	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10130.1 – Stanovení obsahu draslíku a sodíku metodou FAES	Vydání	1
		Revize	2

STANOVENÍ OBSAHU DRASLÍKU A SODÍKU METODOU FAES

1 Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení draslíku a sodíku v krmivech a minerálních premixech. Stanovení je určeno pro mineralizáty na suché cestě (zpopelnění vzorku a rozpuštění popela v kyselině chlorovodíkové) a pro mineralizáty na mokré cestě (přímé rozpuštění vzorku v kyselině chlorovodíkové).


2 Princip

Koncentrace stanovovaných prvků ve vzorku se zjišťuje na základě charakteristické emise záření draslíku a sodíku na rezonančních čarách těchto prvků v plameni acetylen – vzduch metodou kalibrační křivky.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina chlorovodíková HCl, koncentrovaná, 35%, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.
- 2 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 3 Kyselina chlorovodíková, HCl, roztok $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$.
Příprava: K asi 600 ml vody (2) v 1000ml odměrné baňce se přidá 265 ml HCl (1) a po ochlazení se doplní do 1 litru.
- 4 Kyselina chlorovodíková, HCl, roztok $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.
Příprava: K asi 800 ml vody (2) v 1000 ml odměrné baňce se přidá 88 ml HCl (1) a po ochlazení se doplní do 1 litru.
- 5 Základní certifikovaný standardní roztok draslíku o koncentraci 1000 mg/l.
- 6 Základní certifikovaný standardní roztok sodíku o koncentraci 1000 mg/l.
- 7 Chlorid cesný CsCl, pevný.
- 8 Dusičnan hlinitý nonahydrát, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{ H}_2\text{O}$, pevný.
- 9 Tlumivý roztok.
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odváží 50 g chloridu cesného (7) a 250 g dusičnanu hlinitého (8), rozpustí se ve vodě (2), doplní vodou po značku a promíchá.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10130.1 – Stanovení obsahu draslíku a sodíku metodou FAES	Vydání	1
		Revize	2

10 Kyselina chlorovodíková, HCl, roztok $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$.
Příprava: K asi 400 ml vody (2) v 1000ml odměrné baňce se přidá 530 ml HCl (1) a po ochlazení se doplní do 1 litru.

11 Dusičnan amonný, NH_4NO_3 , roztok 200 g/l.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Atomový absorpční spektrofotometr s možností měření emise nebo plamenový fotometr.
- 2 Křemenné nebo porcelánové kelímky předem vyvařené v kyselině chlorovodíkové (4), vysušené a vyžíhané při 550 °C.
- 3 Muflová pec s automatickou regulací teploty pro rozsahy teplot do 650 °C.
- 4 Elektrický vařič, topná deska nebo plynový kahan.
- 5 Filtrační papír střední hustoty, bezpopelný.
- 6 Sušárna laboratorní elektrická, s možností odvětrávání, automatickou regulací teploty a teploměrem pro rozsah teplot nejméně do 120 °C.
- 7 Analytické váhy s přesností nejméně 0,001g.

Poznámky

- 1 *Lze použít i platinové kelímky. V takovém případě se musejí dodržovat pravidla pro práci s platinovým nádobím. Platinové kelímky nelze použít pro analýzu premixů a minerálních surovin.*


5 Postup mineralizace

Pokud vzorek obsahuje organickou hmotu, postupuje se podle 5.1.

Vzorek minerálního původu, který neobsahuje žádnou nebo téměř žádnou organickou hmotu, se zpracovává podle 5.2.

Poznámky

- 2 *Zjištění přítomnosti organické hmoty: lžička se vzorkem se vloží do plamene. Pokud dojde k tání, vzorek organickou hmotu neobsahuje. Pokud dojde ke změně barvy a tání se neobjeví, vzorek organickou hmotu obsahuje.*

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10130.1 – Stanovení obsahu draslíku a sodíku metodou FAES	Vydání	1
		Revize	2

5.1 Rozklad krmiv organického původu na suché cestě

Do spalovacího kelímku se podle předpokládaného obsahu prvků odváží asi 5 g zkušební vzorku s přesností nejméně 0,001 g a obsah kelímku se pozvolna zpopelní na elektricky vyhřívané desce nebo na kahanu. Potom se kelímek se zuhelnatěným vzorkem vloží do muflové pece a spaluje se 3 h při teplotě $(550 \pm 20) ^\circ\text{C}$. Po uplynutí této doby se kelímek vyjme, nechá se zchladit v exsikátoru a spálený vzorek se vizuálně posoudí na přítomnost uhlíkatých částic. Pokud jsou přítomny, vzorek se zvlhčí několika kapkami roztoku dusičnanu amonného (11), kelímek se vysuší v sušárně při $103 ^\circ\text{C}$ do sucha, vloží znovu do muflové pece a při teplotě $(550 \pm 20) ^\circ\text{C}$ se spaluje ještě 1 hodinu (poznámka 3).

Alternativním postupem je spalování navážky vzorku ve spalovacím kelímku v muflové peci. Kelímek se umístí do studené muflové pece, teplota se postupně zvyšuje a po dosažení teploty $(550 \pm 20) ^\circ\text{C}$ se spaluje 5 h. Poté se kelímek nechá vychladnout a zkontroluje se přítomnost uhlíkatých částic. Pokud jsou přítomny, vzorek se zvlhčí několika kapkami roztoku dusičnanu amonného (11), kelímek se vysuší v sušárně při $103 ^\circ\text{C}$ do sucha, vloží znovu do muflové pece a při teplotě $(550 \pm 20) ^\circ\text{C}$ se spaluje ještě 1 hodinu (poznámka 3).

Po ochlazení se popel mírně zvlhčí vodou (2) a pomocí kyseliny chlorovodíkové (3) se kvantitativně převede do 250ml kádinky. Celkové množství roztoku kyseliny chlorovodíkové nemá překročit 75 ml. Kádinka se přikryje krycím sklíčkem, obsah se uvede do varu a vaří se asi 15 min. Obsah kádinky se ještě za horka filtruje přes středně hustý filtrační papír do 250ml odměrné baňky. Filtr se několikrát promyje horkou vodou (2). Filtrát v odměrné baňce se vytemperuje, doplní vodou (2) po značku a promíchá (zásobní roztok).

Pro každou měřenou sérii se připraví slepý pokus tak, že se provedou stejné operace bez zkušební vzorku.


Poznámky

3 *Dusičnan amonný se musí přidávat opatrně, aby se zamezilo dispergování popela.*

5.2 Rozklad krmiv minerálního původu na mokré cestě

Do 250ml kádinky se naváží 1 g až 5 g zkušební vzorku s přesností nejméně 0,001 g. Postupně se za občasných promíchání přidá 100 ml kyseliny chlorovodíkové (10) a přikryje se hodinovým sklíčkem. Po ukončení bouřlivé reakce se kádinka nechá přikrytá krycím sklíčkem, obsah se uvede do mírného varu a vaří se 15 min. Obsah kádinky se ještě za horka filtruje přes středně hustý filtrační papír do 250ml odměrné baňky. Filtr se několikrát promyje horkou vodou (2). Filtrát v odměrné baňce se vytemperuje, doplní vodou (2) po značku a promíchá (zásobní roztok). Podle očekávaného obsahu jednotlivých prvků se tento mineralizát měří buď přímo, nebo po potřebném naředění kyselinou chlorovodíkovou (4).

Pro každou měřenou sérii se připraví slepý pokus tak, že se provedou stejné operace bez zkušební vzorku.

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10130.1 – Stanovení obsahu draslíku a sodíku metodou FAES	Vydání	1
		Revize	2

Poznámky

4 *Sklo umyté v myčce se dále čistí následujícím způsobem: sklo se naplní 5 % kyselinou dusičnou a nechá se máčet nejlépe přes noc. Poté se kyselina vylije, sklo se nechá okapat, vypláchne se 3 × vodou (2) a vysuší. Sklo se přechovává suché v uzavíratelných boxech.*

6 Měření, příprava kalibračních roztoků a křivek

6.1 Příprava kalibračních roztoků a kalibrační křivky pro draslík

Pro přípravu kalibrační křivky draslíku se použije základní neředěný certifikovaný roztok draslíku (5).

Kalibrační křivka: Do 100ml odměrných baněk se pipetuje (0; 0,5; 1; 2; 5; 10) ml základního certifikovaného standardního roztoku o koncentraci draslíku 1000 mg/l (5) a baňky se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4). Koncentrace draslíku v roztocích pro sestavení kalibrační křivky je (0; 5; 10; 20; 50;100) mg/l.

6.2 Příprava kalibračních roztoků a kalibrační křivky pro sodík

Pracovní standardní roztok sodíku: Ze základního certifikovaného standardního roztoku o koncentraci sodíku 1000 mg/l (6) se do 100ml odměrné baňky pipetuje 10 ml, baňka se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4) a promíchá se. Pracovní standardní roztok obsahuje sodík o koncentraci 100 mg/l.


Kalibrační křivka: Do 100ml odměrných baněk se pipetuje (0; 1; 2; 3; 5; 10; 20) ml pracovního standardního roztoku sodíku a baňky se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4). Koncentrace sodíku v roztocích pro sestavení kalibrační křivky je (0; 1; 2; 3; 5;10; 20) mg/l.

Poznámky

5 *Koncentrace vybraných prvků musí ležet v rozsahu citlivosti použitého atomového absorpčního spektrofotometru s možností měření emise. V závislosti na typu a citlivosti použitého spektrofotometru se mohou vybrat další kalibrační rozsahy.*

6.3 Měření

Při měření se využívá stechiometrický nebo mírně oxidační plamen. Intenzita emise těchto prvků se měří v plameni acetylen-vzduch, emise draslíku se měří při vlnové délce 766,5 nm, emise sodíku při vlnové délce 589,6 nm. Měří se s hořákem určeným pro emisní měření. U přístrojů AAS je možné použít i šterbinový hořák, který je třeba vhodně natočit k optické ose přístroje. Přístroj se nastavuje podle doporučení výrobce nebo na základě vlastní optimalizace přístroje. Zesílení na detektoru se nastavuje při zmlžování nejvyššího bodu kalibrační křivky. Integrace signálu probíhá obvykle 3 s po prodlevě pro ustálení signálu. Měří se metodou kalibrační křivky po dosažení dostatečně stabilizovaných podmínek

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10130.1 – Stanovení obsahu draslíku a sodíku metodou FAES	Vydání	1
		Revize	2

přístroje. Průběžně je vhodné kontrolovat stabilitu měření zařazováním kalibračních standardů, popřípadě provést recalibraci.

Poznámky

- 6 *Při vyšších obsazích stanovovaných prvků je třeba natočit hořák vzhledem k optické ose přístroje. Pokud je třeba, ředí se zkoušené roztoky kyselinou chlorovodíkovou (4), aby se získala emise ležící v lineární části kalibrační křivky.*
- 7 *Za účelem eliminace interference rušivých prvků lze použít přídavek tlumivého roztoku (9). Je nutné si bezpečně ověřit, kdy je přídavek tlumivého roztoku opodstatněný.*
- 8 *Je možné použít i metodu FAAS za předpokladu přídavku tlumivého roztoku (9) do měřených vzorků i kalibrační křivky. Pro měření jsou použitelné alternativní vlnové délky pro Na 589,0 nm a pro K 769,9 nm uvedené v návodu pro obsluhu přístroje.*

7 Výpočet a vyjádření výsledků

Koncentrace příslušného prvku v roztoku se odečte z kalibrační křivky.

Výsledná koncentrace prvku ve vzorku se vypočte po odečtení slepého pokusu podle vztahu

$$X_{elem} = \frac{(C_V - C_B) \times V \times F}{m} \times 0,1$$

kde

X_{elem} je obsah prvku vyjádřený v %,

C_V je koncentrace příslušného prvku v extraktu vzorku v mg/l, odečtená z kalibračního grafu,

C_B je koncentrace příslušného prvku v mg/l v roztoku slepého pokusu,

m je hmotnost navážky vzorku v g,

F je faktor ředění,

V je celkový objem filtrátu nebo extraktu v litrech.