

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40060.1 – Stanovení fosforu spektrofotometricky	Revize	0

STANOVENÍ FOSFORU SPEKTROFOTOMETRICKY

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení fosforu v mineralizátech podle postupů JPP ÚKZÚZ, č. 40018.1, 40020.1, 40030.1, 40032.1 (mineralizace na mokré cestě) nebo podle postupu 40034.1 (mineralizace na suché cestě).

2 Princip

Fosforečnany tvoří v kyselém prostředí v přítomnosti molybdenanu a vanadičnanu žlutě zbarvenou heteropolykyselinu molybdatovanadatofosforečnou. Intenzita zbarvení se měří spektrofotometricky a vyhodnocení se provádí metodou kalibrační křivky.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina sírová, H_2SO_4 , koncentrovaná, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.
- 3 Kyselina sírová, H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

Příprava: V kádince o vhodném objemu se opatrně smísí 180 ml vody (1) s 10 ml kyseliny sírové (2).

- 4 Molybdenan amonný, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}$.

- 5 Roztok molybdenanu amonného.

Příprava: 50 g krystalického molybdenanu amonného (4) se za horka rozpustí ve vodě (1), přidá se 85 ml kyseliny sírové (2), roztok se ochladí, převede do 1000ml odměrné baňky, po vytemperování se doplní po značku vodou (1) a obsah baňky se důkladně promíchá.

- 6 Vanadičnan amonný, NH_4VO_3 .

- 7 Roztok vanadičnanu amonného.

Příprava: 2,5 g vanadičnanu amonného (6) se za horka rozpustí ve vodě (1), roztok se ochladí, převede do 1000ml odměrné baňky, po vytemperování se doplní po značku a obsah baňky se důkladně promíchá.

- 8 Vybarvovací roztok pro variantu A.

Příprava: Stejně objemy roztoku molybdenanu amonného (5) a roztoku vanadičnanu amonného (7) se smíchají v poměru (1 : 1), v/v. Roztok se připravuje vždy čerstvý.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40060.1 – Stanovení fosforu spektrofotometricky	Revize	0

9 Vybarvovací roztok pro variantu B.

Příprava: Smíchají se 1 díl roztoku molybdenanu amonného (5), 1 díl roztoku vanadičnanu amonného (7) a 7 dílů vody (1). Roztok se připravuje vždy čerstvý.

10 Základní standardní roztok fosforu o koncentraci 1000 mg/l. Je vhodné použít komerčně dodávaný roztok od ověřeného výrobce, např. Analytika s.r.o., Praha.

11 Standardní kalibrační roztok fosforu, $c(P) = 50 \text{ mg/l}$.

Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 5 ml základního standardního roztoku fosforu (10), baňka se doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá.

12 Standardní kalibrační roztok fosforu, $c(P) = 5 \text{ mg/l}$.

Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml standardního kalibračního roztoku fosforu (11), baňka se doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá.

4 Přístroje a pomůcky

1 Spektrofotometr.

2 Dilutor nebo vhodná dávkovací pipeta.

5 Postup

5.1 Příprava kalibračních standardních roztoků

Kalibrační standardní roztoky se připraví podle tabulky 1 pipetováním kalibračních roztoků (11) a (12) do 100ml odměrných baněk. Do každé baňky se přidá 0,5 ml kyseliny sírové (2) a 20 ml vybarvovacího roztoku (8), baňky se doplní po značku vodou (1) a obsah se důkladně promíchá.

Tabulka 1. Příprava kalibračních standardních roztoků pro fosfor.

Roztok P (11) (ml)	–	–	–	–	5	10	20
Roztok P (12) (ml)	0	5	10	20	–	–	–
Koncentrace P (mg/l)	0	0,25	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0
Obsah P (%)	0	0,025	0,05	0,1	0,25	0,5	1,0

Poznámky

- Pro modelování matrice kalibračních standardních roztoků (tabulka 1) se může použít dvojnásobný objem kyseliny sírové (2) ředěné v poměru (1 : 1), v/v, aby se zabránilo případnému pění roztoků.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40060.1 – Stanovení fosforu spektrofotometricky	Revize	0

5.2 Příprava vzorků k měření

Varianta A

Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml mineralizátu vzorku nebo slepého vzorku, přidá se 20 ml vybarvovacího roztoku (8), baňky se doplní po značku vodou (1) a jejich obsah se důkladně promíchá. Nechá se 1 h stát.

Varianta B

Do zkumavek o vhodném objemu (> 6 ml) se pomocí dilutoru dává 0,5 ml mineralizátu nebo slepého vzorku a 4,5 ml vybarvovacího roztoku (9), obsah zkumavek se důkladně promíchá. Nechá se 1 h stát.

5.3 Měření

Standardní kalibrační roztoky i vzorky se měří po 1 h od promíchání na vhodném spektrofotometru při vlnové délce procházejícího světla 430 nm. Vyhodnocení se provádí metodou kalibrační křivky, zpravidla za pomoci software přístroje.

Poznámky

- 2 Při překročení rozsahu kalibrační křivky se stanovení opakuje po zředění vzorku kyselinou sírovou (3).

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Výsledný obsah fosforu ve vzorku se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{(C_V - C_B) \times V \times F}{m} \times 0,1$$

kde

- X je obsah fosforu ve vzorku v % (m/m),
 C_V koncentrace fosforu v mg/l odečtená z kalibračního grafu,
 C_B koncentrace fosforu v mg/l v roztoku slepého vzorku,
V celkový objem mineralizátu v l,
F faktor ředění mineralizátu (pro ředění podle kap. 5.2 je $F = 10$).

7 Literatura

- 1 Malát, M.: Absorpční anorganická spektrometrie. Academia Praha, 1973.