

ZBIGNIEW STROJNY, JACEK S. NOWAK

## **ZASADY METODYKI ANALIZY CHEMICZNEJ PODŁOŻY OGRODNICZYCH PRZYJĘTEJ PRZEZ UNIĘ EUROPEJSKĄ**

*Z Zakładu Uprawy Roślin Szklarniowych  
Instytutu Sadownictwa i Kwiaciarnictwa w Skierniewicach*

**ABSTRACT.** Gradual introduction of new CEN standards yielded the many years effort aiming unification the methods of determining physical and chemical properties of horticultural growing media in European scale. Set of EN norms was published precisely regulating the analytical procedure in order to receive reliable and comparable estimation of qualitative state of growing media and their components used in plant production. In paper the reference method relying on water extraction 1 + 5 was described in details.

**Key words:** growing media, horticultural substrates, analytical methods, standardization

### **Wstęp**

Metody służące do oceny jakości podłoża ogrodnich stosowane dotychczas w różnych krajach są dość zróżnicowane. Dotyczy to szczególnie analiz chemicznych. Służyły one przede wszystkim systemom doradczym pracującym na rzecz producenta roślin. Miały na celu diagnostykę zasobności podłoża w składniki pokarmowe oraz stanu odżywienia roślin i stanowiły podstawę opracowywania programów nawożenia w celu maksymalizacji efektów uprawowych. Te systemy doradcze były stopniowo tworzone i doskonalone przez wiele lat osobno w każdym kraju, wszędzie na bazie określonej metodyki analitycznej. Do niej dostosowywano liczby graniczne, standardy odniesienia, sposób przełożenia stanu aktualnego na dalsze postępowanie w celu optymalizacji stanu odżywienia roślin w ramach danej technologii uprawy.

Zróżnicowanie metod analitycznych stawało się dużą przeszkodą w miarę pogłębiania się międzynarodowych powiązań gospodarczych, a szczególnie powstawania dużych firm produkujących gotowe podłoża sprzedawane następnie do różnych krajów. Coraz większego znaczenia zaczęło nabierać zdefiniowanie wspólnych, uniwersalnych

kryteriów oceny jakości podłoży, wszędzie jednakowo rozumianych niezależnie od miejsca produkcji i wykorzystania podłoży. Potrzebna więc była również wspólna dla wszystkich metodyka analityczna, aby określanie cech jakościowych było jednoznaczne. Są również inne względy przemawiające za potrzebą posługiwania się taką metodyką, np. wymiana informacji naukowych.

### Standaryzacja metod oceny jakości podłoży

Prace nad opracowaniem wspólnej na skalę europejską metodyki trwały bardzo długo; w końcu została ona przyjęta. Uniwersalna metoda analizy chemicznej podłoży ogrodniczych opublikowana została przez Europejski Komitet Standaryzacji CEN (fr. Centre Européenne de Normalisation) we wrześniu 2001 r. w postaci Normy Europejskiej EN 13652 (jej polski odpowiednik to **PN-EN 13652**).

Przyjęcie tej wspólnej metody nie oznacza automatycznego narzucenia jej krajom członkowskim Unii Europejskiej z koniecznością wycofania się z dotychczas stosowanych metod. Dotychczas nie wiadomo, jak to będzie wyglądało w przyszłości, ale prawdopodobnie będzie kilka metod dopuszczonych oficjalnie do stosowania. Holendrzy i Niemcy nie chcą się wycofać ze swoich metodyk. W Holandii jako podstawowa używana jest metoda oparta na wyciągu wodnym w stosunku podłoże:woda = 1:1,5, natomiast w Niemczech do rutynowych analiz w celach diagnostycznych używana jest metoda CAL (z mleczanem wapnia), a do charakterystyki podłoży – metoda CAT ( $\text{CaCl}_2/\text{DTPA}$ ), i generalnie na tę metodę mają się w przyszłości przestawić. W skali europejskiej koordynacją prac nad kryteriami oceny jakości podłoży i metodami tej oceny zajmuje się Grupa Robocza „Torf Ogrodniczy” (HOPE WG) Międzynarodowego Towarzystwa Torfowego (IPS).

Aktualnie w kilku krajach trwają intensywne prace nad wprowadzaniem całych zintegrowanych systemów oceny jakości podłoży i komponentów do ich produkcji. Zależy na tym przede wszystkim dużym producentom podłoży. Wprowadzone zostały znaki jakości, którymi oznaczane są poszczególne podłoża. Uzyskanie takiego znaku, a później prawo do jego umieszczania na produkcie, uwarunkowane jest poddaniem podłoża skrupulatnym badaniom sprawdzającym, czy surowce, proces produkcyjny, produkt końcowy, a także droga surowców do producenta i produktu od producenta do jego użytkownika spełniają określone, znormalizowane kryteria. Ocenie podlegają właściwości fizyczne, biologiczne i chemiczne podłoża. Niezależnie od kontroli zewnętrznej musi być także prowadzona i udokumentowana kontrola wewnętrzna prowadzona bezpośrednio przez producenta. Wszystko jest ściśle, drobiazgowo znormalizowane. Procedura ta jest oczywiście bardzo kosztowna, a więc szanse na stosowanie takiego znaku mają tylko bogaci producenci, o dużej skali produkcji. Jednak dzięki tym znakom jakości nabywca podłoża ma gwarancję, że otrzymuje produkt dobry, spełniający znane mu kryteria, o powtarzalnych i stabilnych właściwościach. A to z kolei zwiększa poczucie bezpieczeństwa w prowadzonej przez niego produkcji roślin i pomaga w uzyskaniu wysokiej jakości swojego produktu. Gotów jest za to więcej zapłacić i koszty się zwracają.

Procedura nadawania znaku jakości organizowana jest przez stowarzyszenia producentów podłoży we współpracy z instytucjami rządowymi, np. inspekcją sanitarną, organami certyfikacyjnymi oraz producenckimi organizacjami ogrodniczymi.

Systemy oceny jakości podłoży wprowadziły dotychczas 4 kraje: Holandia, Belgia, Niemcy i Finlandia, a w ograniczonym zakresie również Kanada. Najbardziej rozbudowany i mający już zakres międzynarodowy jest system holenderski RHP. O znak jakości RHP ubiegają się (lub już go posiadają) niemieccy czy belgijscy producenci podłoży, niezależnie od swoich narodowych znaków jakości. System ten ma też swoją specyfikę. Główny nacisk kładzie na kontrolę surowców i to już w miejscu ich pozyskiwania – np. na torfowiskach. Szczególną wagę przykładają się do wyeliminowania możliwości dostania się do torfu nasion chwastów i samozagrzewania się torfu. Do kontroli właściwości chemicznych używa się jednak tradycyjnej metody holenderskiej opartej na ekstrakcji wodnej 1:1,5. Ponieważ system RHP jest bardzo drogi i sprzyja monopolizacji rynku przez dużych, silnych producentów podłoży, w Holandii opracowywany jest też alternatywny system KIWA. Ma on być mniej szczegółowy, ale bardziej dostępny. Dotychczas opracowano założenia ogólne, natomiast kryteria szczegółowe będą wprowadzane stopniowo. Rozpoczęto od wprowadzenia kryteriów dla wełny mineralnej. Całkowicie nową metodykę, opartą na normach europejskich, wprowadził natomiast system fiński.

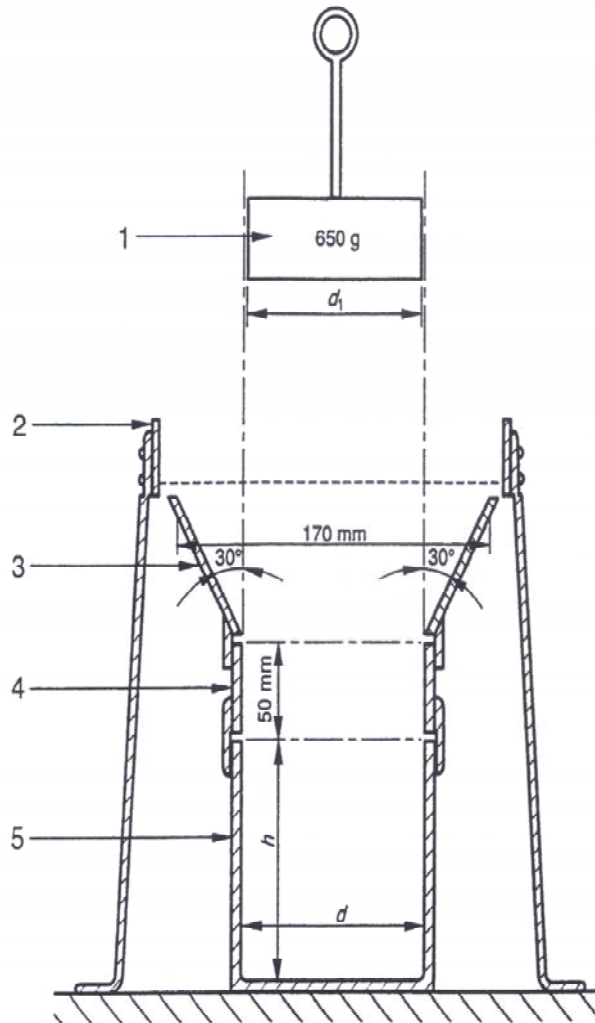
### **Charakterystyka uniwersalnej metodyki analizy chemicznej podłoży**

Przyjęta przez Unię Europejską wspólna metodyka analiz chemicznych podłoży ogrodnich opiera się na ekstrakcji wodnej w stosunku podłoże:woda = 1:5. Zdecydowano się na ekstrakt wodny, wychodząc z założenia, zgodnie z argumentacją holenderską, że najważniejszym parametrem roztworu „glebowego” tych podłoży jest potencjał osmotyczny, a więc właściwa ocena tego roztworu może być dokonana tylko przy pomocy ekstraktu wodnego. Istnieje ścisła współzależność potencjału osmotycznego, stężenia soli oraz zawartości składników pokarmowych w roztworze, toteż ważne jest, aby ocena tych parametrów odbywała się w tym samym ekstrakcie. Holendrzy używają ekstraktu 1:1,5, aby był on jak najbardziej zbliżony do „naturalnego” roztworu glebowego. Tu podniesiono stosunek na 1:5 ze względów technicznych, aby ilość otrzymanego roztworu była wystarczająca do oznaczenia wszystkich elementów i aby analiza była łatwiejsza do przeprowadzenia w mniej wyspecjalizowanych laboratoriach.

Metoda przeznaczona jest do oznaczania N-NO<sub>3</sub>, N-NH<sub>4</sub>, P, K, Ca, Mg, Cl, S-SO<sub>4</sub>, Na, Fe, Mn, Cu, Zn, B, Mo i F w podłożach sypkich, natomiast nie w podłożach uformowanych, np. płytach z wełny mineralnej czy różnego rodzaju pianek oraz w materiałach odkwaszających. Mogą być też problemy z materiałami gruboziarnistymi czy bardzo plastycznymi. Z takimi materiałami postępuje się według dyrektywy CEN TC 223 WG 4 N31A.

Próba laboratoryjna przeznaczona do analizy powinna być pobrana zgodnie z Normą Europejską EN 12579 (polski odpowiednik **PN-EN 12579**) i powinna być w tzw. wilgotności „uprawowej”, czyli o potencjale wodnym zbliżonym do –10 cm H<sub>2</sub>O (wilgotność przeciętnie 50-60% obj.). Jej wielkość powinna wynosić co najmniej 5 litrów. Powinna być transportowana i przechowywana w sposób zapobiegający zagęszczaniu, zmianie wilgotności, wielkości i upakowania cząstek. Zaleca się przechowywanie prób w zamkniętych workach foliowych w temp. 1-5°C.

Próbkę analityczną do ekstrakcji odmierzają z próby laboratoryjnej wagowo, ale równolegle należy oznaczyć tzw. gęstość laboratoryjną. Procedura oznaczania tej gęstości jest ściśle określona i zawarta w Normie Europejskiej EN 13040 (PN-EN 13040). Według tej gęstości przelicza się później wyniki na objętość podłoża.



Rys. 1. Schemat wyposażenia do oznaczania laboratoryjnej gęstości podłoża. 1 – ciężarek, 2 – podparte sito, 3 – lejek, 4 – kołnierz (nadstawka), 5 – cylinder pomiarowy,  $d$  – średnica  $100\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ,  $h$  – wysokość  $127\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ,  $d_1$  – średnica  $95\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$

Fig. 1. Scheme of device for determination of laboratory bulk density of substrate. 1 – plunger, 2 – supported collar, 3 – funnel, 4 – collar, 5 – test cylinder,  $d$  – diameter  $100\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ,  $h$  – height  $127\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ,  $d_1$  – diameter  $95\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$

Gęstość oznacza się używając specjalnego zestawu (rys. 1) składającego się z cylindra o pojemności 1 litra (średnica 10 cm, wys. 12,7 cm), nadstawki w formie cylindra o takiej samej średnicy i wysokości 5 cm, lejka umieszczonego na trójnogu nad nadstawką w formie odwróconego stożka ściętego o średnicach: dolnej 10 cm (pasującej do nadstawki) i górnej 17 cm, sita o średnicy 20 cm i oczkach o średnicy 20 lub 40 mm, umieszczonego niezależnie 5 cm nad lejkiem oraz tłoka (ciężarka) o średnicy 5 mm, mniejszej niż nadstawka, i o masie 650 g. Objętość cylindra pomiarowego powinna być sprawdzona poprzez napełnienie wodą i zważenie, co najmniej 2-krotnie (max. różnica między pomiarami 5 g). Nie powinna odbiegać od  $1000 \text{ cm}^3$  więcej niż  $\pm 30 \text{ cm}^3$ .

Podłoże przed przystąpieniem do oznaczania gęstości laboratoryjnej powinno zostać ujednoczone ręcznie i spulchnione na czystej, równej powierzchni. Wszelkie aglomeraty lub grudki powstałe w czasie przechowywania lub transportu powinny zostać rozdrobnione. Należy zachować ostrożność, aby nie naruszyć wewnętrznej struktury i zachować naturalną dla danego materiału wielkość cząstek. Następnie podłoże należy przesiać porcjami po 0,25-0,5 litra przez sito o oczkach 20 mm, lekko nim potrząsając. Jeśli więcej niż 10% objętości poszczególnych porcji zostaje na sicie, przejść do przesiewania przez sito o oczkach 40 mm. Jeśli mniej, pozostające na sicie cząstki rozdrobnić poprzez przepoławianie dotąd, aż przejdą przez sito.

Po zważeniu pustego cylindra testowego i ustawieniu całego zestawu pomiarowego napełnia się stopniowo poprzez sito i lejek cylinder z nadstawką porcjami podłoża. Po napełnieniu z nadmiarem i usunięciu sita oraz lejka powierzchnię podłoża w nadstawce wyrównuje się, zgarniając nadmiar linijką. Na powierzchni delikatnie ustawia się ciężarek, który pozostaje tam 180 sekund. Następnie ostrożnie zdejmuje się ciężarek i nadstawkę, a powierzchnię podłoża w cylindrze niezwłocznie wyrównuje się, zgarniając lub ścinając jego nadmiar. Należy uważać, aby nie ugniatać przy tym podłoża ani nie wrywać cząstek częściowo zagłębionych w cylindrze. Jeśli nie da się uniknąć powstania nierówności powierzchni, trzeba je wypełnić drobniejszym podłożem. Napełniony cylinder zważyć z dokładnością  $\pm 1 \text{ g}$ . Po odjęciu masy pustego cylindra otrzymuje się gęstość podłoża i wyraża się ją w gramach na  $1 \text{ dm}^3$ . Procedurę powtarza się 3-krotnie, używając za każdym razem świeżego materiału i oblicza średnią arytmetyczną ze wszystkich pomiarów. Powtarzalność i odtwarzalność tych pomiarów są odpowiednie, jeśli spełniają warunki podane w tabeli zawartej w normie.

Ekstrakcję przeprowadza się w temp.  $22 \pm 3^\circ\text{C}$ . Ekstrahentem jest woda o stopniu czystości nr 2 wg Normy Europejskiej EN ISO 3696 (**PN-EN ISO 3696**). Jest to woda otrzymywana przez wielokrotną destylację albo destylację poprzedzoną dejonizacją lub odwróconą osmozą. Jej EC nie powinno przekraczać  $0,1 \text{ mS/m}$ .

Norma precyzuje także wymagania odnośnie rodzaju i czystości butelek ekstrakcyjnych, szkła, korków, sposobu mycia itp., aby wyeliminować ryzyko zanieczyszczeń i związanych z nimi błędów w analizie. Zaleca się np. moczenie wszystkich naczyń przez minimum 6 godzin w ciepłym  $\text{HNO}_3$  o stężeniu  $0,5 \text{ mol/l}$ . Sączki powinny być wykonane z bibuły bezpopiołowej o średniej wielkości porów (ok.  $8 \mu\text{m}$ ).

Wielkość próbki analitycznej to wagowy odpowiednik ok. 60 ml podłoża przechodzącego przez sito o oczkach 20 mm lub 250 ml podłoża przechodzącego przez sito o oczkach 40 mm. Próbkę zalewa się 5-krotnie większą ilością wody (300 lub 1250 ml) i miesza przez 1 godz. w sposób nie powodujący zmiany struktury cząstek podłoża – zaleca się wstrząsarkę poziomą. Bezpośrednio po tym próbkę sączy się, odrzucając pierwsze 10 ml przesączu. Czasem sączenie jest zbyt powolne lub nawet niemożliwe, dopuszcza się wtedy inne techniki oddzielania części stałych, np. wirowanie. Ekstrakt

jest stabilny przez 3 dni przy przechowywaniu w hermetycznie zamkniętych polietylenowych naczyniach w temp. 0-5°C. Może być przechowywany dłużej pod warunkiem zamrożenia do -18°C. Po odtajaniu należy go starannie wymieszać. Równoległe z próbkami podłoży do analizy w każdej serii powinna być dołączona ślepa próba odczynnikowa, z którą postępuje się identycznie.

Analizę ekstraktu wykonuje się powszechnie przyjętymi metodami zależnie od możliwości i dostępu do aparatury. Należy pamiętać o odejmowaniu przy odczytach wartości ślepej próby. Wszystkie wyniki powinny być przeliczone według gęstości laboratoryjnej podłoża na objętość i wyrażone w mg/l podłoża. Raport z analizy powinien zawierać:

- powołanie się na Normę Europejską,
- wszystkie informacje identyfikujące próbę,
- wszystkie użyte metody analityczne,
- wyniki wyrażone w mg/l świeżej próby,
- szczegóły wszystkich czynności wykonywanych podczas analizy, które nie były określone w Normie Europejskiej lub były dopuszczone alternatywnie, jak również wszystkie czynniki, które mogły wpłynąć na wynik analizy,
- gęstość laboratoryjną podłoża.

### Testowanie metod i ćwiczenie ich stosowania

Standaryzacja metod analitycznych jest procesem ciągłym. Nawet do metodyk już zaakceptowanych, sprecyzowanych i zapisanych w postaci norm, ciągle dopracowywany jest sposób postępowania, doskonalony i unifikowany jest sprzęt w celu zapewnienia maksymalnej powtarzalności i odtwarzalności rezultatów oznaczeń. Duże znaczenie dla osiągania poprawności tych rezultatów mają umiejętności personelu laboratoryjnego, przestrzeganie zasad pracy w laboratorium, a nawet nawyki. Dla umożliwienia samokontroli organizowane są testy międzylaboratoryjne, w których wiodące laboratorium przygotowuje zestaw podłoży i rozsyła pobrane z nich próby do deklarujących chęć udziału (odpłatnego) laboratoriów w całej Europie, a nawet poza nią. Wyniki oznaczeń przesyłane są z powrotem do wysyłającego próby laboratorium, gdzie są porównywane i publikowany jest raport z ich poprawności (Wever i Winkel 2001). Przestrzegana jest przy tym pełna anonimowość biorących udział w teście. Dotychczas przeprowadzono trzy takie testy w odstępach 2-letnich, przygotowujący jest następny.

Organizowane są także ćwiczenia międzynarodowe, podczas których wszyscy uczestnicy osobiście wykonują pełny cykl analityczny określonymi metodami (fot. 1 i 2). Ćwiczenia takie pozwalają na poznanie szczegółów poszczególnych procedur oraz na unifikację sposobu postępowania przy danej procedurze. Odbywają się one z udziałem osób odpowiedzialnych za standaryzację, a więc istnieje możliwość wprowadzania zmian, poprawiania wychwyconych słabych stron tych procedur. Pierwsze takie ćwiczenia odbyły się we wrześniu 2003 r. na Uniwersytecie Weihenstephan we Freising, w Niemczech. Uczestniczyły w nich 23 osoby z 10 krajów (Carlile 2003). Na 4 podłożach ogrodniczych przeciwiczone zostały 4 metody analizy chemicznej: CEN (podłoże:woda = 1:5), CAT, Kjeldahla i Dumasa. Na zakończenie sformułowano kilka wniosków mających na celu dalsze udoskonalanie procedur analitycznych i postanowiono przekazać je



Fot. 1. Uczestnicy międzynarodowych ćwiczeń na uniwersytecie Weihenstephan  
Phot. 1. Participants of international workshop in Weihenstephan



Fot. 2. Oznaczanie gęstości laboratoryjnej podłoża podczas międzynarodowych ćwiczeń  
Phot. 2. Determination of laboratory bulk density of substrate during the international workshop

Europejskiemu Komitetowi Standaryzacyjnemu oraz narodowym komitetom standaryzacyjnym w krajach, z których przybyli biorący udział w ćwiczeniach – jeśli te zajmują się takimi problemami. Najważniejsze z wniosków to:

- istnieją ograniczenia w zastosowaniu używanych obecnie metod: nie są dostosowane do wszystkich podłoży, szczególnie pod względem wielkości cząstek – należy dążyć do rozszerzenia istniejących, natomiast nie do opracowywania nowych metod. Uwzględnić podłoża o cząstkach > 40 mm,
- określić potrzebę doprowadzenia próby podłoża przed analizą do określonej wilgotności – może to mieć wpływ na wyniki oznaczania zawartości fosforu,
- wielkość próby laboratoryjnej podłoża wynosząca 5 litrów, jaką przyjęto w normie, nie zawsze jest wystarczająca,
- oznaczanie gęstości laboratoryjnej metodą CEN jest pracochłonne i skomplikowane. Proponuje się rozważyć adaptację metody niemieckiej, mniej czasochłonnej i dającej wyniki bardziej zbliżone do warunków „naturalnych” (opartej na osiadaniu podłoża, a nie uciskaniu). Urządzenie kosztowałoby ok. € 500,
- brak liczb granicznych dla metody CEN,
- zawartość niektórych składników w ekstrakcie przy metodzie CEN (1:5) jest bardzo niska, na granicy oznaczalności.

### Literatura

- Carlile W.** (2003): Inaugural workshop of the Standardisation Group within the Commission Plant Substrates. *Chronica Hort.* 43, 4, 25.
- PN-EN ISO 3696** – Woda stosowana w laboratoriach analitycznych. Wymagania i metody badań. PKN, 1999, 8 s.
- PN-EN 12579** – Środki poprawiające glebę i podłoża uprawowe. Pobieranie próbek. PKN, 2001, 11 s.
- PN-EN 13040** – Środki poprawiające glebę i podłoża uprawowe. Przygotowanie próbki do analiz chemicznych i fizycznych, oznaczanie zawartości suchej masy, wilgotności oraz gęstości objętościowej próbki laboratoryjnie zagęszczonej. PKN, 2002, 15 s.
- PN-EN 13652** – Środki poprawiające glebę i podłoża uprawowe. Ekstrakcja rozpuszczalnych w wodzie składników pokarmowych. PKN, 2002, 15 s.
- Wever G., van Winkel A.** (2001): Interlaboratory Study CEN-Methods. Analysis of Growing Media and Soil Improvers Winter 2000-2001. Report of experiment 42.8500. Applied Plant Research, Naaldwijk, The Netherlands: 24 s.

## PRINCIPLES OF METHODS OF THE CHEMICAL ANALYSES OF HORTICULTURAL SUBSTRATES ESTABLISHED BY EUROPEAN UNION

### S u m m a r y

Status of standardization works towards the unification of methods of chemical analyses of horticultural substrates in European Union was described. It is strongly connected with the introduction of whole integrated systems of quality evaluation of substrates and their components. Common procedure of chemical analyzing of substrates is based on the extraction with water in ratio 1+5. Detailed characteristic of this procedure was presented. But the countries with the most advanced horticulture do not resign using their presently used methods: Holland – method based on water extraction in ratio 1 + 1.5, Germany – CAT method. These methods remain as official EU methods. Actions are organized in order to achieve the maximum repeatability and reproducibility of the results being received with using standard methods: interlaboratory tests, international workshops.