	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv 20155.1 – Příprava extraktu fosforu rozpustného v roztoku neutrálního citronanu amonného	Vydání	1
		Revize	0

PŘÍPRAVA EXTRAKTU FOSFORU ROZPUSTNÉHO V ROZTOKU NEUTRÁLNÍHO CITRONANU AMONNÉHO

1 Rozsah a účel

Postup je určen přípravu extraktu fosforu rozpustného v neutrálním citronanu amonném ve všech hnojivech se stanovenou rozpustností v neutrálním citronanu amonném.

2 Princip

Fosfor se extrahuje za definovaných podmínek při teplotě 65 °C roztokem neutrálního citronanu amonného o hodnotě pH = 7.

3 Chemikálie


Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina citronová, krystalická, C₆H₈O₇.H₂O.
- 3 Hydroxid amonný, NH₄OH; komerční vodný roztok amoniaku asi (28 – 29) % NH₃.
- 4 Citronan amonný, neutrální roztok, pH = 7,0.

Příprava: v kádince s 1,5 l vody (1) se rozpustí 370 g krystalické kyseliny citronové (2) a přibližně zneutralizuje přidáním 410 ml roztoku hydroxidu amonného (3). Je-li koncentrace komerčního vodného roztoku amoniaku (3) nižší než 28 % NH₃, přidá se příslušně větší množství roztoku hydroxidu amonného a kyselina citronová se rozpustí v příslušně menším množství vody.

Roztok se ochladí a přesně zneutralizuje tak, že se do roztoku ponoří elektroda pH-metru a za míchání na elektromagnetické míchačce se nepřetržitě po kapkách přidává amoniak s obsahem (28 – 29) % NH₃, až se dosáhne hodnoty pH přesně 7,0 při teplotě 20 °C. V tomto okamžiku se roztok převede do 2000ml odměrné baňky, doplní se po značku a znovu se zkontroluje pH.

Roztok se uchovává v pevně uzavřené plastové lahvi s minimálním objemem vzduchu nad roztokem. Za těchto podmínek je roztok stálý nejméně 6 měsíců. Před každým použitím se kontroluje hodnota pH.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv 20155.1 – Příprava extraktu fosforu rozpustného v roztoku neutrálního citronanu amonného	Vydání	1
		Revize	0

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 pH-metr s elektromagnetickou míchačkou.
- 3 Vodní lázeň s termostatem, nastavitelná na 65 °C, opatřená vhodným třepacím zařízením.
- 4 Elektrická topná deska s regulací teploty.
- 5 Filtr střední hustoty, např. KA5/M (Filpap) nebo 42 (Whatman) s vysokou rychlostí filtrace.
- 6 Elektromagnetická míchačka.

5 Postup

5.1 Příprava extraktu vzorku

Navážka vzorku je dána podle typu (druhu) hnojiva. Naváží se:


- 1 g zkušebního vzorku superfosfátu, obohaceného superfosfátu, hnojiv NPK neobsahujících Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát, fosforečnan vápenato-hlinitý, částečně rozložený fosfát ani přírodní měkký fosforit.
- 3 g vzorku zkušebního trojitého superfosfátu, Amofos, NPK obsahující přírodní měkký fosforit nebo částečně rozložený fosfát, nesmí obsahovat Thomasovu moučku, kalcinovaný fosfát a fosforečnan vápenatohlinitý.

Do 250ml Erlenmeyerovy baňky, ve které je již 100 ml roztoku citronanu amonného (4), předem zahřátého na 65 °C, se přenesou (1 ± 0,001) g nebo (3 ± 0,001) g analyzovaného hnojiva.

Erlenmeyerova baňka se uzavře zátkou a protřepe se, aby se hnojivo dobře převedlo do suspenze bez tvorby hrudek. Zátka se na chvíli otevře, aby se vyrovnal tlak a baňka se znovu uzavře. Pak se postaví do vodní lázně, která se reguluje tak, aby se teplota obsahu baňky udržovala přesně na 65 °C. Baňka se připevní k třepačce. Během třepání musí hladina suspenze v baňce ležet stále níže než hladina vodní lázně. Třepání se reguluje tak, aby obsah baňky byl stále ve stavu suspenze.

Přesně po hodině třepání se Erlenmeyerova baňka vyjme z vodní lázně. Pod tekoucí vodou se rychle ochladí na laboratorní teplotu a poté se kvantitativně převede pomocí stříčky do 500ml odměrné baňky. Doplní se po značku vodou (1), promíchá a zfiltruje přes skládaný filtr střední hustoty, přičemž se prvních 50 ml filtrátu nepoužije. Zachytí se přibližně 100 ml čirého filtrátu.

V každé sérii vzorků se připraví extrakt slepého pokusu stejným postupem bez navážky vzorku. Do série se vždy zařadí vhodný vzorek IRM.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv 20155.1 – Příprava extraktu fosforu rozpustného v roztoku neutrálního citronanu amonného	Vydání	1
		Revize	0

Poznámky

- 1 *Pokud vodní lázeň není opatřena třepačkou, je možné v průběhu hodinové extrakce obsah baňky několikrát ručně promíchat.*
- 2 *Za předpokladu, že je zaručena homogenita vzorku, je možné použít nižší navážku vzorku a odpovídající množství extrakčního činidla. Tímto způsobem se významně sníží množství použitých chemikálií a vzorku.*
- 3 *Obsah fosforu se stanoví gravimetricky nebo lze použít přístroj ICP-OES za podmínky vhodného naředění vzorku a upravení matrice podle použité kalibrační křivky.*

6 Literatura

- 1 Příloha č. 2 k vyhlášce 309/2021 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup č. 3.1.4.
- 2 ČSN EN 15957: Hnojiva - Extrakce fosforu rozpustného v neutrálním citranu amonném.