	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv</b>  20320.1 - Stanovení uhlíku, dusíku a síry elementární analýzou	Vydání	2
		Revize	2

## STANOVENÍ UHLÍKU, DUSÍKU A SÍRY ELEMENTÁRNÍ ANALÝZOU

### 1 Rozsah a účel

Postup je určen pro stanovení celkových obsahů uhlíku, dusíku a síry v organických, organominerálních, anorganických hnojivech a surovinách pro jejich výrobu, v materiálech pro vápnění půd, v pomocných půdních látkách, pěstebních substrátech, inhibitech, rostlinných biostimulantech a ve směsích hnojivých výrobků.

### 2 Princip


Vzorky se spalují v proudu kyslíku při vysoké teplotě. Ze vzniklé směsi plynů se dusík, uhlík a síra separují a katalyticky se převedou na N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> a SO<sub>2</sub>, které se vhodným způsobem detekují.

### 3 Chemikálie

- 1 Helium, čistota 99,996 %.
- 2 Kyslík, čistota 99,995 %.
- 3 Standardní matriční vzorky a kalibrační základní standardní látky např. sulfanilamid, sulfadiazin, kyselina L-glutamová, glycin, EDTA aj.
- 4 Látky potřebné pro redukci, oxidaci, katalýzu, odstranění nebo fixaci rušících plynů apod., podle příslušného návodu k použití. Chemikálie dodává výrobce zpravidla v kompletní sadě pro určitý počet analýz.

### 4 Přístroje a pomůcky

- 1 Přístroj určený pro elementární analýzu, (např. VARIO MACRO Elementar Analysensysteme GmbH, Hanau, Germany, PRIMACS100, Skalar B.V., Breda, Holland).
- 2 Analytické váhy s přesností 0,001 mg.
- 3 Planetový achátový mlýnek (např. RETSCH PM 100), achátová třecí miska, drátěné síto s velikostí ok 0,2 mm.
- 4 Sada náhradních součástí, pomůcek a příslušenství pro ověřování těsnosti přístroje dodávaná výrobcem
- 5 Muflová pec.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv</b>  20320.1 - Stanovení uhlíku, dusíku a síry elementární analýzou	Vydání	2
		Revize	2


## 5 Postup

### 5.1 Postup při využití přístroje Vario-Macro

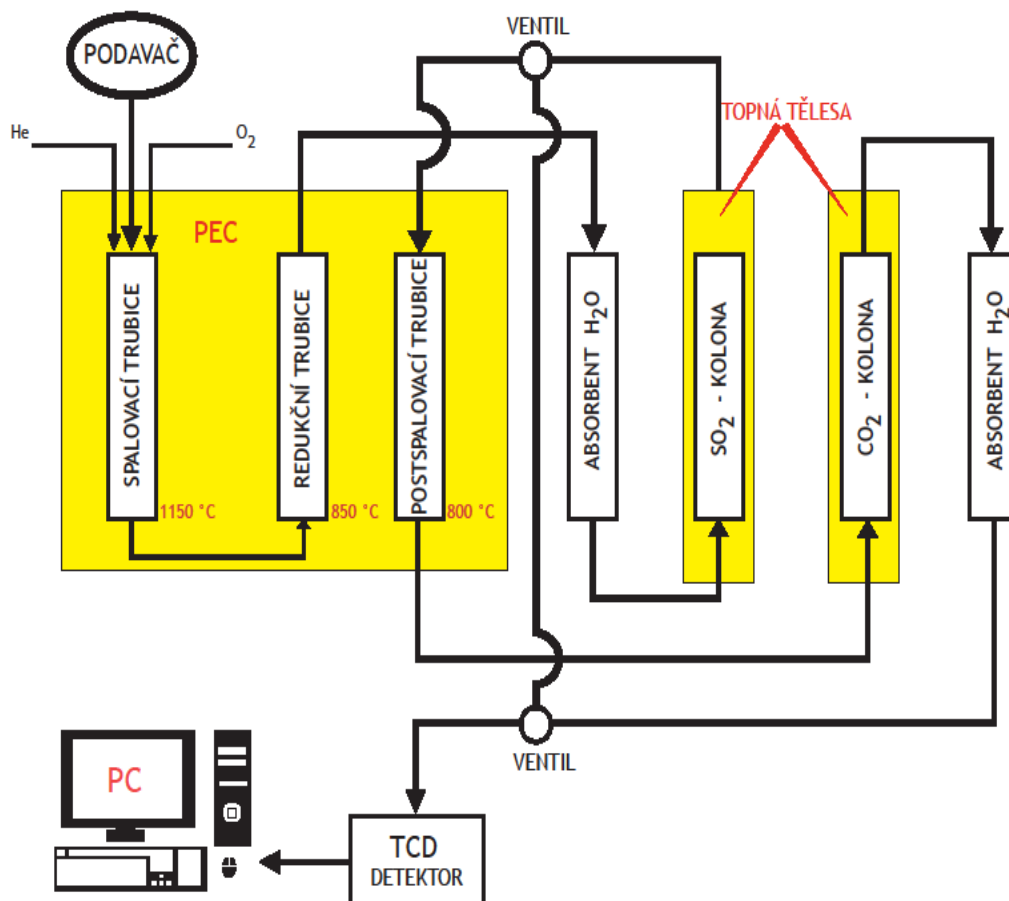
Přístroj se uvede do provozu podle návodu k použití a ověří se těsnost celého systému. Po úspěšném dokončení testu těsnosti se v přístroji nastaví spalovací program podle typu analyzovaných vzorků. Následuje ověření stavu kalibrace proměřením standardních vzorků doporučených výrobcem, které software přístroje využije pro výpočet denního faktoru stanovovaných parametrů a upravuje podle nich výsledky stanovení v měřené sérii vzorků. Hmotnost navážek se pohybuje v rozmezí (20 – 100) mg. Navážené vzorky se uzavírají do kapslí (cínových fólií). Kapsle nesmějí být kontaminovány uvnitř vzduchem a nečistotami na povrchu. Proto se při přípravě kapslí používají pinzety a vzduch je z kapslí odstraňován pomocí lisu. Teplota ve spalovací trubici dosahuje 1150 °C a může být zvýšena přidávkem oxidu wolframového (4) ke vzorku. Ze vzniklé směsi oxidů dusíku, uhlíku a síry se po odstranění vodní páry a halogenových prvků katalyticky v redukční trubici převedou přítomné oxidy dusíku na N<sub>2</sub>, oxidy uhlíku na CO<sub>2</sub> a síra na SO<sub>2</sub>. Koncentrace N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> a SO<sub>2</sub> je ve stejném pořadí změřena pomocí teplotně vodivostního detektoru (TCD).

### Poznámky

- Jako detekční jednotka se používá zejména teplotně-vodivostní detektor (TCD) infračervený nedispersní detektor (NDIR), chemiluminiscenční detektor (CLD) aj. Přístroje pro analýzu jsou zpravidla schopné současně stanovit obsah uhlíku, dusíku a síry. Jedná se o poměrně nákladné přístroje s vysokým stupněm automatizace. Velkou výhodou je rychlost stanovení, vysoká bezpečnost práce, malé množství odpadů a možnost simultánního stanovení více parametrů.*
- Kalibrace přístroje VARIO MACRO je časově náročný proces, proto se provádí jen po větším servisním zásahu do přístroje, např. po výměně TCD detektoru.*
- Jemnost mletí s ohledem na nízké navážky vzorků významně ovlivňuje shodnost výsledků paralelních stanovení. Je třeba dodržovat doporučení výrobce, uvedené v návodu k použití.*
- Při využití přístroje Vario Macro přesnost stanovení při nízkých navážkách vzorků s nízkými obsahy prvků nelze docílit zvyšováním hmotnosti navážky, ale navýšením počtu opakování vzorku.*
- Přístroj Vario-Macro lze upravit pro měření N; C a N; C, N a S. Ke kalibraci přístroje v odlišných modech se použijí základní standardní látky doporučené výrobcem.*
- Po každém zásahu do přístroje Vario Macro se musí ověřit těsnost celého systému.*
- Při použití přístroje Vario-Macro je spodní hranice pracovního rozsahu 0,1 % pro dusík a síru a 0,2 % pro uhlík.*


	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv</b>	Vydání	2
	20320.1 - Stanovení uhlíku, dusíku a síry elementární analýzou	Revize	2

### 5.1.1 Obrázek 1. Schéma přístroje pro stanovení prvků metodou elementární analýzy podle návodu k použití k přístroje VARIO-MACRO, Elementar Analysensysteme GmbH Hanau



### 5.2 Postup při využití přístroje Primacs SNC 100

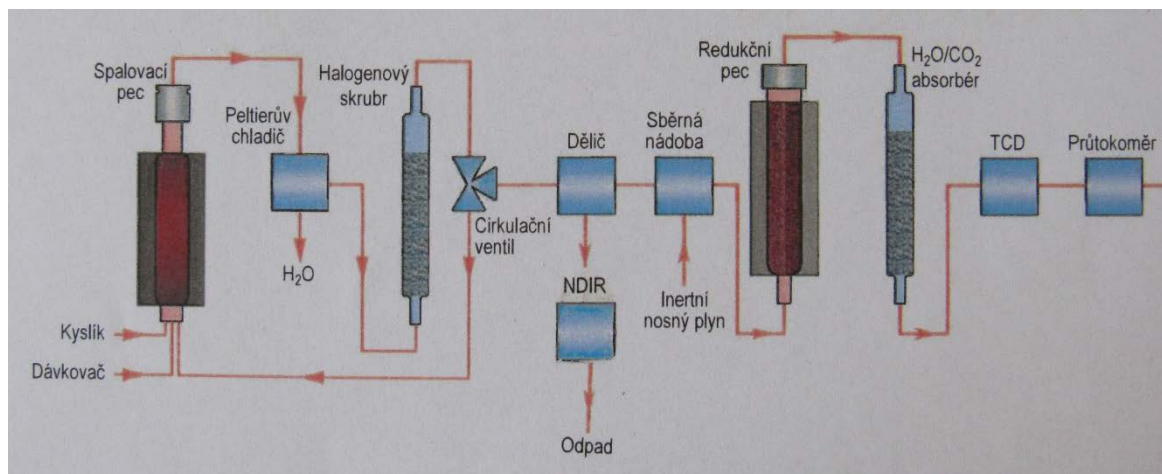
Přístroj se uvede do provozu podle návodu k použití, vybere se metoda podle typu analyzovaných vzorků a provede se kalibrace přístroje. Do keramických kelímků, předem vyžehnaných v muflové peci při teplotě 1000 °C a ochlazených na laboratorní teplotu se naváží (50 – 3000) mg vzorku. Ve spalovací peci je při teplotě (1100 ± 50) °C za přítomnosti kyslíku uhlík kompletně zoxidován na CO<sub>2</sub> a dusík na oxidy NxOy. Proud kyslíku unáší CO<sub>2</sub> po průchodu děličem do nedispersního infračerveného (NDIR) detektoru, kde se stanoví jako celkový uhlík. Oxidy dusíku jsou shromážděny ve sběrné nádobě a jsou unášeny heliem do redukční pece. V ní je veškerý dusík redukován na N<sub>2</sub>. Obsah dusíku je měřen tepelně vodivostním detektorem (TCD).

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv</b>	Vydání	2
	20320.1 - Stanovení uhlíku, dusíku a síry elementární analýzou	Revize	2

## Poznámky

- 8 Manipulaci s kelímky je doporučeno provádět pomocí pinzet, aby se zamezilo kontaminaci.
- 9 Spodní hranice pracovního rozsahu je u přístroje Primacs 100 řádově okolo 0,05 % pro uhlík i pro dusík.

### 5.2.1 Obrázek 2. Schéma přístroje pro stanovení celkového uhlíku a dusíku metodou elementární analýzy podle návodu k použití přístroje Primacs SNC-100, Skalar, Holandsko.



## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

Měření sledovaných parametrů se vyjadřuje v % původního vzorku. Výsledek vypočítá software přístroje.


Pro vyjádření výsledku stanovení v % sušiny se použije vztah

$$V_s = (V_{pv} \times 100) / S_{pv}$$

$V_s$  obsah C, N nebo S v sušině v %,

$V_{pv}$  výsledek měření obsahu C, N nebo S v původním vzorku v %,

$S_{pv}$  sušina původního vzorku v %.

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	<b>Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv</b>  20320.1 - Stanovení uhlíku, dusíku a síry elementární analýzou	Vydání	2
		Revize	2

Změřené hodnoty obsahů C a N vyjádřené v % původního vzorku se použijí pro stanovení poměru C : N, podle vztahu

$$C:N = \frac{V_C}{V_N}$$

$V_C$  obsah uhlíku v původním vzorku v %,

$V_N$  obsah dusíku v původním vzorku v %.

### Poznámky

- 10 *Metoda elementární analýzy je vhodná pro vyšší obsahy uhlíku, dusíku a síry.*
- 11 *Pro výpočet poměru C : N lze použít i obsahy C a N vyjádřené v sušině. Výsledek bude vždy stejný.*

### 7 Literatura

1. I. Matejovič: The application of Dumas Metod for Determination of Carbon, Nitrogen and Sulphur i Plant Samples. Rostl. výr., 42, 1996(7),313-316.
2. G.K. Buckem: Determination of total nitrogen i barely, malt and beer by Kjeldahl procedures and the Dumas combustion Metod – Collaborative trial. Journal of the Institute of Brewing, 100(2), 1994, 57-64.
3. ISO 10694:1995 Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementar analysis).
4. ISO 13878:1998 Soil quality – Determination of total nitrogen content after drycombustion (elemantar analysis).
5. Nařízení Evropského parlamentu a Rady (EU) 2019/1009, kterým se stanoví pravidla pro dodávání hnojivých výrobků EU na trh.