpcyjnej (FAAS).

Oprócz sodu, potasu, wapnia i magnezu możliwe jest oznaczanie także innych pierwiastków, takich jak żelazo, mangan i glin, w ekstrakcie gleby uzyskanym za pomocą roztworu chlorku baru o stężeniu  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ .

### **Oznaczanie odczynu (pH). ISO 10 390 [10]**

Zawiesinę gleby przygotowuje się dodając jednego z następujących odczynników, w ilości pięciokrotnej jej objętości:

- wody,
- roztworu chlorku potasu o stężeniu  $1 \text{ mol KCl} \cdot \text{dm}^{-3}$  w wodzie,
- roztworu chlorku wapnia o stężeniu  $0,01 \text{ mol CaCl}_2 \cdot \text{dm}^{-3}$  w wodzie.

Odczyn zawiesiny mierzy się za pomocą pehametru.

Stosunek objętościowy (v/v) wybrano w celu dostosowania procedury do wszystkich spotykanych gleb. Wybranie stosunku wagowo-objętościowego (w/v) powodowałoby, w przypadku gleb o małej gęstości, konieczność zmiany odważanej ilości badanej próbki, aby umożliwić przygotowanie zawiesiny. Do celów normy pobieranie wymaganej objętości próbki za pomocą łyżki pomiarowej jest wystarczająco dokładne.

Przygotowaną zawiesinę należy wstrząsać lub mieszać intensywnie przez 5 min., a następnie odczekać co najmniej 2 godz., ale nie dłużej niż 24 godz. W większości gleb równowagę osiąga się w ciągu 2 godz. Dla sprawdzenia czy taka sytuacja zachodzi, pomiar pH powinien być wykonany przynajmniej dwa razy, pomiędzy 2 godz. a 24 godz. od zakończenia wstrząsania lub mieszania.

#### **Oznaczanie zawartości węglanów. Metoda objętościowa. ISO 10 693 [11]**

Do próbki gleby dodaje się kwas chlorowodorowy w celu rozłożenia wszystkich obecnych w niej węglanów. Objętość wydzielonego dwutlenku węgla mierzy się aparatem Scheiblera. Jest ona porównywana z objętością dwutlenku węgla, wydzieloną z czystego węglanu wapnia. Aby uniknąć stosowania poprawek wynikających z różnic temperatury i ciśnienia, wszystkie oznaczenia należy przeprowadzać w tych samych warunkach, najlepiej wykonywać to w pomieszczeniu klimatyzowanym.

Zawartość węglanów wyraża się w przeliczeniu na węglan wapnia ( $\text{CaCO}_3$ ). W rzeczywistości oznacza się wszystkie węglany i wodorowęglany obecne w próbce. Wiele węglanów występuje w formie kalcytu i aragonitu ( $\text{CaCO}_3$ ), dolomitu [ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ], syderytu ( $\text{FeCO}_3$ ) i rodochrozytu ( $\text{MnCO}_3$ ). W glebach z obszarów suchych (aridowych) może być obecna soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ). Jeśli wiadomo, że w składzie badanej gleby dominuje inny rodzaj węglanu niż węglan wapnia, zawartość węglanów może być wyrażona w przeliczeniu na ten rodzaj węglanu. Inne wytwarzane gazy, np. siarkowodór ( $\text{H}_2\text{S}$ ) w próbkach „gleb beztlenowych” - zawierających siarczki, mogą zawyżyć wynik zawartości węglanów. Zaleca się w tych przypadkach, aby wytworzony gaz był oczyszczony, a jego objętość zmierzona inną metodą. Jeśli wiadomo, że w próbkach gleby obecne są siarczki, do roztworu kwasu chlorowodorowego dodaje się chlorku rtęci (II) ( $\text{HgCl}_2$ ), aby utworzyć nierozpuszczalny siarczek rtęci (II) ( $\text{HgS}$ ).

### **Oznaczanie zawartości węgla organicznego i całkowitej zawartości węgla po suchym spaleniu (analiza elementarna). ISO 10 694 [12]**

Węgiel obecny w glebie jest utleniany do dwutlenku węgla ( $\text{CO}_2$ ), w wyniku ogrzewania gleby do temperatury co najmniej  $900^\circ\text{C}$ , w strumieniu gazu zawierającego tlen i wolnego od dwutlenku węgla. Ilość uwalnianego dwutlenku węgla jest oznaczana metodą miareczkową, wagową, konduktometryczną, chromatografii gazowej oraz detekcji w podczerwieni, w zależności od użytego przyrządu. Gdy gleba jest ogrzewana do temperatury co najmniej  $900^\circ\text{C}$ , wszystkie obecne węglany ulegają całkowitemu rozkładowi. Celem oznaczania zawartości węgla organicznego, obecne w próbce węglany są uprzednio usuwane przez działanie na glebę kwasem chlorowodorowym. Alternatywnie, jeśli zawartość węglanu w badanych próbkach jest znaczna, wprowadzane są poprawki na obecność węglanów i wówczas jest obliczana zawartość węgla organicznego.

### **Oznaczanie siarczanów rozpuszczalnych w wodzie i rozpuszczalnych w kwasie. ISO 11 048 [13]**

Powietrznie suche próbki gleby ekstrahuje się;

- rozcieńczonym kwasem chlorowodorowym lub
- wodą, przy stosunku masy gleby do objętości wody wynoszącym 1:2 lub 1:5.

Zawartość siarczanów w tych ekstraktach oznacza się metodą wagową, w której do ekstraktu wodnego lub kwasowego dodaje się chlorku baru. Strącony siarczan baru suszy się i waży. Zawartość siarczanów oblicza się następnie na podstawie masy gleby użytej do analizy i masy strąconego siarczanu baru.

### **Ekstrakcja pierwiastków śladowych rozpuszczalnych w wodzie królewskiej. ISO 11 466 [14]**

Powietrznie suchą próbkę gleby rozтворя się mieszaniną kwasu chlorowodorowego i azotowego (3:1), przez pozostawienie na 16 godz. w temperaturze pokojowej, a potem przez gotowanie pod chłodnicą zwrotną w czasie 2 godz. Następnie ekstrakt klaruje się i uzupełnia kwasem azotowym do żądanej objętości. Tak przygotowany roztwór jest przydatny do oznaczania pierwiastków śladowych, przy zastosowaniu odpowiednich technik spektrometrii atomowej.

Według wyżej wymienionej procedury należy oznaczać pierwiastki śladowe w glebach zawierających mniej niż 20% węgla organicznego. Materiały glebowe zawierające więcej węgla organicznego wymagać będą traktowania dodatkowymi ilościami kwasu azotowego.

Należy wyraźnie podkreślić, co w normie zaznaczono, że woda królewska nie rozpuszcza całkowicie większości gleb, tak więc skuteczność ekstrakcji dla poszczególnych pierwiastków jest różna. Tym samym pierwiastki ekstrahowane wodą królewską nie mogą być określane jako „całkowite”, ale nie mogą być także uważane jako frakcja biodostępna, ponieważ wymieniona metoda ekstrakcji jest zbyt gwałtowna (agresywna), żeby odtwarzać jakikolwiek proces biologiczny.

### **Oznaczanie potencjalnej pojemności wymiennej kationowej i kationów wymiennych przy użyciu zbuforowanego roztworu chlorku baru o pH=8,1. ISO 13 536 [15]**

Metoda oznaczania kationowej pojemności wymiennej (CEC), przedstawiona w niniejszej normie międzynarodowej, jest modyfikacją metody zaproponowanej przez Mehlicha, wprowadzoną przez Bascomba. CEC próbek glebowych jest oznaczana w roztworze chlorku baru, zbuforowanym za pomocą trójetanolaminy do pH = 8,1.

Glebę wysyca się barem, trzykrotnie traktując ją zbuforowanym roztworem chlorku baru. Następnie dodaje się znany nadmiar roztworu siarczanu magnezu (VI) o stężeniu  $0,02 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ . Cała zawartość baru obecna w roztworze oraz bar zaadsorbowany wymiennie jest strącany w postaci trudno rozpuszczalnego siarczanu(VI)baru, wskutek czego centra jono-wymienne są łatwo zajmowane przez magnez. Nadmiar magnezu oznacza się metodą płomieniowej atomowej spektrometrii absorpcyjnej (FAAS) lub metodą atomowej spektrometrii emisyjnej, z plazmową techniką wzbudzenia (ICP-AES).

W ekstrakcie gleby, uzyskanym za pomocą roztworu chlorku baru, można także oznaczać sód, potas, wapń i magnez.

Należy zwrócić uwagę, że żółtawobrazowe zabarwienie ekstraktu chlorku baru wskazuje, iż część materii organicznej uległa rozpuszczeniu. Tym samym oznaczane wartości potencjalnej CEC będą zaniżone. Wartość sumy kationów wymiennych może być większa niż CEC, z powodu rozpuszczania się soli obecnych w glebie. W wyniku wstępnego przemywania gleby wodą usuwa się sole, jednak nie jest to zalecane, ponieważ może zmienić względne relacje kationów w pojemności wymiennej.

### Oznaczanie azotu ogólnego. Zmodyfikowana metoda Kjeldahla. ISO 11 261 [16]

Metoda ta jest oparta na mineralizacji według Kjeldahla, ale zamiast selenu jako katalizatora jest stosowany dwutlenek tytanu ( $\text{TiO}_2$ ). Odczynnik ten jest mniej toksyczny niż selen.

### Oznaczanie kadmu, chromu, kobaltu, miedzi, ołowiu, manganu, niklu i cynku w ekstraktach gleby wodą królewską. ISO 11 047 [17]

Metoda niniejsza oparta jest na pomiarze, za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej, stężenia pierwiastka w ekstrakcie gleby wodą królewską, z próbki przygotowanej zgodnie z normą ISO 11 466, z zastosowaniem warunków analitycznych podanych w tabeli 1.

**Tabela 1.** Ogólne warunki analityczne dla płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej  
**Table 1.** General analytical conditions for flame atomic absorption spectrophotometry

Pierwiastek	Długość fali (nm)	Rodzaj płomienia	Chlorek lantanu (III)	Główne zakłócenie	Poprawka tła
Kadm	228,8	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie	Fe	Lampa deuterowa
Chrom	357,9	Redukujący powietrze/ acetylen lub acetylen/ $\text{N}_2\text{O}$	Tak Nie	Fe, Al Ca, Mg	Lampa halogenowa
Kobalt	240,7	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie		Lampa deuterowa
Miedź	324,8	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie		Lampa deuterowa
Ołów	217,0	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie		Lampa deuterowa
Mangan	279,5	Redukujący powietrze/ acetylen lub acetylen/ $\text{N}_2\text{O}$	Tak Nie	Fe, Si	Lampa deuterowa
Nikiel	232,0	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie	Fe	Lampa deuterowa
Cynk	213,9	Utleniający powietrze/ acetylen	Nie		Lampa deuterowa

**Oznaczanie wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych.****Metoda z zastosowaniem wysokosprawnej chromatografii cieczowej ISO 13 877 [18]**

Glebę ekstrahuje się acetonem bez wysuszenia (metoda A) lub ekstrahuje się toluenem po wysuszeniu (metoda B). Należy zaznaczyć, iż w przypadku stosowania metody B, podczas suszenia gleby na powietrzu mogą wystąpić straty naftalenu.

Analizę ekstraktu przeprowadza się metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC), z zastosowaniem detektorów nadfioletu lub fluorymetrycznego, ze zmiennymi długościami sygnałów detektora (powierzchnia lub wysokość), metodą wzorca zewnętrznego. Wspomnianą metodą można oznaczać 16 związków WWA, zaliczanych przez Amerykańską Agencję Ochrony Środowiska (US EPA) do tzw. zanieczyszczeń priorytetowych.

**Oznaczanie całkowitej zawartości azotu po suchym spalaniu (analiza elementarna). ISO 13 878 [19]**

Zawartość azotu w glebie oznacza się przez ogrzewanie próbki w temperaturze co najmniej 900°C, w obecności gazowego tlenu. Mineralne i organiczne związki azotu ulegają utlenieniu i/lub odparowaniu. Produktami spalania są tlenki azotu ( $\text{NO}_x$ ) i azot cząsteczkowy ( $\text{N}_2$ ). Po przetworzeniu wszystkich form azotu w  $\text{N}_2$ , zawartość azotu ogólnego mierzy się za pomocą detektora przewodnictwa cieplnego.

**Oznaczanie zawartości węgla organicznego przez utlenianie dwuchromianem w środowisku kwasu siarkowego. ISO 14 235 [20]**

Węgiel organiczny zawarty w glebie jest utleniany w temperaturze 135°C mieszaniną roztworu dwuchromianu potasu (w nadmiarze) i kwasu siarkowego (VI). Jony dwuchromianowe, zabarwiające roztwór na kolor pomarańczowoczerwony, ulegają zredukowaniu do jonów  $\text{Cr}^{3+}$ , nadających roztworowi zielone zabarwienie. Intensywność tego zielonego zabarwienia mierzy się spektrofotometrycznie. Przy założeniu, że utlenianie jednego atomu węgla w substancji organicznej uwalnia cztery elektrony, istnieje prosta zależność pomiędzy powstającymi jonami  $\text{Cr}^{3+}$  i ilością węgla organicznego. W metodzie do kalibracji stosuje się glukozę, która jest źródłem łatwo utleniającego się węgla.

### **Oznaczanie azotu azotanowego, amonowego i całkowitego azotu rozpuszczalnego w powietrznie suchych glebach, z zastosowaniem roztworu chlorku wapnia jako ekstraktora. ISO 14 255 [21]**

Metodą zwykłej ekstrakcji powietrznie suchych próbek gleby, z zastosowaniem roztworu chlorku wapnia ( $\text{CaCl}_2$ ) o stężeniu  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ , ekstrahuje się różne rozpuszczalne formy azotu. Stężenia nieorganicznego azotu azotanowego (+ azotynowego) i amonowego mierzy się bezpośrednio w ekstrakcie stosując automatyczne metody spektrometryczne.

W celu oznaczania całkowitego azotu rozpuszczalnego, część ekstraktu poddaje się wstępnie utlenianiu w wyniku czego wytworzony amoniak jest przeprowadzany w azotan. Następnie powstały azotan, łącznie z azotanami (V) i azotynami (III) obecnymi pierwotnie oraz amoniakiem jest oznaczany automatyczną metodą spektrometryczną. Zawartość rozpuszczalnego azotu organicznego oblicza się przez odjęcie zawartości azotu azotanowego (V) + azotynowego (III) i azotu amonowego od całkowitej zawartości azotu rozpuszczalnego.

#### PODSUMOWANIE

Międzynarodowe Normy z zakresu metod gleboznawczych, wykonane przez International Standard Organization, po ich oficjalnym przetransformowaniu i przyjęciu przez Polski Komitet Normalizacyjny, powinny być zaakceptowane i przyjęte jako jedne z głównych metod, rekomendowanych do stosowania przez Polskie Towarzystwo Gleboznawcze.

#### PIŚMIENNICTWO

1. ISO 10 573: Determination of the water content of the unsaturated zone. Neutron depth probe method. 1995.
2. ISO 11 276: Method of determination of pore water pressure – tensiometer method. 1995.
3. ISO 11 272: Determination of dry bulk density. 1998.
4. ISO 12 277: Determination of particle size distribution in mineral soil material – method by sieving and sedimentation. 1998.
5. ISO 12 274: Determination of water characteristic - laboratory method. 1998.
6. ISO 11 465: Determination of the dry matter and water content on a mass basis by a gravimetric method. 1993.
7. ISO 11 464: Pretreatment of samples for physico-chemical analyses. 1994.

8. ISO 11 263: Determination of phosphorus. Spectrometric determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution. 1994.
9. ISO 11 260: Determination of effective cation exchange capacity of base saturation – method using barium chloride solution. 1994.
10. ISO 10 390: Determination of pH. 1994.
11. ISO 10 693: Determination of carbonate content – volumetric method. 1995.
12. ISO 10 694: Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis). 1995.
13. ISO 11 048: Determination of water-soluble and acid-soluble sulfate. 1995.
14. ISO 11 466: Extraction of trace metals soluble in aqua regia. 1995.
15. ISO 13 536: Determination of potential cation exchange capacity and exchangeable cations using barium chloride solution buffered at pH = 8.1. 1995.
16. ISO 11 261: Determination of total nitrogen – modified Kjeldahl method. 1995.
17. ISO 11 047: Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, and zinc in aqua regia extracts of soil. Flame and electrothermal atomic absorption spectrophotometric method. 1998.
18. ISO 13 877: Determination of polynuclear aromatic hydrocarbons (PAH) – high performance liquid chromatographic (HPLC) method. 1998.
19. ISO 13 878: Determination of total nitrogen content after dry combustion (elementary analysis). 1998.
20. ISO 14 235: Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation. 1998.
21. ISO 14 255: Determination of soluble nitrogen fractions. 1998.

METHODS IN SOIL PHYSICS AND SOIL CHEMISTRY  
RECOMMENDED BY ISO (AND POLISH COMMITTEE STANDARDIZATION)

*S. Drzymała, A. Mocek*

Department of Soil Science, A. Cieszkowski Agricultural University

Mazowiecka 42, 60-623 Poznań

e-mail: moceka@owl.au.poznan.pl

Summary: The short description of several ISO-methods are shown in this paper. Most of these methods concern the soil chemical properties, and few the physical characteristics. These ISO methods are translated on polish language and introduced by Polish Committee Standardization (PKN) as official polish standard methods.

Keywords: ISO-methods, soil chemistry, soil physics.