	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b>	Vydání	2
	20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny	Revize	3

# STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI GRAVIMETRICKY A DOPOČET SUŠINY

## 1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu vlhkosti ve vzorcích průmyslových a organických hnojiv.

## 2 Princip

Obsah vlhkosti se stanovuje gravimetricky jako hmotnostní úbytek po vysušení vzorku za předepsaných podmínek.

## 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.
- 2 Mořský písek.

Příprava: Mořský písek se nejprve vyvaří v kyselině chlorovodíkové (4) a potom se propere vodou (1) do negativní reakce na chloridy. Vypraný písek se vysuší po dobu 6 h až 8 h při 105 °C, potom se přežihá 2 h při 450 °C a po vychladnutí se uchovává ve vzorkovnici z neprodyšného materiálu.

- 3 Kyselina chlorovodíková, koncentrovaná, HCl,  $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$ .
- 4 Kyselina chlorovodíková, HCl, zředěná (1+3) (V+V).

Příprava: Kyselina chlorovodíková koncentrovaná (3) se zředí v poměru (1 + 3) (V+V) vodou (1).


## Poznámky

- 1 *Lze použít komerčně dodávaný čistý mořský písek (CAS: 14808-60-7).*

## 4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 Sušárna s automatickou regulací teploty  $(65 - 105) \pm 2 \text{ °C}$ , nejlépe s nucenou cirkulací vzduchu.
- 3 Vysoušecí miska s plochým dnem, zhotovená z nekorodujícího kovu s dobře těsnícím víčkem nebo porcelánová miska o objemu 300 ml.

Schválil: RNDr. Jirí Zbiral, Ph.D., ředitel NRL  
Platné od: 27. 6. 2024

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny	Vydání	2
		Revize	3

Příprava: Misky se vysuší při  $(105 \pm 5)$  °C po dobu 2 h včetně víčka a pak se nechají vychladnout v exsikátoru nejméně 45 min.

- 4 Exsikátor s aktivním vysoušedlem.

### Poznámky

- 2 *Vysoušecí kovové misky jsou zpravidla hliníkové a jsou určeny pro sušení tuhých nebo pevných organických hnojiv. Pro tekutá nebo kapalná organická hnojiva je vhodnější použít porcelánové misky.*

## 5 Postup

### Průmyslová hnojiva (PH)

Do prázdné předsušené a zvážené ( $m_0$ ) vysoušecí misky se naváží 5 g zkušební vzorku s přesností 0,001g a zaznamená se hmotnost misky se zkušebním vzorkem ( $m$ ). Vzorek se v misce rovnoměrně rozprostře.

Vysoušecí miska se vzorkem se vloží do předem vyhřáté sušárny, odklopí se víčko a suší se. Pro různé typy hnojiv je teplota a doba vysoušení uvedena v tabulce č. 1. Po uplynutí předepsané doby se vysoušecí miska se vzorkem vyjme ze sušárny, přiklopí se víčkem a vloží se do exsikátoru. Po vychladnutí se zváží s přesností na 0,001 g ( $m_1$ ).


Pokud se stanovuje vlhkost vzorku do konstantní hmotnosti, vzorek se vkládá do sušárny na dalších 60 min. Opět se stejným způsobem vyjme ze sušárny a zváží. Tento postup se opakuje, dokud se dvě po sobě jdoucí nezávislá vážení liší nejvýše o 0,01 g ( $m_1$ ).

### Organická a organominerální hnojiva (OH)

Do prázdné předsušené vysoušecí misky o hmotnosti ( $m_0$ ) se naváží (5 – 20) g zkušební vzorku s přesností 0,001g a zaznamená se hmotnost misky se zkušebním vzorkem ( $m$ ). Vzorek se ve vysoušecí misce rovnoměrně rozprostře.

U hnojiv obsahujících melasové výpalky, kožní hydrolyzáty, popř. hnojiva, u kterých mohou při sušení nastat problémy s vytvářením pevného povrchu apod., se do vysoušecí misky odváží nejdříve asi (3 – 10) g mořského písku a vysoušecí miska se vysuší v sušárně při  $(105 \pm 5)$  °C 2 h. Po ochlazení v exsikátoru se do takto připravené vysoušecí misky odváží asi (10 – 30) g zkušební vzorku, vzorek se důkladně promíchá s pískem tak, aby nedošlo ke ztrátám vzorku (ani písku). Zaznamená se hmotnost vysoušecí misky s pískem a vzorkem s přesností 0,001 g ( $m$ ). Po vysoušení do konstantní hmotnosti a ochlazení v exsikátoru se zaznamená hmotnost vysoušecí misky s pískem a vzorkem jako hodnota ( $m_1$ ).

Navážka tekutých organických hnojiv ke stanovení sušiny (vlhkosti) původního vzorku se zvýší na (50 – 100) g a zaznamená se hmotnost prázdné misky ( $m_0$ ) a hmotnost misky se zkušebním vzorkem ( $m$ ). Nejprve se porcelánová miska se vzorkem umístí na vodní lázeň vyhřátou na teplotu 65 °C a po odpaření veškeré vody ze vzorku se vloží do vyhřáté sušárny. Suší se 6 h při teplotě  $(105 \pm 5)$  °C.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny	Vydání	2
		Revize	3

Pro stanovení sušiny (vlhkosti) do konstantní hmotnosti se miska se vzorkem vkládá do sušárny na dalších 60 min. Opět se stejným způsobem vyjme ze sušárny a zváží. Tento postup se opakuje, dokud se dvě po sobě jdoucí nezávislá vážení liší nejvýše o 0,01 g ( $m_1$ ).


V každé sérii vzorků se provede i stanovení vhodného IRM.

**Tabulka č. 1. Předepsané časy a teploty pro různé typy hnojiv.**

Typ hnojiva	Teplota (°C)	Čas (h)
Síran amonný	105 ± 5	3
Superfosfát	103 ± 2	3,5
Draselné soli	70 ± 5	1
Amofos	65 ± 5	do konstantní hmotnosti
Vápenatá hnojiva	105 ± 5	do konstantní hmotnosti
Organická hnojiva	105 ± 5	do konstantní hmotnosti
Rostlinné biostimulanty	105 ± 5	do konstantní hmotnosti

### Poznámky

- Pokud se ani po třetím vysušení nedosáhne konstantní hodnoty, může být postup ukončen po nejméně 16 a maximálně 20 hodinách sušení. Výsledek posledního vážení se použije pro výpočet sušiny.*
- Při stanovení vlhkosti kapalných průmyslových hnojiv je výhodné použít mořský písek a zamezit tím možnost vzniku pevné krusty.*
- Pokud je při sušení riziko vzniku pevné krusty na povrchu vzorku (digestáty, kaly aj.) může se spolu s miskou zvážit skleněná tyčinka. S její pomocí se v průběhu sušení krusta rozrušuje. Hmotnost skleněné tyčinky se zahrne do výpočtu.*
- Při teplotě (105 ± 5) °C nelze stanovit sušinu hašených a pálených vápen, hnojiv obsahujících amonné ionty, hnojiv obsahující síran hořečnatý nebo u hnojiv s přísádkem huminových látek. V těchto případech se sušina stanoví vysušením vzorku po dobu 1 hodiny při teplotě (65 ± 5) °C. Do konstantní hmotnosti se vzorek vkládá opakovaně do sušárny vyhřáté na teplotu 65°C na dobu 1 hodiny, dokud se dvě po sobě jdoucí nezávislá vážení liší nejvíce o 0,01 g.*
- Pro vyjádření obsahu rizikových prvků v sušině se u organických hnojiv stanoví sušina ve vzorku vysušeném na vzduchu a upraveném na jemnost mletí 0,5 mm. Suší se při teplotě (105 ± 5) °C do konstantní hodnoty.*

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny	Vydání	2
		Revize	3

- 8 *Vápenatá hnojiva se vysušují nejprve po dobu 3 hodin při teplotě  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ . Následuje opakované sušení vzorku vždy po dobu 1 hodiny při teplotě  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  dokud se dvě po sobě jdoucí nezávislá vážení liší nejvíce o 0,01 g.*
- 9 *V případě stanovení původní vlhkosti organických hnojiv se doporučuje provádět první sušení při teplotě  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  přes noc a poté pokračuje sušení vzorku při teplotě  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  po dobu 1 hodiny do dosažení rozdílu posledních dvou hmotností menšího než 0,5 % nebo 0,002 g.*
- 10 *Pro dosažení minimální hmotnosti vzorku po vysušení kapalných hnojiv (0,3 g ) se naváží přiměřené množství vzorku.*

## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

### Výpočet obsahu vlhkosti

Obsah vlhkosti v hnojivu vyjádřený hmotnostním zlomkem v procentech  $w_V$  se vypočte podle vztahu (1)

$$w_V = \frac{m - m_1}{m - m_0} \times 100 \quad (\%)$$

$m$  hmotnost vysoušecí misky (případně hmotnost misky s pískem) se vzorkem před sušením (g),

$m_1$  hmotnost vysoušecí misky (případně hmotnost misky s pískem) se vzorkem po vysušení (g),

$m_0$  hmotnost prázdné vysoušecí misky (g).

### Výpočet obsahu sušiny


Obsah sušiny vyjádřený hmotnostním zlomkem v procentech ( $w_s$ ) se vypočítá podle vztahu (2 a)

$$w_s = \frac{m_1 - m_0}{m - m_0} \times 100 \quad (\%)$$

$m$  hmotnost vysoušecí misky (případně hmotnost misky s pískem) se vzorkem před sušením (g),

$m_1$  hmotnost vysoušecí misky (případně hmotnost misky s pískem) se vzorkem po vysušení (g),

$m_0$  hmotnost prázdné vysoušecí misky (g).

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti gravimetricky a dopočet sušiny	Vydání	2
		Revize	3

nebo z rozdílu (2 b)

$$w_s = 100 - w_v \quad (\%)$$

$w_v$  obsah vlhkosti v %

### Poznámky

11 *Pokud je nutné vyjádřit výsledek sušiny nebo vlhkosti v jednotkách (g/kg) použije se ve výpočtu podle vztahu (1) a (2a) koeficient 1000 místo 100.*

### 7 Literatura

- 1 Příloha č. 2 vyhlášky 309/2021 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 13.
- 2 ČSN EN 15934 – Kaly, upravený bioodpad, půdy a odpady – Výpočet podílu sušiny po stanovení zbytku po sušení nebo obsahu vody.
- 3 ČSN EN 13040 – Pomocné půdní látky a substráty – Příprava vzorků pro chemické a fyzikální zkoušky, stanovení obsahu sušiny, vlhkosti a objemové hmotnosti laboratorně zhutnělého vzorku.
- 4 ČSN EN 12048 – Hnojiva a materiály k vápnění půd – Stanovení obsahu vody – Gravimetrická metoda po sušení při  $(105 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  (mod ISO 8190:1992).
- 5 ČSN P CEN/TC 17773 – Organická a organominerální hnojiva – Stanovení obsahu sušiny.
- 6 ČSN P CEN/TS 17704 – Rostlinné biostimulanty – Stanovení sušiny.