

**SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM**  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018  
Strona/Stron: 1/7

## **PROCEDURA PB-41**

### **OZNACZANIE FOSFORU W GLEBIE W WYCIĄGU WODNYM**

Egzemplarz użytkowy  
Dokument nadzorowany

**Opracował:**

Agnieszka Cichowska

**Zaopiniował:**

Katarzyna Szczepańska

**Zatwierdził:**

Kierownik ds. Jakości

Kierownik Laboratorium

Grażyna Pazikowska-Sapota

Grażyna Dembska

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41

Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 2 /7

## SPIS TREŚCI

1. Cel
2. Przedmiot – zakres
3. Kwalifikacje personelu
4. Oznaczenia
5. Odczynniki i materiały pomocnicze
6. Wyposażenie
7. Warunki prowadzenia badań
8. Opis postępowania
  - 8.1. *Pobieranie próbki gleby*
  - 8.2. *Przygotowanie próbki do badań*
  - 8.3. *Etapy postępowania*
  - 8.4. *Wyrażenie wyników*
  - 8.5. *Zapewnienie jakości*
  - 8.6. *Kontrola i stwierdzenie nieprawidłowości w badaniach*
9. Wykaz powołanych dokumentów
  - 9.1. *Dokumenty normatywne*
  - 9.2. *Dokumenty Systemu Zarządzania Laboratorium*
10. Informacje dodatkowe
11. Wykaz zmian

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41

Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 3 /7

## 1. CEL

Celem procedury jest ustalenie sposobu oznaczania zawartości fosforu w wyciągu wodnym sporządzonym z gleby rolniczej metodą atomowej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP-OES).

## 2. PRZEDMIOT – ZAKRES

Przedmiotem badań są gleby.

Dolna granica oznaczalności: 1,0 mg·kg<sup>-1</sup>.

## 3. OZNACZENIA

Fosfor (P<sub>H2O</sub>).

## 4. KWALIFIKACJE PERSONELU

Pracownik prowadzący badanie powinien posiadać: min. średnie wykształcenie chemiczne oraz doświadczenie analityczne.

## 5. ODCZYNNIKI I WZORCE

- Woda dejonizowana
- Roztwór wzorcowy fosforu dedykowany do oznaczania na ICP-OES

## 6. WYPOSAŻENIE

- Spektrometr emisji optycznej z plazmą wzbudzona indukcyjnie (ICP-OES)
- Wytrząsarka
- Wirówka
- Waga techniczna
- Pojemniki polipropylenowe o pojemności 50 cm<sup>3</sup>, odpowiednie do wirowania
- Pipety automatyczne o pojemności 1 i 10 cm<sup>3</sup>
- Suszarka laboratoryjna

## 7. WARUNKI PROWADZENIA BADAŃ

Badania prowadzone są w temperaturze otoczenia.

## 8. OPIS POSTĘPOWANIA

### 8.1 Pobieranie próbki gleby

- Pobrać próbkę ogólną gleby z warstwy 0-5 cm

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41

Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 4 /7

- Aby sporządzić próbkę ogólną należy pobrać do 20 próbek pierwotnych (pojedynczych) równomiernie z powierzchni pola, które ma reprezentować próbka ogólna
- Próbka ogólna (uśredniona) powinna reprezentować obszar użytku rolnego o zbliżonych warunkach przyrodniczych (typ, rodzaj i gatunek gleby, ukształtowanie terenu) i agrotechnicznych (przedplon, uprawa, nawożenie)
- Powierzchnia użytku przypadająca na próbkę ogólną, przy wyrównanej pod względem glebowym powierzchni i zbliżonym ukształtowaniem terenu, nie może przekroczyć obszaru 4 ha.
- Próbkę ogólną należy przygotować oddzielnie dla każdej uprawy.
- Próbkę ogólną powinny być zaznaczone na dokładnie wykonanym szkicu, opatrzone kolejnymi numerami wraz z określeniem powierzchni pola, którą reprezentują. Próbki pobrane z użytków zielonych muszą być oprócz numeru oznakowane X.

### **8.2 Przygotowanie próbki do badań**

- Próbka do czasu analizy powinna być przechowywana w temperaturze 2–5°C.
- Próbkę gleby po skwartowaniu należy wysuszyć (suszenie na powietrzu wg normy PN-ISO 11464:1999).

### **8.3 Etapy postępowania**

#### **Oznaczanie wilgotności ( wg. Procedury PB-11 wyd. 3 z dn. 15.03.2010 r.)**

- a) Wysuszyć otwarte naczynko wagowe w suszarce laboratoryjnej przez 1 h w temperaturze 105°C
- b) Suche naczynko zamknąć i umieścić w eksykatorze do ostygnięcia do temperatury pokojowej (ok. 0,5 h)
- c) Zważyć puste naczynko
- d) Do suchych naczynek odważyć ok. 10 g osadu i zważyć naczynko z osadem
- e) Otwarte naczynka z osadem suszyć przez 2 h suszarce laboratoryjnej w temperaturze 105°C
- f) naczynka z osadem zamknąć i umieścić w eksykatorze do ostygnięcia do temperatury pokojowej (ok. 0,5 h)
- g) zważyć naczynka z osadem
- h) obliczyć wilgotność z zależności:

$$W (\%) = \frac{(mm - ms) * 100\%}{mm}$$

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41

Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 5 /7

gdzie:

W - wilgotność próbki (%)

mm - masa mokrego osadu

ms - masa suchego osadu

i) czynności opisane w punktach od e) do h) należy powtarzać do osiągnięcia stałej masy próbki (tj. 0,5% ostatniego wyniku)

### **Ekstrakcja**

- Odważyć 0,5 g suchej i rozdrobnionej próbki (po uprzednim oznaczeniu wilgotności) do naczynia z polipropylenu
- Zalać próbkę 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej
- Wytrząsać próbkę przez 30 min
- Odwirować próbkę przez 15 min przy obrotach 4 rpm
- Supernatant przenieść do nowego naczynia.

### **Analiza**

- W uzyskanym supernatancie oznaczyć fosfor metodą atomowej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP-OES).

### **8.4 Wyrażenie wyników**

Stężenie P<sub>H2O</sub> podaje się w g P·kg<sup>-1</sup> suchej masy próbki.

### **8.5 Zapewnienie jakości**

W celu zapewnienia jakości i sprawdzenia systemu pomiarowego (odczynniki, urządzenie mierzące, przygotowanie próbki) oraz trybu postępowania z próbką, stosuje się dedykowany do oznaczania na ICP-OES roztwór wzorcowy fosforu o stężeniu 1000 µg·cm<sup>-3</sup>. Roztwór wzorcowy przechowywany w pojemniku z polipropylenu w temperaturze pokojowej jest trwały przez około 6 miesięcy. Możliwe jest rozcieńczenie wodą danego wzorca w zależności od spodziewanych wyników próbek.

Należy wykonywać również analizę próbek równoległych (co 10 próbka na serię pomiarową) oraz analizę wzorca kontrolnego ( jeden raz w serii pomiarowej).

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41

Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 6 /7

Do określenia oddziaływań charakterystycznych dla danej próbki (efekt matrycy) można zastosować metodę dodatku wzorca.

### **8.6 Kontrola badań i stwierdzone nieprawidłowości w badaniach**

Kontrola lub weryfikacja badań musi być wykonana zgodnie z planem kontroli jakości badań – Procedury ogólne: PO-05 „Działania korygujące i zapobiegawcze” oraz PO-08 „Audit wewnętrzny”.

Nieprawidłowości w badaniach stwierdzone przez Personel lub Kierownika Laboratorium powodują powtórne wykonanie badania przez osobę upoważnioną.

## **9. WYKAZ POWOŁANYCH DOKUMENTÓW**

- Pietrzak S., Majewska Z., Wesołowski P., 2016. Przydatność wskaźnika wysycenia gleby fosforem do oceny ryzyka wynoszenia tego składnika w spływie do wód powierzchniowych- studium przypadku, Woda-Środowisko-Obszary Wiejskie, T. 16 Z. 2 (54), 89-98, ISSN 1642-8145

### **9.1 Dokumenty normatywne**

- PN-ISO 11464:1999 - wersja polska. Jakość gleby -- Wstępne przygotowanie próbek do badań fizyczno-chemicznych
- PN-R-04031:1997 – Analiza chemiczno-rolnicza gleby. Pobieranie próbek.

### **9.2 Dokumenty Systemu Zarządzania Laboratorium**

PO-03 Postępowanie z materiałami pomocniczymi i odczynnikami

PO-05 Działania korygujące i zapobiegawcze

PO-07 Ochrona praw własności i zachowanie poufności

PO-08 Audit wewnętrzny

PO-11 Nadzór nad wyposażeniem

PO-12 Pobieranie próbek pierwotnych oraz postępowanie z próbkami pierwotnymi i analitycznymi

PO-13 Kontrola jakości badań

## **10. INFORMACJE DODATKOWE**

Do procedury nie dołączono.

SYSTEM ZARZĄDZANIA LABORATORIUM  
ZAKŁADU OCHRONY ŚRODOWISKA INSTYTUTU MORSKIEGO W GDAŃSKU



Procedura PB-41  
Oznaczanie fosforu w glebie w wyciągu  
wodnym

Wydanie nr 1  
Data 22.06.2018 r.  
Aktualizacja 0  
Strona/Stron 7 /7

## 11. WYKAZ ZMIAN

Numer karty zmian	Data wydania	Podpis KJ	Podpis użytkownika

### **Weryfikacja oznaczania fosforu w glebie w wyciągu wodnym w:**

S. Pietrzak, G. Pazikowska-Sapota, G. Dembska, L. Dzierzbicka-Głowacka, M. Urbaniak, Z. Majewska, D. Juszowska, A. Cichowska Ryzyko wnoszenia fosforu w splywie powierzchniowym z gruntów rolnych nadbałtyckiej gminie Puck - prezentacja na The 9th International Phosphorus Workshop nt. "Putting phosphorus first? How to address current and future challenges", 8-12 lipca 2019 r., Zurich

### Podziękowania:

Opracowana metoda to efekt realizacji projektu WaterPUCK o numerze BIOSTRATEG3/343927/3/NCBR/2017 finansowanego w przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju (NCBiR) w ramach programu BIOSTRATEG III.