

	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20222.1 – Stanovení neutralizační hodnoty	Revize	1

STANOVENÍ NEUTRALIZAČNÍ HODNOTY

1 Rozsah a účel

Tato metoda specifikuje postup stanovení neutralizační hodnoty v materiálech k vápnění půd. Metoda je použitelná pro pálené i hašené vápno, vápence a dolomity, slíny a ostatní materiály, které obsahují vápenný materiál. Metoda A je použitelná pro všechny materiály k vápnění půd kromě silikátových materiálů. Metoda B je použitelná pro všechny materiály k vápnění půd. Ani jedna metoda nebere v úvahu potenciální neutralizační hodnotu materiálů, které obsahují více než 3 % P_2O_5 .

2 Princip

Vzorek se rozpustí v daném objemu odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové. Zpětnou titrací odměrným roztokem hydroxidu sodného se stanoví přebytek kyseliny.

3 Chemikálie

Používají se pouze chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, 37%, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.

3 Kyselina chlorovodíková, HCl, odměrný roztok, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se 400ml vody (1) a opatrně se přidá 43 ml kyseliny chlorovodíkové (2), vytemperuje se na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a promíchá.

4 Hydroxid sodný, NaOH.

5 Hydroxid sodný, NaOH odměrný roztok, $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$.

Příprava: Naváží se 10 g hydroxidu sodného (4) do kádinky, rozpustí se ve vodě (1), převede do 1000ml odměrné baňky a po ochlazení se roztok doplní po značku. Roztok hydroxidu sodného se skladuje v plastové láhvi a v průběhu skladování by se mělo zamezit absorpci oxidu uhličitého.

6 Fenolftalein, indikátorový roztok.

Příprava: Rozpustí se 0,25 g fenolftaleinu ve 150 ml 93% ethanolu (10) a zředí se vodou (1) na celkový objem 250 ml.

7 Peroxid vodíku, H_2O_2 , 30%.

8 Peroxid vodíku, roztok.

Příprava: Do 250ml odměrné baňky se zředí jeden objemový díl 30% H_2O_2 (7) čtyřmi objemovými díly vody (1).

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20222.1 – Stanovení neutralizační hodnoty	Revize	1

9 Hydrogenftalát draselný, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$.

10 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 93%.

11 Tlumivý roztok I, $\text{pH} = 4,00$.

12 Tlumivý roztok II, $\text{pH} = 7,00$.

4 Přístroje a pomůcky

1 Laboratorní váhy s přesností 0,001 g.

2 Síto s nominální velikostí otvorů 0,25 mm.

3 pH metr, minimální citlivost 0,05 pH jednotky, s vhodnou skleněnou elektrodou a kalomelovou nebo jinou referenční elektrodou nebo s kombinovanou elektrodou, kalibrovanou použitím dvou tlumivých roztoků, jejichž hodnoty pH pokrývají rozpětí od pH 4 do pH 7.

4 Magnetická míchačka s ohřevem.

5 Kádinka o vhodném objemu, např. 150 ml a 250 ml.

6 Exsikátor.

7 Sušárna s regulací teploty.

8 Filtrační papír střední hustoty s vysokou rychlostí filtrace.

9 Topná deska s regulací teploty.

5 Postup

5.1 Stanovení faktoru odměrného roztoku hydroxidu sodného, $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$

Do titrační baňky se naváží $(2 \pm 0,001) \text{ g}$ hydrogenftalátu draselného (9), vysušeného při $(120 \pm 5) ^\circ \text{C}$ a přidá se asi 30 ml vody (1). Po rozpuštění se přidají 2 až 3 kapky indikátoru (6) titruje se odměrným roztokem hydroxidu sodného (5) do barevného přechodu z bezbarvého do slabě růžového zbarvení.

Faktor odměrného roztoku se vypočte podle vztahu

$$f_{\text{NaOH}} = \frac{m}{0,051055 \times V_{\text{NaOH}}}$$

m navážka hydrogenftalátu draselného (9) v g,

0,051055 množství hydrogenftalátu draselného (9), které odpovídá 1 ml 0,25mol/l odměrného roztoku hydroxidu sodného (5) v ml,

V_{NaOH} spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného (5) v ml.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv 20222.1 – Stanovení neutralizační hodnoty	Vydání	1
		Revize	1

Poznámky

- 1 *Spotřeba roztoku hydroxidu sodného (5) na titraci 2g navážky hydrogenftalátu draselného (9) je přibližně 40 ml.*

5.2 Stanovení faktoru odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$

Do 250ml titrační baňky se pipetuje 20 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3), přidají se 2 až 3 kapky indikátoru (6) a titruje se odměrným roztokem hydroxidu sodného (5) do barevného přechodu z bezbarvého do slabě růžového zbarvení. Spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného se zaznamená.

Faktor odměrného roztoku HCl se vypočte podle vztahu

$$f_{\text{HCl}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times f_{\text{NaOH}}}{2 \times V_{\text{HCl}}}$$

- V_{NaOH} spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného (5) v ml,
2 poměr molarity odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) a hydroxidu sodného (5),
 f_{NaOH} faktor odměrného roztoku hydroxidu sodného (5),
 V_{HCl} objem odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) v ml.

Poznámky

- 2 *Slabě růžové zbarvení titrovaných roztoků (5.1 a 5.2) musí být stále nejméně 1 min.*

5.3 Příprava zkušební vzorku

Zkušební vzorek se vysuší v sušárně při $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ do konstantní hmotnosti. Zaznamená se hmotnost původního (m_w) a vysušeného (m_d) vzorku. Vzorek se upraví mletím na jemnost 0,25 mm. Vzorek se důkladně promíchá a uloží do exsikátoru.

5.4 Stanovení

5.4.1 Metoda A

5.4.1.1 Navážka vzorku

Navažují se vzorky upravené podle bodu 5.3.

Do 150ml kádinky se naváží 0,5 g vzorku páleného nebo hydratovaného vápna nebo 1 g mletého vápence, dolomitu, slínu nebo vápenatého jílu s přesností na 0,001 g.

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv 20222.1 – Stanovení neutralizační hodnoty	Vydání	1
		Revize	1

5.4.1.2 Titrace

Ke vzorku v kádince se přidá 50 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) a několik varných kuliček. Obsah kádinky se promíchá, přikryje hodinovým sklem a na topné desce nebo na magnetické míchačce s ohřevem se přivede zvolna k varu. Za stálého míchání se var udržuje 10 min. Kádinka se sejme z topné desky, obsah se ochladí na laboratorní teplotu a do roztoku se vloží elektrody pH metru, který je kalibrován. Pak se vzorek v kádince titruje za stálého míchání odměrným roztokem hydroxidu sodného (5) do dosažení hodnoty pH 7,0, která je stabilní 1 min. Při titraci je třeba vyvarovat se možných ztrát např. rozstříknutím roztoku.

5.4.2 Metoda B

5.4.2.1 Navážka vzorku

Do 250ml kádinky (5) se naváží 0,5 g zkušební vzorku připraveného podle bodu 5.3 s přesností na 0,001 g.

5.4.2.2 Titrace

Vnitřní stěny kádinky se opláchnou 10 ml vody (1). Za stálého míchání se ke vzorku v kádince přidá 35 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) a několik varných kuliček. Obsah kádinky se promíchá, přikryje hodinovým sklem a na topné desce nebo na magnetické míchačce s ohřevem se přivede zvolna k varu. Za stálého míchání se var udržuje 10 min. Po sejmutí kádinky z topné desky se obsah kádinky ochladí na laboratorní teplotu, poté se zředí vodou (1) na přibližně 100 ml a přidá se 5 ml peroxidu vodíku (8).

Roztok se pak kvantitativně se převede do 200ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Filtruje se přes suchý filtr do suché kádinky s odstraněním prvního asi 20ml podílu. Do 250ml kádinky se pipetuje 100 ml filtrátu, do kterého se vloží elektrody pH metru. Za stálého míchání se roztok vzorku titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného (5) do dosažení hodnoty pH 4,8, která je stabilní 1 min.

Poznámka

3 *Železnaté ionty obsažené v silikátových materiálech k vápnění půd jsou před titrací peroxidem vodíku oxidovány na železité ionty, protože jinak by železnaté ionty v průběhu titrace spotřebovávaly vodíkové ionty.*

6 Výpočet a vyjádření výsledků

6.1 Neutralizační hodnota vysušeného výrobku Na, vyjádřená v %, se vypočítá podle vztahu (1)

$$N_d = \frac{c \times (M_1 \times V_1 \times f_1 \times A - M_2 \times V_2 \times f_2) \times 100}{m_t \times A} \quad (1)$$

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv 20222.1 – Stanovení neutralizační hodnoty	Vydání	1
		Revize	1

kde

- c je faktor pro přepočítání spotřeby odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové na CaO nebo HO^- ,
- c = 0,028, pokud má být neutralizační hodnota vyjádřena jako CaO,
- c = 0,017, pokud má být neutralizační hodnota vyjádřena jako HO^- ,
- M₁ molarita odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) v mol/l,
- V₁ celkový objem odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3) v ml,
- f₁ faktor odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (3),
- A rovná se 1 pro metodu A a 0,5 pro metodu B,
- M₂ molarita odměrného roztoku hydroxidu sodného (5) v mol/l,
- V₂ celkový objem odměrného roztoku hydroxidu sodného (5) v ml,
- f₂ faktor odměrného roztoku hydroxidu sodného (5),
- m_t hmotnost zkušební vzorku v alikvótní části v g.

6.2 Neutralizační hodnota původního výrobku N_{ar}, vyjádřená v %, je dána vztahem (2)

$$N_{ar} = \frac{N_d \times m_d}{m_w} \quad (2)$$

kde je

- N_d neutralizační hodnota vysušeného vzorku,
- m_d hmotnost vzorku po vysušení v g,
- m_w hmotnost vzorku před vysušením v g.

Poznámka

- 4 Vyjádření výsledků neobsahuje žádné korekční faktory pro materiály s obsahem P₂O₅ vyšším než 3 %.

7 Literatura

- 1 ČSN EN 12945+A₁ (65 4845) – Materiály k vápnění půd – Stanovení neutralizační hodnoty – Titrační metody.

Schválil: RNDr. Jiří Zbírál, PhD., ředitel NRL
Platné od: 6. 9. 2023