	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20021.1 - Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě v nepřítomnosti organických látek titračně	Vydání	2
		Revize	2

# STANOVENÍ OBSAHU CHLORIDŮ ROZPUSTNÝCH VE VODĚ V NEPŘÍTOMNOSTI ORGANICKÝCH LÁTEK TITRAČNĚ

## 1 Rozsah a účel

Postup je určen pro stanovení obsahu chloridů ve všech hnojivech, která neobsahují organické látky.

## 2 Princip

Chloridy rozpuštěné ve vodě se v kyselém prostředí vysrážejí nadbytkem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného. Jeho přebytek se titruje odměrným roztokem thiokyanatanu amonného s použitím síranu amonnoželezitého jako indikátoru (postup dle Volharda).

## 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Chlorid sodný, NaCl.
- 3 Chlorid sodný, odměrný roztok,  $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Příprava: Chlorid sodný (2) se vyžihá 2 h při  $550^\circ\text{C}$  a nechá se vychladnout v exsikátoru. Do 100ml kádinky se naváží 5,8443 g chloridu sodného (2), rozpustí se ve vodě (1) a kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky. Roztok se doplní vodou (1) po značku a promíchá. Roztok je stálý 3 měsíce.

- 4 Chroman draselný,  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ .
- 5 Chroman draselný, roztok,  $c(\text{K}_2\text{CrO}_4) = 10 \text{ g/l}$ .


Příprava: 1 g chromanu draselného se rozpustí ve 100 ml vody (1).

- 6 Dusičnan stříbrný,  $\text{AgNO}_3$ .
- 7 Dusičnan stříbrný, odměrný roztok  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Příprava: Do 400ml kádinky se naváží 16,9873 g dusičnanu stříbrného (6), rozpustí se ve vodě (1) a kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky. Obsah baňky se vytemperuje na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a promíchá.

Roztok se uchovává v tmavé lahvi. Stanovení faktoru odměrného roztoku dusičnanu stříbrného je uvedeno v kapitole 5.

- 8 Síran amonnoželezitý dodekahydrát,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ .

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b>	Vydání	2
	20021.1 - Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě v nepřítomnosti organických látek titračně	Revize	2

9 Roztok indikátoru,  $c(\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 40\text{g/l}$ .

Příprava: Ve vodě se rozpustí 40 g síranu amonnoželezitého (8) a doplní se na 1 l.

10 Kyselina dusičná, koncentrovaná,  $\rho = 1,39\text{ g/ml}$ .

11 Kyselina dusičná, roztok,  $c(\text{HNO}_3) = 10\text{ mol/l}$ .

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije asi 250 ml vody (1) a opatrně se přidává 697 ml koncentrované kyseliny dusičné, vytemperuje se na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a promíchá.

12 Thiokyanatan amonný,  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

13 Thiokyanatan amonný, roztok  $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1\text{ mol/l}$ .

Látka je hygroskopická a nelze ji bez rozkladu vysoušet, proto se vždy připravuje roztok přibližné koncentrace.

Příprava: Do 400ml kádinky se naváží (8,5 – 9) g thiokyanatanu amonného (12), rozpustí se ve vodě (1) a kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky.

Stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku thiokyanatanu amonného je uvedeno v kapitole 5.

14 Diethylether,  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ .

#### Poznámka

1 *Místo odměrného roztoku chloridu sodného (3) se může použít odměrný roztok chloridu draselného,  $c(\text{KCl}) = 0,1\text{ mol/l}$ .*

#### 4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

2 Rotační třepačka, (35 – 45) ot/min.


3 Stohmanova baňka, 500 ml.

4 Automatická byreta na 25 ml.

5 Sušárna s možností regulace teploty.

6 Laboratorní pec s regulovatelnou teplotou.

7 Filtr střední nebo vysoké hustoty.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b> 20021.1 - Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě v nepřítomnosti organických látek titračně	Vydání	2
		Revize	2

## 5 Postup

### 5.1 Stanovení faktoru odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7)

Do titrační baňky se pipetuje 20 ml odměrného roztoku chloridu sodného (3), přidá se 0,5 ml roztoku chromanu draselného (5) a 50 ml vody (1). Roztok v baňce se titruje odměrným roztokem dusičnanu stříbrného (7) do vzniku slabého červenohnědého zbarvení, které mícháním nezmizí.

Výpočet faktoru odměrného roztoku dusičnanu stříbrného

$$f_{\text{AgNO}_3} = V_{\text{NaCl}}/V_{\text{AgNO}_3}$$

$V_{\text{NaCl}}$  objem odměrného roztoku chloridu sodného v ml (20ml),

$V_{\text{AgNO}_3}$  spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného v ml.

### 5.2 Stanovení faktoru odměrného roztoku thiokyanatanu amonného (13)

Do titrační baňky se pipetuje 20 ml dusičnanu stříbrného (7). Přidá se 1 ml roztoku síranu amonnoželezitého (9) a 50 ml vody (1) a roztok se titruje odměrným roztokem thiokyanatanu amonného (13) do vzniku červeného zbarvení.

Výpočet faktoru odměrného roztoku thiokyanatanu amonného

$$f_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{V_{\text{AgNO}_3} \times f_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NH}_4\text{SCN}}}$$


$V_{\text{AgNO}_3}$  objem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného v ml (20ml),

$V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$  spotřeba odměrného roztoku thiokyanatanu amonného v ml.

### 5.3 Příprava výluhu vzorku

Do 500ml Stohmanovy baňky se naváží ( $5 \pm 0,001$ ) g vzorku. Přidá se 450 ml vody (1). Obsah v baňce se třepe 30 min v rotační třepačce při (35 – 45) ot/min a poté se doplní vodou (1) po značku. Roztok se promíchá a zfiltruje přes filtr do kádinky. Je-li filtrát zakalený, vzorek se filtruje přes hustý filtr. Prvních 50 ml filtrátu se nepoužije.

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

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b>	Vydání	2
	20021.1 - Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě v nepřítomnosti organických látek titračně	Revize	2

## Poznámky

- 2 *U hnojiv s vysokým obsahem chloridů se navažuje 2,5 g vzorku, celkový objem výluhu je 250 ml a alikvotní podíl je 10 ml výluhu.*

## 5.4 Stanovení

Do titrační baňky se pipetuje alikvotní podíl filtrátu, který obsahuje nejvýše 150 mg chloridů. Je-li objem pipetovaného alikvotního podílu filtrátu menší než 50 ml, musí se doplnit na objem 50 ml vodou (1). Přidá se 5 ml kyseliny dusičné (11), 1 ml indikátoru (9) a 2 kapky odměrného roztoku thiokyanatanu amonného (13) z byrety nastavené na nulu. Pipetou se přidá přesné množství odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7) v přebytku (2 ml až 5 ml). Přidá se 5 ml diethyletheru (14) a dobře se protřepe, aby se sraženina sbalila. Přbytek odměrného roztoku dusičnanu stříbrného se titruje odměrným roztokem thiokyanatanu amonného (13) z byrety (spotřeba 2 kapek odměrného roztoku viz. výše se započte do celkové spotřeby) do vzniku červenohnědého zbarvení, které je stálé za opatrného protřepávání.

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

## Poznámky

- 3 *Diethylether chrání AgCl před reakcí s NH<sub>4</sub>SCN. Tak se dosáhne ostré změny barvy.*
- 4 *Obsahy chloridů ve slepých vzorcích jsou zpravidla zanedbatelné. Slepý pokus je vhodné zařazovat k ověření vnějších vlivů (nové balení chemikálií, výměna laboratorního nádobí, stabilita přístroje apod.).*

## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah chloru ve formě chloridu v hnojivu, vyjádřený jako (Cl) hmotnostním zlomkem v procentech ( $w_{Cl}$ ), se vypočte podle vztahu

$$W_{Cl} = \frac{[(V_{VZAgNO_3} - V_{SlAgNO_3}) \times f_{AgNO_3}] - [(V_{VZNH_4SCN} - V_{SlNH_4SCN}) \times f_{NH_4SCN}] \times V \times 0,0035453}{m \times a} \times 100$$


$V_{VZAgNO_3}$  objem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7) použitého při stanovení v ml,

$V_{SlAgNO_3}$  objem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7) použitého při slepém pokusu v ml,

$f_{AgNO_3}$  faktor odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7),

$V_{VZNH_4SCN}$  spotřeba odměrného roztoku thiokyanatanu amonného při stanovení (13), v ml,

$V_{SlNH_4SCN}$  spotřeba odměrného roztoku thiokyanatanu amonného (13) při slepém pokusu, v ml,

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	<b>Jednotné pracovní postupy -zkoušení hnojiv</b>  20021.1 - Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě v nepřítomnosti organických látek titračně	Vydání	2
		Revize	2

- f<sub>NH4SCN</sub> faktor odměrného roztoku thiokyanatanu amonného,  
V objem odměrné baňky s výluhem vzorku v ml,  
a objem alikvotního podílu výluhu použitý ke stanovení v ml,  
m hmotnost navážky vzorku v g,  
0,003546 množství (Cl) v g, odpovídající 1 ml odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (7).

## 7 Literatura

- 1 Příloha č. 2 k vyhlášce č. 309/2023 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 8.1.
- 2 ČSN EN 16195: Hnojiva - Stanovení chloridů za nepřítomnosti organického materiálu.