# STANOVENÍ OBSAHU FOSFORU SPEKTROFOTOMETRICKY

## 1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu celkového fosforu v extraktech vzorků organických a organominerálních hnojiv, popř. i v jiných produktech s nízkým obsahem fosforu.

## 2 Princip

Zbytek vzorku po spálení se vylouží kyselinou chlorovodíkovou, z filtrátu po oddělení nerozpustného zbytku se vyloučí kyselina křemičitá. Ve filtrátu se pak spektrofotometricky stanoví fosforečnan jako molybdenová modř.

## 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Destilovaná, deionizovaná voda.

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná $\rho = 1{,}19$ g/cm$^3$.

3 Kyselina chlorovodíková, HCl, c(HCl) ≈ 6 mol/l.
Příprava: Kyselina chlorovodíková (2) se zředí vodou (1) v poměru (1+1) (V+V). Roztok se uchovává ve skleněné láhvi a je stálý.

4 Kyselina sírová, $H_2SO_4$, koncentrovaná, $\rho = 1{,}84$ g/cm$^3$.

5 Molybdenové činidlo.

Příprava: Do 250ml kádinky se naváží 10 g tetrahydrátu heptamolybdenanu hexamonného, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$, za tepla se rozpustí ve 100 ml vody, po ochlazení se po částech přidá 30 ml kyseliny sírové (4). Roztok se po ochlazení kvantitativně převede do 200ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Uchovává se v temnu a je stálý.

6 Redukční činidlo.

Příprava: Do 250ml kádinky se naváží 0,4 g metolu (síran 4-metylaminofenolu, $C_7H_{10}NO)_2.SO_4$), rozpustí se ve 100 ml vody 40 °C teplé, přidá se 2 g heptahydrátu siřičitanu sodného ($Na_2SO_3.7H_2O$) nebo 1 g siřičitanu sodného ($Na_2SO_3$) a 60 g hydrogensiřičitanu sodného ($NaHSO_3$). Roztok se po ochlazení kvantitativně převede do 200ml baňky, doplní po značku a zfiltruje. Uchovává se v temnu. Stálost roztoku je dva měsíce.

7 Chloroform, $CHCl_3$.

8 Základní standardní roztok fosforu, c($P_2O_5$)= 1 g/l.

Příprava: Do 150ml kádinky se naváží 1,9175 g dihydrogenfosforečnanu draselného ($KH_2PO_4$) předem vysušeného 1 hodinu při 105 °C, rozpustí se ve 100 ml vody (1), kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky, po vytemperování se doplní vodou (1) po značku a promíchá. Roztok se konzervuje přídavkem 0,25 ml chloroformu (7).

9 Pracovní standardní roztok c($P_2O_5$) = 100 mg/l.

Příprava: 10 ml základního standardního roztoku (8) se pipetuje do 100ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a promíchá. Roztok se připravuje vždy čerstvý.

**Poznámky**

*1 Je možné použít i vhodný komerčně dostupný standardní roztok.*

## 4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

2 Vodní lázeň s regulací teploty.

3 Filtrační papír střední a vysoké hustoty.

5 Spektrofotometr s kyvetou 10 mm.

6 Sušárna s regulací teploty.

## 5 Postup

**Kalibrace**

Kalibrační roztoky se připraví podle tabulky č. 1.

**Tabulka č. 1. Příprava kalibračních roztoků pro fosfor.**

| Kalibrační bod | Objem pracovního standardního roztoku (9) (ml) | Objem odměrné baňky (ml) | c($P_2O_5$) (mg/l) |
|---|---|---|---|
| 0 | 0 | 100 | 0 |
| 1 | 1 | 100 | 1 |
| 2 | 2 | 100 | 2 |
| 3 | 5 | 100 | 5 |
| 4 | 10 | 100 | 10 |

Do 100ml odměrných baněk se odpipetuje odpovídající množství pracovního standardního roztoku (9). Objem se vyrovná vodou (1) asi na 25 ml, přidá se asi 0,4 ml kyseliny chlorovodíkové (3), 2 ml redukčního činidla (6). Potom se přidá voda (1) do objemu asi 90 ml

a 2 ml molybdenového činidla (5), doplní se po značku vodou (1) a důkladně se promíchá. Po důkladném promíchání se 60 min nechá probíhat reakce.

**Příprava extraktu vzorku**

Zbytek po žíhání se kvantitativně převede do vysoké kádinky o objemu 250 ml a po částech se za stálého míchání přidá 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3). Vaří se 30 min pod krycím sklem a objem kapaliny se udržuje na stejné úrovni doplňováním objemu kyselinou chlorovodíkovou (3). Po skončení varu se přidá asi 50 ml studené vody (1), filtruje se přes středně hustý filtr do odpařovací misky a nerozpustný zbytek se na filtru promývá horkou vodou (1) okyselenou několika kapkami kyseliny chlorovodíkové (2). Filtrát se na vodní lázni odpaří do sucha a pak se suší 20 min v sušárně při (120 ± 2) $^{o}$C. Ještě mírně teplý vysušený odparek se pod krycím sklem ovlhčí 10 ml kyseliny chlorovodíkové (2), rozetře tyčinkou a asi po 10 min se přidá 150 ml vroucí vody (1). Dobře se promíchá a za občasného míchání se zahřívá 20 min na vodní lázni. Pak se za horka filtruje přes hustý filtrační papír do 250ml odměrné baňky a sraženina se na filtru promývá horkou vodou (1) okyselenou několika kapkami kyseliny chlorovodíkové (3). Filtrát se po vytemperování doplní vodou (1) po značku a důkladně promíchá. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

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

**Poznámky**

*2 V případě stanovení fosforu metodou ICP-OES není třeba odstraňovat křemičitany.*

**Příprava vzorku k měření**

Do 100ml odměrné baňky se pipetuje alikvotní část výluhu vzorku podle tabulky č. 2. Do odměrných baněk se postupně přidá 25 ml vody (1), 2 ml redukčního činidla (6). Potom se přidá voda (1) do objemu asi 90 ml a 2 ml molybdenového činidla (5), doplní se vodou (1) po značku. Po důkladném promíchání se nechá probíhat reakce 60 min.

**Poznámky**

*3 Intenzita modrého zabarvení je stálá po dobu několika hodin.*

**Tabulka č. 2. Navážka vysušeného vzorku, celkový objem zásobního roztoku vzorku a ředění dle obsahu $P_2O_5$ (%).**

| Deklarovaný obsah $P_2O_5$ (%) | < 0,5 | 0,5 – 1,0 | 1,0 – 3,0 | > 3,0 |
|---|---|---|---|---|
| Navážka vzorku (g) v sušině | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Celkový objem výluhu vzorku V (ml) | 250 | 250 | 250 | 250 |
| $a_1$ - objem použitého alikvotního podílu odpipetovaný z V (ml) | 5 | 2 | | |
| Ředění výluhu vzorku $a_1/V_1$ (v : v) | | | 5/100 | 5/100 |
| $a_2$ - objem použitého alikvotního podílu odpipetovaný z V1 (ml) | | | 10 | 5 |

**Měření obsahu fosforu**

Po ukončení vybarvovací reakce se přístroj nastaví podle doporučení výrobce a měří se absorbance kalibračních roztoků a analyzovaných vzorků v kyvetě o optické délce 10 mm, při vlnové délce procházejícího světla $\lambda$ = 650 nm. Výsledky se vyhodnocují metodou kalibrační křivky.

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

**Poznámky**

4 *Pokud koncentrace prvku v roztoku slepého pokusu nepřesáhne mez stanovitelnosti, může se hodnota $c_s$ ve výpočtu zanedbat.*

5 *Pokud byl použit komerční standardní roztok pro přípravu kalibrační křivky, je vhodné provést měření fosforu jako P v jednotkách mg/l.*

6 *Pro vyjádření fosforu jako $P_2O_5$ pak platí vztah P2O5 = P×2,2914.*

## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

**6.1** Obsah celkového fosforu v hnojivu, vyjádřený jako $P_2O_5$ hmotnostním zlomkem v procentech $w_{P2O5}$/s v sušině se vypočte podle vztahu

$$w_{P2O5} = \frac{(c_v - c_s) \times V}{m \times 10000} \times \frac{V_1 \times V_2}{a_2 \times a_1} \quad \text{(\%) v suš.}$$

V celkový objem zásobního roztoku vzorku (ml),

$V_1$ objem po naředění zásobního roztoku vzorku (ml),

$V_2$ konečný objem vzorku k vlastnímu měření (ml),

$a_1$ objem použitého alikvotního podílu z V (ml),

$a_2$ objem použitého alikvotního podílu z V1 (ml),

m hmotnost navážky vysušeného vzorku (g),

$c_v$ koncentrace $P_2O_5$ ve vzorku (mg/l),

$c_s$ koncentrace $P_2O_5$ ve slepém pokusu (mg/l).

### 6.2 Výpočet poměru $K_2O$ v sušině : $P_2O_5$ v sušině

Z obsahu celkového fosforu v hnojivu se vypočte poměr $w_{K2O/S}$ / $w_{P2O5/S}$ podle vztahu

$$\frac{w_{K2O/s}}{w_{P2O5/s}}$$

$w_{K2O/s}$ [AŽ1] obsah celkového draslíku v sušině, vyjádřený jako $K_2O$ hmotnostním zlomkem v (%),

$w_{P2O5/s}$ obsah celkového fosforu v sušině, vyjádřený jako $P_2O_5$ hmotnostním zlomkem v (%).

## 7 Literatura

1 Příloha č. 2 vyhlášky 273/1998 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 3.2.2.