STANOVENÍ OBSAHU DRASLÍKU METODOU FAES

1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu draslíku v extraktech vzorků organominerálních, organických a statkových hnojiv. Metoda je vhodná zejména pro nižší obsahy draslíku.

2 Princip

Zbytek vzorku po spálení se extrahuje kyselinou chlorovodíkovou. V extraktu se stanoví obsah draslíku metodou atomové emisní spektrometrie s atomizací v plameni (FAES). Připouští se též stanovení metodou atomové absorpční spektrometrie (FAAS) nebo optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-OES).

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, $\rho = 1{,}19\ g/cm^3$.

3 Kyselina chlorovodíková, zředěná $c(HCl) \approx 6\ mol/l$.
Příprava: Kyselina chlorovodíková koncentrovaná (2) se zředí vodou (1) v poměru (1 + 1). Roztok se uchovává ve skleněné láhvi.

4 Kyselina chlorovodíková, zředěná $c(HCl) \approx 0{,}5\ mol/l$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s asi 500 ml vody (1) se postupně přidá 50 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (2). Obsah baňky se vytemperuje na laboratorní teplotu a doplní vodou (1) po značku.

5 Základní standardní roztok draslíku, $c(K)= 1g/l$.

Příprava: Do 150ml kádinky se naváží 1,9068 g chloridu draselného (KCl) předem vysušeného 1 h při 105 ^{o} C, rozpustí se ve 100 ml vody (1), kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky a po vytemperování se doplní vodou (1) po značku.

6 Pracovní standardní roztok draslíku, $c(K) = 100\ mg/l$.

Příprava: 10 ml základního standardního roztoku (5) se pipetuje do 100ml odměrné baňky, doplní kyselinou chlorovodíkovou (4) po značku a promíchá.

7 Acetylen pro FAAS.

8 Vzduch tlakový pro FAAS.

Poznámky

1 Pro přípravu základního standardního roztoku draslíku se může použít také vhodný komerční roztok.

4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

2 Elektrická topná deska s regulací teploty.

3 Filtrační papír střední a vysoké hustoty.

4 Atomový absorpční spektrometr

5 Sušárna s automatickou regulací teploty.

5 Postup

Kalibrace

Kalibrační roztoky se připraví podle tabulky č.1.

Tabulka č. 1. Příprava kalibračních roztoků pro draslík.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku (6) (ml)	Objem odměrné baňky (ml)	c(K) (mg/l)
0	0	100	0
1	5	100	5
2	10	100	10
3	20	100	20
4	40	100	40
5	50	100	50

Odměrné baňky se doplní po značku kyselinou chlorovodíkovou (4) a obsah se pečlivě promíchá.

Poznámky

2 Koncentrace kyseliny chlorovodíkové v kalibračních roztocích a v měřených roztocích vzorků musí být shodná.

Příprava extraktu vzorku

Zbytek po žíhání získaný podle postupu JPP ÚKZÚZ, metoda č. 20010.1 se kvantitativně převede do vysoké kádinky o objemu 250 ml a po částech se za stálého míchání přidá 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3). Vaří se 30 min pod krycím sklem a objem kapaliny se udržuje na stejné úrovni doplňováním objemu kyselinou chlorovodíkovou (3). Po skončení varu se přidá asi 50 ml studené vody (1), filtruje se přes středně hustý filtr do 250ml odměrné baňky a po vytemperování se doplní vodou (1) po značku a důkladně promíchá. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

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

Měření obsahu draslíku

Vhodný objem extraktu vzorku (podle očekávaného obsahu draslíku) se pipetuje do100ml odměrné baňky a doplní po značku roztokem kyseliny chlorovodíkové (4). Měří se metodou atomové emisní spektrofotometrie v plameni acetylen-vzduch. Přístroj se nastaví v souladu s doporučením výrobce. Měření kalibračních roztoků, slepých pokusů i vzorků probíhá (3 – 5) s po ustálení signálu (zpravidla 3 s) při vlnové délce 766,5 nm nebo při 769,9 nm.

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

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah draslíku ve vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v % (w_K) v sušině se vypočte podle vztahu

$$w_K = \frac{(c_{vz} - c_s) \times V \times V_1}{m \times a \times 10000} \qquad (\%) \text{ v suš.}$$

c_{vz} koncentrace draslíku v analyzovaném roztoku vzorku (mg/l),

c_s koncentrace draslíku v roztoku slepého pokusu (mg/l),

V celkový objem výluhu (ml),

m hmotnost navážky vysušeného vzorku (g),

V_1 celkový objem vzorku po naředění (ml),

a alikvotní objem vzorku vzatý k ředění (ml).

Přepočet obsahu draslíku na K_2O: $W_{K2O} = W_K \times 1{,}2046$ (%)

Poznámky

3 Pokud koncentrace draslíku v roztoku slepého pokusu nepřesáhne mez stanovitelnosti, je možno hodnotu c_s ve výpočtu zanedbat.

4 Obsah draslíku metodou FAES je možné stanovit také v extraktech získaných podle JPP ÚKZÚZ, postup 20170.1 a postup 20171.1.

5 Hodnota celkového obsahu K_2O v sušině se použije pro výpočet poměru $K_2O : P_2O_5$.

7 Literatura

1 Příloha č. 2 k vyhlášce č. 273/1998 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 4.2.2.

2 Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č.2003/2003, příloha IV, postup 4.1.