

ВАЛИДАЦИЈА НА МОДИФИЦИРАНА СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКА МЕТОДА ЗА ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ОРГАНСКИОТ ЈАГЛЕРОД ВО ПОЧВА

Александар Пиперевски, Биљана Балабанова

*Земјоделски факултет, Универзитет „Гоце Делчев“, Крсте Мисирков 10-
А, 2000 Штип, Република Северна Македонија*



ВОБЕД



- Органскиот јаглерод во почвата претставува јаглеродот содржан во органските соединенија присутни во почвата.
- Потекнува од растителни и животински остатоци, микроорганизми, и хумусни материи што се создаваат при разградба на органската материја.
- SOC е динамичен дел од органската материја, кој учествува во: биолошкиот циклус на јаглеродот, акумулација и минерализација на хранливи материи, регулирање на влажноста и структурата на почвата.
- Промените во содржината на OC ја одразуваат рамнотежата помеѓу внесот и губитокот на органска материја во агроекосистемите. Високата содржина на SOC е поврзана со поголема плодност, подобра структура и зголемена биолошка активност на почвата.

Потреба од прецизно определување на SOC



- Точното мерење е критично за мониторинг на животната средина и за следење на долгорочните промени во почвениот органски јаглерод.
- Континуираниот мониторинг на ОС во земјоделството овозможува: проценка на одржливоста на земјоделските практики, следење на деградација или подобрување на почвената плодност, евидентирање на загуби или акумулација на јаглерод во агроекосистемите, поддршка на национални и европски програми за климатски промени и декарбонизација.
- Прецизното определување на ОС е неопходно за агроеколошко планирање, управување со ѓубрење и подобрување на структурата на почвата.

ВОВЕД

Методи за мерење ан органски јаглерод во почвата

Класични титриметриски методи:

1. Метода на Kotzmann ($\text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$)
2. Walkley and Black метода ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ and H_2SO_4)



Современи инструментални методи:

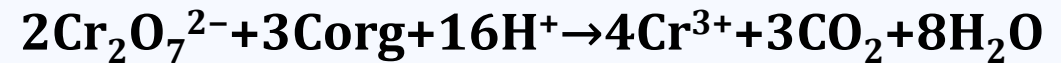
1. (CHN Analyzer), Суво согорување, оксидација на висока температура која овозможува определување на вкупниот органски јаглерод со висока точност.
2. Loss on Ignition (LOI): Термална анализа на губиток на маса при $450-550\text{ }^{\circ}\text{C}$; брз метод, но со помала специфичност поради можни пречки од карбонати и влага.
3. TOC анализатор: Користи каталитичко согорување на висока температура или UV-персулфатна оксидација.

ВОВЕД

Спектрофотометриска метода



- ❖ Оксидација на органскиот јаглерод во почвата со калиум-дихромат ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) во присуство на концентрирана сулфурна киселина (H_2SO_4). При реакцијата, шестовалентниот хром (Cr^{6+}) се редуцира во тривалентен хром (Cr^{3+}), а органската материја се оксидира во CO_2 и H_2O .



- ❖ Растворот ја менува бојата од **портокалова** во **зелена**
- ❖ Мерење на апсорбанцата на добиениот раствор на бранова должина од 600 nm

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

ПРИНЦИП НА МЕТОДАТА

- Центрифугирањ е на растворите
- Мерење на апсорбанцата. спектрофотометриски на бранова должина од 600 nm.
- Калибрациона крива.
- Пресметка од mg во %



$$\text{OC \%} = \text{mg OC во примерокот} - \text{mg OC за бланко} \cdot f \cdot 100 / m (\text{проба})$$

Подготовка на
почвата за
анализа

Сушење

Ситнење

Сеење
2mm

0,5 g почва

2 ml 10%
 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ +
5 ml H_2SO_4

30 min

20 ml
дестилирана
вода

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

КАЛИБРАЦИОНА КРИВА

Стандарден раствор од сахароза 4 mg/ml

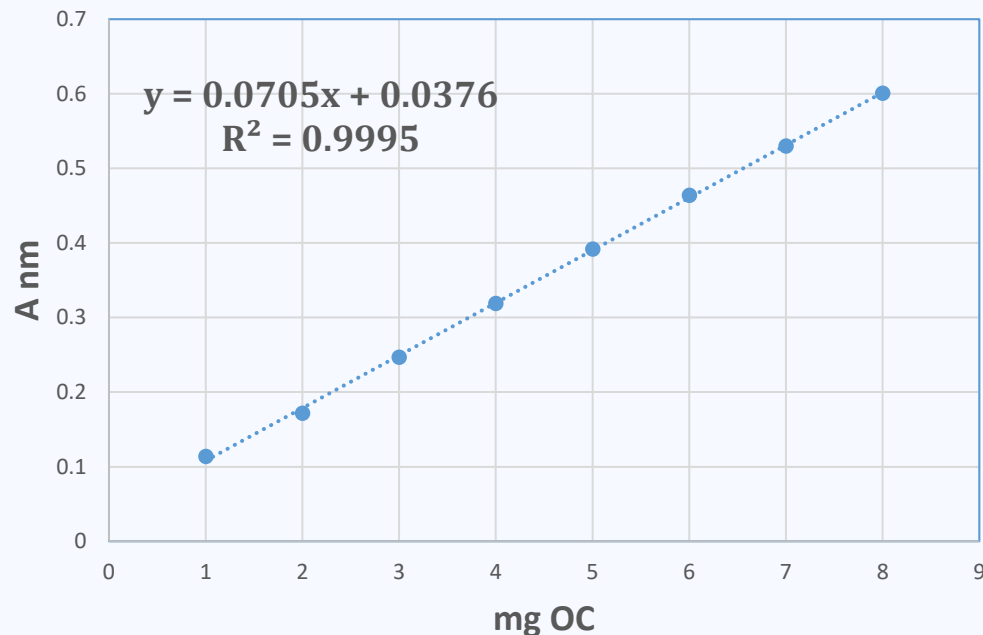
OC mg	V (од стандардниот раствор) mL	V (H ₂ O) mL	OC mg	A nm (average)
0	0.00	2.00	0	0,045
1	0.25	1.75	1	0.114
2	0.50	1.50	2	0.172
3	0.75	1.25	3	0.247
4	1.00	1.00	4	0.319
5	1.25	0.75	5	0.392
6	1.50	0.50	6	0.464
7	1.75	0.25	7	0.530
8	2.00	0.00	8	0.601

10 повторувања n=10



РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

ЛИНЕАРНОСТ



Границата на детекција
(Limit of detection)(LOD)

$$LOD = 3 \times SD / \text{наклоном}$$

Границата на квантификација
(Limit of quantification)(LOQ)

$$LOQ = 10 \times SD / \text{наклоном}$$

Стандард	Опсег	Наклон	Отсечок	R ²	LOD %	LOQ %
8	1-8	0,0705	0,0376	0.9995	0.002	0.006

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

ПРЕЦИЗНОСТ

- Интрадневната прецизност- најниска 1 mg ОС и највисока 8 mg ОС, n=3 (во тек на еден ден)
- Интердневна прецизност-најниска 1 mg ОС и највисока 8 mg ОС n=3 (во тек на три последователни дена)

Стандард %RSD	Intra-day		Inter-day	
	(RSD) %		(RSD) %	
	n=3		n=9	
	1 mg	8 mg	1mg	8 mg
	0.87	0.50	0.10	0.06

$RSD \leq 5 \%$

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

ТОЧНОСТ

- Метода на стандарден додаток
- VIPEA

Принос (%) = (најдена концентрација на ОС во почват) – (оригиналната концентрација на ОС во почват) / додадената концентрација x 100%

- Висока точност и минимално влијание на матриксот врз определувањето на органскиот јаглерод.

Реална концентрација ОС %	I концентрација			II концентрација		
	Додадена кон.	Најдена кон.	Принос	Додадена кон.	Најдена кон	Принос
	ОС mg	ОС mg	%	ОС mg	ОС mg	%
0.85	1	1.86	101	8	8.84	99.3

РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

ПОВТОРЛИВОСТ И РЕПРОДУЦИБИЛНОСТ

- **VIPEA**
- **3 повтроувања воеден ден $n=3$**
- **3 повторувања воекна 3 последователни денови $n=9$**
- **Друд лаборант (влијание на операторот)**
- **Друг спектрофотометар (влијание на инструментот)**

Repeatability		Reproducibility	
(3 repeats)		(3 repeats x 3 day)	
Average OC	RSD	Average OC	RSD
%	%	%	%
0.83	1.0	0.82	0.9



РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

- 24 Примероци на почва на длабочина од 0-30 cm
- Лозовинасади (Балван, Три Чешми, Долно Трогерци, Аргулица, Радање, Долани, Криви Дол)
- Содржина на ОС во опсег од 1,1 % до 2,1 %
- Споредба со класична титриметриска Wankley and Black метода.

ЗАКЛУЧОК



- Висока чувствителност, точност и прецизност.
- Калибрацијата со стандардни раствори на сахароза во опсег 0–8 mg OC даде линеарна зависност ($R^2 = 0.9995$).
- Границите на детекција и квантификација беа многу ниски (LOD = 0.002 % OC; LOQ = 0.006 % OC).
- Прецизноста, оценета преку интра- и интер-дневни мерења (n=3 и n=9), покажа RSD < 1 %, што укажува на одлична повторливост.
- Точноста, потврдена со методата на стандарден додаток во VIPEA (0.85 %OC), покажа Recovery 99.9 –101.0 %.
- Погодна за рутинска лабораториска примена при мониторинг на органски јаглерод во почви од земјоделски и лозарски насади.

A row of test tubes containing a yellow liquid, likely a chemical solution, is shown on a laboratory bench. The tubes are arranged in a line, and the liquid level is visible in each. The background is blurred, showing a typical lab setting with shelves and equipment. The lighting is warm, creating a soft glow around the tubes.

***БЛАГОДАРАМ НА ВАШЕТО
ВНИМАНИЕ***