	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv 20065.1 – Příprava vodného extraktu hnojiv za tepla	Vydání	1
		Revize	2

PŘÍPRAVA VODNÉHO EXTRAKTU HNOJIV ZA TEPLA

1 Rozsah a účel

Postup je určen pro přípravu vodného extraktu vzorků hnojiv pro stanovení vodorozpustných prvků Ca, Mg, Na, K a S zastoupené v hnojivech v síranové formě.

Poznámky

1 *Rozpustnost CaSO_4 se vzrůstající teplotou klesá. Pokud je v hnojivu přítomen síran vápenatý, je vhodnější ke stanovení vápníku a síry použít extrakci třepáním za studena.*

2 Princip

Vzorek hnojiva se extrahuje vodou při teplotě varu po stanovený čas. Získané extrakty se stabilizují přidávkem kyseliny. V případě potřeby se organické látky odstraní varem po přidávku peroxidu vodíku.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.


- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina dusičná, HNO_3 , 65%, $c(\text{HNO}_3) = 14,3 \text{ mol/l}$; $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$.
- 3 Kyselina dusičná, HNO_3 , zředěná, $c(\text{HNO}_3) \approx 5 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s asi 500 ml vody (1) se přidá 350 ml koncentrované kyseliny dusičné (2). Do baňky se přidá voda (1) do objemu asi 900 ml, roztok se vytemperuje na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a pečlivě promíchá.

- 4 Kyselina dusičná, HNO_3 , zředěná, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,2 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s asi 500 ml vody (1) se přidá 13,8 ml koncentrované kyseliny dusičné (2). Do baňky se přidá voda (1) do objemu asi 900 ml, roztok se vytemperuje na laboratorní teplotu, doplní vodou (1) po značku a pečlivě promíchá.

- 5 Peroxid vodíku, H_2O_2 , 30%, $\rho = 1,11 \text{ g/ml}$.
- 6 Kyselina chlorovodíková, HCl , 36%, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv 20065.1 – Příprava vodného extraktu hnojiv za tepla	Vydání	1
		Revize	2

7 Kyselina chlorovodíková, zředěná, $c(\text{HCl}) \approx 5 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s 500 ml vody (1) se postupně přidá 420 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6). Do baňky se přidá voda (1) do objemu asi 900 ml, roztok se vytemperuje na laboratorní teplotu. Doplní se vodou (1) po značku a pečlivě promíchá.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,001 g.
- 2 Elektrická topná deska s regulací teploty.
- 3 Filtr střední hustoty s vysokou rychlostí filtrace.
- 4 Skleněné a plastové laboratorní nádobí.

5 Postup


Příprava vodného extraktu vzorku

Do 600ml kádinky se naváží (1 – 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 po 30 min. Poté se sejme 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. Po vypláchnutí nádoby asi 50 ml filtrátu se první podíl filtrátu odstraní. Extrakty se stabilizují tak, že do 50ml odměrné baňky se pipetuje 25 ml filtrátu, přidá se 7 ml koncentrované kyseliny dusičné (2) nebo 5 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (7) a doplní vodou (1) po značku. Výsledná koncentrace kyseliny dusičné ve stabilizovaném extraktu je 2 mol/l nebo koncentrace kyseliny chlorovodíkové je 0,5 mol/l. Stabilizované čiré extrakty se použijí pro další analýzu.

Zároveň s extraktem vzorku se připraví slepý pokus stejným postupem, ale bez navážky vzorku, a vzorek referenčního materiálu.

Poznámky

- 2 *Podle potřeby lze navážku vzorku upravit vzhledem k použitému laboratornímu nádobí a charakteru vzorku.*
- 3 *Teplotu v laboratoři je vhodné udržet v rozmezí (20 – 25) °C.*
- 4 *Pokud je obsah síranové síry ve vzorku vyšší než 3 %, pro extrakci se navažuje maximálně 1 g vzorku, aby se dosáhlo extrakčního poměru minimálně (w : v)(1 : 500).*
- 5 *Získané extrakty se stabilizují s ohledem na matici kalibrační křivky a na množství vzorku potřebného ke stanovení.*

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20065.1 – Příprava vodného extraktu hnojiv za tepla	Revize	2

- 6 *Stabilizované extrakty se uchovávají v plastových lahvičkách po dobu maximálně 15 dnů.*
- 7 *Čistota používaného nádobí je velmi důležitá. Před analýzou se veškeré používané nádobí zcela po okraj naplní horkým roztokem 0,2 mol/l HNO₃ (4) a ponechá se působit přes noc. Stejně se čistí plastové zátky, lodičky a nálevky. Následující den se vše důkladně vymyje a pečlivě vypláchne vodou (1).*
- 8 *Náhradou za filtraci může být použití centrifugy. Pro jemně mleté vzorky se doporučuje používat centrifugu nebo filtrační papíry s nesmáčivými okraji.*
- 9 *Nízký obsah organických látek neovlivňuje stanovení prvků metodami ICP-OES a FAAS, a proto není nutné organické látky odstraňovat.*
- 10 *Pokud se pro koncové stanovení použijí jiné metody než ICP-OES, FASS nebo FAES, pak se organické látky odstraní před stabilizací takto: Organické látky se odstraní ve vodném extraktu před stabilizací. Do 100ml kádinky se pipetuje 25 ml vodného extraktu připraveného postupem 5. Přidá se 5 ml peroxidu vodíku (5). Kádinka se uzavře hodinovým sklíčkem a obsah se ponechá stát 1 h při laboratorní teplotě. Poté se kádinka umístí na topnou desku a extrakt se vaří 0,5 h. Pokud je extrakt stále viditelně zbarven organickými látkami, přidá se do ochlazeného extraktu dalších 5 ml peroxidu vodíku (5) a vaří se další 0,5 h do odstranění přebytku peroxidu vodíku. Po získání čirého roztoku se nechá extrakt vychladnout, kvantitativně se převede do 50ml odměrné baňky, přidá se 7 ml koncentrované kyseliny dusičné (2) nebo 5 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (7) a doplní vodou (1) po značku. Výsledná koncentrace kyseliny dusičné ve stabilizovaném extraktu je 2 mol/l nebo koncentrace kyseliny chlorovodíkové je 0,5 mol/l. Stabilizované čiré extrakty se použijí pro další analýzu.*

6 Literatura

- 1 Nařízení Evropského parlamentu a Rady (EU) 2019/1009.
- 2 Příloha č. 2 k vyhlášce 309/2021 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup č. 4.1.2, 5.1.2, 6.1.2 a 7.1.3.
- 3 ČSN EN 15961: Hnojiva – Extrakce ve vodě rozpustného vápníku, hořčíku, sodíku a síry ve formě síranů.
- 4 ČSN ISO 5317: Průmyslová hnojiva. Stanovení draslíku rozpustného ve vodě. Příprava zkušební roztoku.