

	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20066.1 – Příprava extraktu hnojiv kyselinou chlorovodíkovou za tepla	Revize	0

PŘÍPRAVA EXTRAKTU HNOJIV KYSELINOU CHLOROVODÍKOVOU ZA TEPLA

1 Rozsah a účel

Postup je určen pro přípravu extraktu vzorků hnojiv pro stanovení celkových obsahů prvků Ca, Mg, Na, K a S v síranové formě.

2 Princip

Vzorek hnojiva se extrahuje zředěnou kyselinou chlorovodíkovou při teplotě varu po stanovený čas.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, ρ (HCl) = 1,19 g/ml.
- 3 Kyselina chlorovodíková, zředěná, c (HCl) $\approx$ 6 mol/l, (1:1).

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se přidá asi 400 ml vody (1) a postupně se přidá 500 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (2). Obsah baňky se vytemperuje na laboratorní teplotu, doplní se vodou (1) po značku a promíchá se. Roztok je při laboratorní teplotě stálý.

- 4 Kyselina dusičná, HNO₃, 65%, ρ (HNO₃) = 1,40 g/ml.
- 5 Kyselina dusičná, zředěná, c (HNO₃) $\approx$ 0,2 mol/l.

Příprava: Do 2000ml odměrné baňky s asi 1000 ml vody (1) se odměrným válečkem přidá 27,6 ml kyseliny dusičné (4), roztok se promíchá a po vychladnutí doplní vodou (1) po značku.

4 Přístroje a pomůcky

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

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20066.1 – Příprava extraktu hnojiv kyselinou chlorovodíkovou za tepla	Revize	0

5 Postup

5.1 Příprava extraktu vzorku minerálních a organominerálních hnojiv

Do 600ml kádinky se naváží 1 g až 5 g vzorku s přesností 0,001 g. K navážce vzorku se přidá asi 400 ml vody (1), poté se přidá opatrně v malých množstvích 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3). Obsah v kádince se promíchá, kádinka se přikryje hodinovým sklem a na topné desce se zvolna přivede k varu. Při teplotě varu se udržuje 30 min. Sejme se z topné desky a nechá se vychladnout za občasných 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. Prvním podílem, asi 50 ml filtrátu, se nádoba vypláchne a první podíl se nepoužije. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

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

5.2 Příprava extraktu vzorku organických hnojiv

Zbytek po žihání získaný podle postupu JPP ÚKZÚZ č. 20010.1 (Stanovení obsahu popela a spalitelných látek gravimetricky) 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 a vzorek referenčního materiálu.

Poznámky

- 1 *Navážka vzorku a celkový objem extraktu závisí na charakteru vzorku, obsahu stanovovaného prvku a použité koncové analytické metodě.*
- 2 *Pokud vzorek obsahuje méně než 2 % draslíku, pro přípravu extraktu se použije navážka 10 g vzorku za předpokladu gravimetrického stanovení obsahu K.*
- 3 *Pokud vzorek obsahuje méně než 15 % síry, pro přípravu extraktu se použije navážka 5 g vzorku za předpokladu gravimetrického stanovení obsahu S.*
- 4 *Matrice extraktů je možné upravit podle použité koncové analytické metody.*
- 5 *Čistota používaného nádobí je velmi důležitá. Před analýzou se veškeré používané nádobí zcela po okraj naplní horkým roztokem 0,2 mol/l HNO₃ (5) 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).*

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – Zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20066.1 – Příprava extraktu hnojiv kyselinou chlorovodíkovou za tepla	Revize	0

- 6 *Náhradou za filtraci může být použití centrifugy. Pro jemně mleté vzorky se doporučuje používat centrifugu nebo filtrační papíry s nesmáčivými okraji.*
- 7 *Extrakty mohou být uchovávány po dobu maximálně 15 dnů.*

6 Literatura

- 1 ČSN EN 15960: Extrakce celkového vápníku, hořčíku, sodíku a síry ve formě síranů.
- 2 ČSN ISO 7407: Průmyslová hnojiva. Stanovení draslíku rozpustného v kyselině. Příprava zkušební roztoku.
- 3 Příloha č. 2 k vyhlášce 309/2021 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 4.1.1.1, 4.1.1.3, 5.1.1.2, 6.1.1.1, 7.1.1.