

|                                                                                   |                                                    |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------|---|
|  | Národní referenční laboratoř                       | Strana | 1 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv</b> | Vydání | 1 |
|                                                                                   | 20062.1 – Extrakce prvků lučavkou královskou       | Revize | 1 |

## EXTRAKCE PRVKŮ LUČAVKOU KRÁLOVSKOU

### 1 Rozsah a účel

Postup je určen pro mineralizaci vzorků minerálních, organických a organo-minerálních hnojiv, biostimulantů a podobných materiálů včetně surovin pro jejich výrobu.

#### Poznámky

- 1 V mineralizátu je možné stanovit obsahy Al, As, B, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, V, Zn a případně další prvky v závislosti na použité instrumentaci.

### 2 Princip

Upravený vzorek se extrahuje směsí kyseliny chlorovodíkové a kyseliny dusičné (3 + 1) (V + V) za zvýšené teploty.

### 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina chlorovodíková, HCl, 35%,  $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$ .
- 3 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , 65%,  $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ .
- 4 Matriční roztok (lučavka královská), směs HCl a  $\text{HNO}_3$ .

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s asi 500 ml vody (1) se přidá 47 ml koncentrované kyseliny dusičné (3) a 140 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (2). Po vytemperování na laboratorní teplotu se doplní vodou (1) po značku a promíchá.

- 5 Prostředek zamezující pění, např. oktanol apod.

### 4 Přístroje a pomůcky

- 1 Mineralizační zařízení (např. mineralizační blok s pomocným vrchním ohřevem, HotBlock).
- 2 Topná deska s regulací teploty.
- 3 Mineralizační tuby s chladiči nebo vysoké 150ml kádinky, hodinová sklička.
- 4 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 5 Filtrační papír střední hustoty s vysokou rychlostí filtrace.

|                                                                                   |                                                    |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------|---|
|  | Národní referenční laboratoř                       | Strana | 2 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv</b> | Vydání | 1 |
|                                                                                   | 20062.1 – Extrakce prvků lučavkou královskou       | Revize | 1 |

6 Dilutor.

## 5 Postup

### 5.1 Mineralizace v mineralizačním bloku nebo na topné desce

Do mineralizační tuby nebo kádinky se s přesností 0,001 g naváží (1 – 3,5) g upraveného vzorku. Vzorek se rovnoměrně zvlhčí přidavkem asi (0,5 – 1) ml vody (1) a za jemného promíchávání se přidá 21 ml kyseliny chlorovodíkové (2) a následně 7 ml kyseliny dusičné (3). Kyseliny se opatrně, po kapkách, přidávají tak, aby se omezilo pění. K mineralizační tubě se připojí chladič a takto připravený vzorek se nechá stát při laboratorní teplotě, dokud téměř neustane pění, aby došlo k pomalé oxidaci veškeré organické hmoty ve vzorku. Tuby se umístí do mineralizačního bloku, teplota bloku se nastaví na teplotu 50 °C a nechá se temperovat asi 60 min. Pokud se k mineralizaci používají kádinky (pro minerální hnojiva), přikryjí se hodinovými sklíčky a umístí se na studenou topnou desku. Teplota mineralizačního bloku nebo topné desky se postupně zvyšuje do dosažení varu. Mírný var směsi se udržuje 2 h. Ochlazený mineralizát se převede kvantitativně do 150ml odměrných baněk tak, že se tuby nebo kádinky postupně třikrát vyplachují vodou (1). Pak se odměrné baňky doplní vodou (1) po značku. Po promíchání a usazení nerozložitelného podílu se mineralizát filtruje přes filtrační papír střední hustoty do uzavíratelných plastových nádobek. První podíl (asi 10 ml) filtrátu se nepoužije. Stejným způsobem se připraví slepý pokus bez použití vzorku.

### Poznámky

- 2 *Je možné použít i modifikovaný postup. Ke 2 g vzorku se přidá 15 ml kyseliny chlorovodíkové (2), potom se přidá 5 ml kyseliny dusičné (3). Následuje mineralizační postup podle bodu (5.1) bez dalších úprav. Mineralizovaný vzorek se převádí do 100ml odměrné baňky.*
- 3 *Není-li možné získat potřebné množství upraveného vzorku usušeného na vzduchu, odpaří se v kádince takové množství tekutého vzorku, aby výsledná navážka vysušeného vzorku k mineralizaci obsahovala minimálně 1 g pevného podílu.*
- 4 *Mineralizační tuby musejí být dostatečně velké, aby umožnily co nejlepší smáčení vzorku směsí kyselin.*
- 5 *Pro stanovení boru je třeba použít takové chemické nádobí, které nezpůsobí kontaminaci vzorku borem.*
- 6 *Pro ředění mineralizátů se používá matriční roztok (4).*
- 7 *Nadměrné pění vzorku lze omezit i působením kyseliny dusičné na vzorek po dobu 12 h.*
- 8 *Před stanovením P, K, Ca, Mg, Na, Al, Fe je zpravidla nutné, vzhledem k použité měřicí instrumentaci, extrakt minimálně desetinásobně naředit matričním roztokem (4).*

|                                                                                   |                                                    |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------|---|
|  | Národní referenční laboratoř                       | Strana | 3 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv</b> | Vydání | 1 |
|                                                                                   | 20062.1 – Extrakce prvků lučavkou královskou       | Revize | 1 |

## 5.2 Mineralizace v HotBlock mineralizačním bloku

Do 50ml polypropylenových dělených zkumavek se šroubovacím víčkem se naváží 0,5 až 1 g vzorku s přesností 0,001 g. Přidá se 10 ml kyseliny chlorovodíkové (2) a 4 ml kyseliny dusičné (3). Pokud vzorek nadměrně pění, zkumavky se zchladí například pomocí vodní lázně nebo se přidá jedna kapka prostředku proti pění (5). Vzorek se zamíchá a ponechá stát tak dlouho, dokud se nepřestane tvořit pěna. Pak se zkumavka uzavře plastovým hodinovým sklíčkem nebo volně nasazeným uzávěrem, ponechá se tak malý prostor pro únik par. Zkumavky se vloží do hnízd v bloku a zapne se ohřev.

Pomalou se zvyšuje teplota reakční směsi na teplotu varu a udržuje se po dobu 2 h, plastové hodinové sklíčko nebo volně nasazený uzávěr na horní části plastové zkumavky slouží v tomto případě jako zpětný chladič. Po ukončení mineralizace se zkumavka ochladí a doplní se vodou (1) po značku na 50 ml. Po promíchání se mineralizát filtruje nebo odstředí. Při filtraci se první část filtrátu (přibližně 10 ml) nepoužije. Stejným způsobem se připraví slepý pokus bez použití vzorku.

## 5.3 Příprava extraktů k měření

### Mineralizáty v lučavce královské

Pro stanovení obsahu rizikových prvků (As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Zn) a stopových prvků (B, Cu, Co, Fe, Mn, Mo, Zn) metodami FAAS a ICP-OES se použijí koncentrované mineralizáty vzorků. Před stanovením prvků P, K, Ca, Mg, Na, Al, Fe je zpravidla nutné mineralizáty naředit matričním roztokem (4) do rozsahu použité kalibrační křivky. K naředění vzorků je možné použít dilutor. Ředění se zohlední ve výpočtu.

### Poznámky

- 9 *Mírné odchylky v koncentraci kyselin ve vzorcích a kalibrační křivce nemají významný vliv na výsledky stanovení.*
- 10 *Přítomnost menšího množství organických látek přítomných v mineralizátu nemá významný vliv na měření prvků metodami ICP-OES i FAAS a není nutné jejich odstranění.*
- 11 *V mineralizátu lučavky královské lze stanovit obsah celkové mědi v jednosložkových hnojivech typu dusičnanu amonného.*
- 12 *V závislosti na použité instrumentaci (HotBlock) se mohou podmínky mineralizace mírně lišit ve velikosti navážky vzorku, objemu přidaných kyselin a případně způsobu uzavírání a zpětného chlazení mineralizační tuby.*
- 13 *Vyžaduje-li to charakter vzorku, případně podmínky stanovení, používají se navážky nižší než 1 g. Typicky se jedná o nasáklivé vzorky, které po zalití minerálními kyselinami veškerou tekutinu absorbují, případně vzorky způsobující potíže při měření na koncovém analytickém přístroji. Dalším příkladem jsou kapalné vzorky, u kterých by odsušování trvalo neúměrně dlouhou dobu navíc s rizikem ztráty některých analytů.*

|                                                                                   |                                                    |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------|---|
|  | Národní referenční laboratoř                       | Strana | 4 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení hnojiv</b> | Vydání | 1 |
|                                                                                   | 20062.1 – Extrakce prvků lučavkou královskou       | Revize | 1 |

- 14 *V případě analýz vzorků biostimulantů nebo kapalných vzorků s nízkým obsahem sušiny je zpravidla nutné před přidavkem kyselin vzorek částečně odpařit a zakonzentrovat. Navážka původního vzorku tak může být i v desítkách gramů. Postup umožní měření analytů nad detekčními limity koncového analytického přístroje (ICP-OES) v případě, že je požadován výsledek stanovení v sušině. Orientačně lze navážku původního vzorku odhadnout podle vzorce:  $SW = W \times 100/DM$  (kde  $SW$  – skutečná hmotnost vzorku [g];  $W$  – požadovaná navážka [g];  $DM$  – sušina vzorku [%]).*

## 6 Literatura

- 1 ČSN EN 13650 – Půdní melioranty a stimulanty růstu – Extrakce prvků rozpustných v lučavce královské.
- 2 EN 16964 – Hnojiva – Extrakce celkového obsahu stopových živin v hnojivech lučavkou královskou.
- 3 CEN/TS 17701 – Plant biostimulants – Determination of specific elements – Part 1: Digestion by aqua regia for subsequent determination of elements