

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40070.1 – Stanovení vápníku a hořčíku metodou FAAS	Revize	0

STANOVENÍ VÁPŇÍKU A HOŘČÍKU METODOU FAAS

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení vápníku a hořčíku v mineralizátech vzorků rostlinného materiálu připravených podle postupů 40018.1, 40020.1, 40030.1 a 40032.1 (mineralizace na mokré cestě) nebo podle postupu 40034.1 (mineralizace na suché cestě).

2 Princip

Obsah vápníku a hořčíku se stanovuje metodou atomové absorpční spektrofotometrie v plameni acetylen-vzduch. K odstranění interferencí se používá roztok lanthanu. Signál se vyhodnocuje metodou kalibrační křivky.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina chlorovodíková koncentrovaná, HCl (36 – 38) %, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.
- 3 Kyselina chlorovodíková, HCl, zředěná, 1 : 1 (v/v).

Příprava: V kádince o vhodném objemu se opatrně smísí 50 ml vody (1) s 50 ml kyseliny chlorovodíkové (2).

- 4 Oxid lanthanitý, La_2O_3 .

- 5 Roztok lanthanu $c(\text{La}) = 10,0 \text{ g/l}$.

Příprava: V 250ml vysoké kádince se pod hodinovým sklem v 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3) rozpustí 5,86 g oxidu lanthanitého (4). Po dokonalém rozpuštění se roztok převede do 500ml odměrné baňky a po vytemperování se baňka doplní po značku.

- 6 Roztok lanthanu, $c(\text{La}) = 1000 \text{ mg/l}$.

Příprava: Roztok lanthanu (5) se naředí vodou (1) v poměru 1 : 9 v/v.

- 7 Základní standardní roztoky vápníku a hořčíku o koncentraci 1000 mg/l. Je vhodné použít komerčně dodávané roztoky od ověřeného výrobce, např. Analytika s.r.o. Praha.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40070.1 – Stanovení vápníku a hořčíku metodou FAAS	Revize	0

- 8 Směsný standardní kalibrační roztok, $c(\text{Ca}, \text{Mg}) = 100 \text{ mg/l}$.

Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje ze základních standardních roztoků (7) 10 ml roztoku hořčíku a 10 ml roztoku vápníku. Baňka se doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá.

- 9 Kyselina sírová, H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\% \text{ (m/m)}$, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

- 10 Kyselina sírová, H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do kádinky vhodného objemu se k 18 dílům vody (1) přidá 1 díl kyseliny sírové (9) a obsah se důkladně promíchá.

- 11 Acetylen čistý a vzduch tlakový pro FAAS.

Poznámky

- Pro modelování matrice při přípravě kalibračních standardních roztoků se použijí kyseliny odpovídající zvolenému mineralizačnímu postupu. Zde uvedený zkušební postup platí pro mineralizaci vzorků kyselinou sírovou a peroxidem vodíku, postupy č. 40018.1 a 40020.1 pro navážku 1 g vzorku ve 100 ml mineralizátu.*
- Kyselina sírová (10) se používá k ředění mineralizátů vzorků s vysokým obsahem vápníku.*

4 Přístroje a pomůcky

- Atomový absorpční spektrofotometr.
- Dilutor nebo vhodná dávkovací pipeta.

5 Postup

5.1 Příprava kalibračních standardních roztoků

Jednotlivé kalibrační standardní roztoky se připraví pipetováním příslušného objemu směsného kalibračního roztoku (8) do odměrných baněk podle tabulky 1. Do každé baňky se následně přidá roztok lanthanu (5) a kyseliny sírové (9) a baňky se doplní vodou (1) po značku.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40070.1 – Stanovení vápníku a hořčíku metodou FAAS	Revize	0

Tabulka 1. Příprava standardních kalibračních roztoků.

Objem odměrné baňky (ml)	500	100	100	100	100	100	100	100
Roztok Ca a Mg (8) (ml)	0	1	2	5	10	15	20	30
Roztok lanthanu (5) (ml)	45	9	9	9	9	9	9	9
H ₂ SO ₄ (9) (ml)	2,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Koncentrace Ca, Mg (mg/l)	0	1	2	5	10	15	20	30
Obsah Ca, Mg (%)	0	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0

Poznámky

- 3 Pro modelování matrice kalibračních standardních roztoků (tabulka 1) se může také použít dvojnásobný objem kyseliny sírové (9) ředěné v poměru 1 : 1 (v/v).

5.2 Příprava vzorků

Do zkumavek vhodného objemu (> 6 ml) se pomocí dilutoru nebo jiným vhodným způsobem dávákuje 0,500 ml mineralizátu a 4,500 ml roztoku lanthanu (6). Vzorky se měří po důkladném promíchání.

5.3 Postup měření

Kalibrační standardy i vzorky se měří ve stechiometrickém plamenu acetylen-vzduch se šterbinovým hořákem. Tabulka 2 uvádí doporučené vlnové délky pro měření vápníku a hořčíku. Přístroj se nastaví podle doporučení výrobce nebo na základě vlastní optimalizace přístroje. Signál se obvykle integruje 3 s po programové prodlevě 3 s od začátku nasávání vzorku. Měří se metodou kalibrační křivky po dosažení dostatečně stabilizovaných podmínek přístroje. Podle očekávaných obsahů lze zvolit pro měření jen část kalibrační křivky. Vždy se však použije minimálně 5 standardních kalibračních roztoků. Rozsah kalibrační křivky je možné regulovat natáčením hořáku vzhledem k optické ose přístroje.

Tabulka 2. Doporučené vlnové délky pro měření vápníku a hořčíku.

Parametr	Vápník	Hořčík
Vlnová délka (nm)	422,7	285,2

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40070.1 – Stanovení vápníku a hořčíku metodou FAAS	Revize	0

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Výsledný obsah vápníku nebo hořčíku ve vzorku se vypočte podle vztahu

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

kde

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

7 Literatura

- 1 Zbiral, J.: Optimalizace stanovení vápníku a hořčíku v mineralizátech rostlin. Závěrečná zpráva SKZÚZ 1993.
- 2 Sahrawat, K. L.; Kumar, G. R.; Murthy, K. V. S.: Sulphuric acid–selenium digestion for multi-element analysis in a single plant digest. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 33 (2002), 3757 - 3765.