STANOVENÍ OBSAHU HOŘČÍKU A SODÍKU METODOU FAAS A FAES (CELKOVÝ A VODOROZPUSTNÝ)

1 Rozsah a účel

Postup je určen pro stanovení obsahu hořčíku a sodíku v extraktech vzorků průmyslových hnojiv.

2 Princip

Obsah hořčíku se stanoví v extraktu vzorku metodou atomové absorpční spektrofotometrie (FAAS) s atomizací v plameni acetylen-vzduch. Obsah sodíku se stanoví metodou atomové emisní spektrometrie s atomizací v plameni (FAES).

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, $\rho = 1{,}19$ g/ml.

3 Kyselina chlorovodíková, zředěná, c (HCl) ≈ 6 mol/l, (1:1).

Příprava: Kyselina chlorovodíková (2) se zředí vodou (1) v poměru (1 + 1) (V + V). Roztok se uchovává ve skleněné lahvi a je stálý.

4 Kyselina chlorovodíková, zředěná, c (HCl) ≈ 0,5 mol/l.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky, ve které je asi 500 ml vody, (1) se postupně přidá 50 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (2). Obsah baňky se vytemperuje na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a promíchá.

5 Oxid lanthanitý, La_2O_3

6 Lanthan, roztok c(La) = 20 g/l.

Příprava: 11,73 g oxidu lanthanitého (5) se naváží do 200ml kádinky, po částech se opatrně přidá 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3) a rozpustí se za mírného zahřívání. Po rozpuštění se roztok kvantitativně převede do 500ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Výsledná koncentrace c(HCl) v roztoku je asi 0,5 mol/l. Roztok je stálý nejméně 1 rok. Roztok se použije při stanovení hořčíku.

7 Základní standardní roztok prvku, c(Me) = 1 g/l, (Me = Mg nebo Na). Je vhodné použít komerčně dodávané roztoky od ověřeného výrobce.

8 Pracovní standardní roztok hořčíku, c(Mg) = 50 mg/l.

Příprava: Do 200ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml základního standardního roztoku (7), doplní se kyselinou chlorovodíkovou (4) po značku a promíchá.

9 Pracovní standardní roztok sodíku, c(Na) = 100 mg/l.

Příprava: Do 250ml odměrné baňky se pipetuje 25 ml základního standardního roztoku (7), doplní se kyselinou chlorovodíkovou (4) po značku a promíchá.

10 Acetylen pro FAAS.

11 Vzduch tlakový pro FAAS.

Poznámky

1 Pro přípravu roztoku lanthanu lze použít i jiné soli při zachování koncentrace lanthanu v roztoku.

4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,001 g.

2 Elektrická topná deska s regulací teploty.

3 Atomový absorpční spektrofotometr s možností měření atomové emise s dutokatodovou výbojkou pro hořčík.

4 Filtr střední hustoty.

5 Postup

5.1 Kalibrace

Kalibrační roztoky se připraví podle tabulek 1 a 2.

Tabulka 1. Příprava kalibračních roztoků pro hořčík.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku (8) (ml)	Objem odměrné baňky (ml)	Objem roztoku lanthanu (6) (ml)	Koncentrace hořčíku (mg/l)
1	0	200	20	0
2	2	200	20	0,5
3	5	250	25	1
4	10	200	20	2,5
5	20	200	20	5
6	40	200	20	10

Baňky se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4).

Poznámky

2 Koncentrace kyseliny chlorovodíkové a lanthanu v připravených kalibračních roztocích a v roztocích vzorků musí být shodná.

3 Doporučovaná koncentrace La v měřených roztocích se pohybuje v rozmezí 2 – 4 g/l.

Tabulka 2. Příprava kalibračních roztoků pro sodík, do 100ml odměrných baněk.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku (9) (ml)	Koncentrace sodíku (mg/l)
0	0	0
1	0,5	0,5
2	1	1
3	2	2
4	5	5
5	10	10

Odměrné baňky se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4).

5.2 Příprava extraktu vzorku

Příprava extraktu vzorku pro stanovení celkového obsahu hořčíku a sodíku

Do 600ml kádinky se naváží 1 g až 5 g vzorku s přesností 0,001 g. K navážce vzorku se přidá asi 400 ml vody (1), poté se přidá opatrně v malých množstvích 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3). Obsah v kádince se promíchá, kádinka se přikryje hodinovým sklem a na topné desce se zvolna přivede k varu. Při teplotě varu se udržuje 30 min. Sejme se z topné desky a nechá se vychladnout za občasného promíchávání. Potom se kvantitativně převede do 500ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Filtruje se přes filtr střední hustoty do suché nádoby. První podíl asi 50 ml filtrátu se odstraní. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

Zároveň s extraktem vzorku se podle potřeby připraví i slepý pokus stejným postupem, ale bez navážky vzorku.

Příprava extraktu vzorku pro stanovení obsahu ve vodě rozpustného hořčíku a sodíku

Do 600ml kádinky se naváží 1 g až 5 g vzorku s přesností 0,001 g. K navážce vzorku se přidá asi 400 ml vody (1). Kádinka se přikryje hodinovým sklem, obsah se promíchá a na topné desce se zvolna přivede k varu. Při této teplotě se udržuje 30 min. Sejme se z topné desky a nechá se vychladnout za občasného promíchávání a potom se kvantitativně převede

do 500ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Filtruje se přes filtr střední hustoty do suché nádoby. První podíl asi 50 ml filtrátu se odstraní. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

Zároveň s extraktem vzorku se připraví slepý pokus stejným postupem, ale bez navážky vzorku.

5.3 Měření obsahu hořčíku a sodíku

Podle očekávaného obsahu hořčíku se do 100ml odměrné baňky pipetuje vhodný objem extraktu vzorku, přidá se 10 ml roztoku lanthanu (6) a baňka se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4).

Podle očekávaného obsahu sodíku se do 100ml odměrné baňky pipetuje vhodný objem extraktu vzorku a baňka se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4).

Hořčík se měří metodou atomové absorpční spektrofotometrie v plameni acetylen-vzduch při vlnové délce 285,2 nm.

Sodík se měří metodou atomové emisní spektrofotometrie v plameni acetylen-vzduch při vlnové délce 589,0 nm.

Přístroj se nastaví podle doporučení výrobce. Měření kalibračních roztoků, slepých pokusů i vzorků probíhá (3 – 5) s, po ustálení signálu (zpravidla 3 s).

V každé sérii vzorků se provede i stanovení slepého pokusu a vhodného IRM.

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah prvku ve vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v % (w_{Me}) se vypočte podle vztahu

$$w_{Me} = \frac{(c_V - c_S) \times V \times V_1}{m \times a \times 10000}$$

c_v koncentrace prvku v analyzovaném roztoku v mg/l,

c_S koncentrace prvku v roztoku slepého pokusu v mg/l,

V celkový objem extraktu v ml,

m hmotnost navážky vzorku v g,

V_1 celkový objem vzorku po naředění v ml,

a alikvotní objem vzorku použitý k ředění v ml,

Me Mg, Na.

Pro přepočet mezi vyjádřením výsledku jako Mg nebo MgO platí vztah

$$w_{MgO} = w_{Mg} \times 1{,}6583$$

Poznámky

4 Pokud koncentrace prvku v roztoku slepého pokusu nepřesáhne mez stanovitelnosti, lze hodnotu c_S ve výpočtu zanedbat.

5 Stanovený obsah celkového hořčíku jako MgO lze použít pro výpočet sumy oxidu vápníku a hořčíku.

7 Literatura

1 Nařízení (ES) č. 2003/2003, příloha IV, postup 8.1, 8.3, 8.7 a 8.10.

2 ČSN EN 15960: Hnojiva - Extrakce celkového vápníku, hořčíku, sodíku a síry ve formě síranů.

3 ČSN EN 15961: Hnojiva - Extrakce ve vodě rozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a síry ve formě síranů.

4 ČSN EN 16197: Hnojiva - Stanovení hořčíku metodou atomové absorpční spektrometrie.

5 ČSN EN 16199: Hnojiva - Stanovení vyextrahovaného sodíku metodou plamenové emisní spektrometrie.