	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	2
	20060.1 – Stanovení obsahu Cu, Zn, Ni, Fe, Mn metodou FAAS	Revize	0

STANOVENÍ OBSAHU Cu, Zn, Ni, Fe, Mn METODOU FAAS

1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu mědi (Cu), zinku (Zn), niklu (Ni), železa (Fe) a manganu (Mn) v extraktech vzorků organických hnojiv, kompostů, substrátů, digestátů a podobných materiálů.


2 Princip

Obsah mědi, zinku, niklu, železa a manganu se stanoví v mineralizátu vzorku metodou atomové absorpční spektrofotometrie (FAAS) s atomizací v plameni acetylen-vzduch.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.
- 2 Kyselina dusičná, koncentrovaná 65% (w/w), ($\rho = 1,4 \text{ g/cm}^3$).
- 3 Kyselina chlorovodíková, koncentrovaná 36%, ($\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$).
- 4 Kyselina dusičná, HNO_3 , zředěná, $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.
Příprava: 70 ml koncentrované kyseliny dusičné (2) se zředí vodou na výsledný objem 1000 ml.
- 5 Základní standardní roztok prvku, $c(\text{Me}) = 1 \text{ g/l}$ (Me = Cu, Mn, Zn, Fe nebo Ni).
Používají se komerčně dodávané roztoky.
- 6 Pracovní standardní roztok prvku, $c(\text{Me}) = 100 \text{ mg/l}$.
Příprava: Do 100ml odměrné baňky se odpipetuje 10 ml základního standardního roztoku (5), doplní se roztokem kyseliny dusičné (4) po značku a promíchá.
- 7 Pracovní standardní roztok prvku, $c(\text{Me}) = 10 \text{ mg/l}$.
Příprava: Do 100ml odměrné baňky se odpipetuje 10 ml pracovního standardního roztoku (6), doplní se roztokem kyseliny dusičné (4) po značku a promíchá.
- 8 Acetylen pro FAAS.
- 9 Vzduch tlakový pro FAAS.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	2
	20060.1 – Stanovení obsahu Cu, Zn, Ni, Fe, Mn metodou FAAS	Revize	0

Poznámky

- 1 *Základní standardní roztoky prvků se mohou připravovat i z čistých chemikálií s certifikovaným obsahem.*

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 Elektrický mineralizátor (např. VAO).
- 3 Mineralizační skleněné nádoby.
- 4 Uzavíratelné plastové nádoby o objemu asi 100 ml.
- 5 Atomový absorpční spektrofotometr s korektorem nespecifické absorpce a s dutokatodovými výbojkami pro stanovované prvky.

5 Postup

Kalibrace

Kalibrační roztoky se připraví podle tabulky č. 1.


Tabulka č. 1. Příprava směsného kalibračního roztoku.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku (7) (ml)	Objem pracovního standardního roztoku (6) (ml)	Objem odměrné baňky (ml)	c(Me) (mg/l)
0	-	0	100	0
1	-	2	100	0,2
2	-	5	100	0,5
3	-	10	100	1
4	-	20	100	2
5	5	-	100	5

Odměrné baňky doplníme po značku roztokem kyseliny dusičné (4).

Poznámky

- 2 *Koncentrace kyseliny dusičné v kalibračních roztocích a v měřených roztocích vzorků musí být shodná.*

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	2
	20060.1 – Stanovení obsahu Cu, Zn, Ni, Fe, Mn metodou FAAS	Revize	0

Příprava mineralizátu vzorku pro stanovení celkového obsahu prvků v mineralizačním bloku

Do mineralizačních nádob se diferenčně naváží (1 – 3) g volně vysušeného a upraveného vzorku s přesností 0,0001 g. Vzorek se rovnoměrně ovlhčí vodou (přídavek asi 0,5 – 1 ml) a za jemného promíchávání se přidá 21 ml kyseliny chlorovodíkové (4) a následně 7 ml kyseliny dusičné (2). Kyseliny se přidají tak, aby se omezilo pění (případně i po kapkách). Takto připravený vzorek se ponechá po dobu 16 h (přes noc) při laboratorní teplotě, během níž dochází k pomalé oxidaci organické hmoty ve vzorku. Po nasazení zpětných chladičů se tuby umístí do spalovacího bloku. Teplota zařízení se postupně zvyšuje do dosažení varu. Mírný var směsi se udržuje 2 h tak, aby kondenzace probíhala v první třetině chladiče. Ochlazený mineralizát se převede kvantitativně do 100ml odměrných baněk tak, že se mineralizační nádoby postupně třikrát promývají vodou (1). Pak se odměrné baňky doplní vodou (1) po značku. Filtruje se přes filtr střední hustoty do suchých plastových lahvíček. První podíl asi 10 ml filtrátu se odstraní. Čirý extrakt se použije pro další analýzu.

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


Poznámky

- 3 *Postup mineralizace vzorků, zejména doba stání s kyselinami a rychlost zvyšování teploty, závisí na schopnosti vzorku pění (čím déle se nechá vzorek reagovat s kyselinami za chladu a čím pomaleji se vzorek zahřívá, tím menší je nebezpečí, že při zahřívání překypí).*
- 4 *Při použití mineralizátoru VAO se mineralizační nádoby vloží do mineralizačního bloku a teplota se v pozvolna zvyšuje na 250 °C a při této teplotě se udržuje 30 min. U mineralizačního zařízení VAO se teplota reguluje pomocí kolíčků, které jsou nastaveny do polohy 7-4-0-0-0. Nádoby zůstávají v každé poloze 12min. Po skončení mineralizace se nechá obsah nádobek vychladnout a doplní se vodou (1) po značku na 150 ml. Filtruje se přes filtr střední hustoty do suchých plastových lahvíček. První podíl asi 10 ml filtrátu se odstraní.*

Měření obsahu mědi, zinku, niklu, železa a manganu

Měří se metodou atomové absorpční 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 pro Cu 324,8 nm, Zn 213,9 nm, Ni 232,0 nm, Fe 248,3 nm a Mn 403,1 nm.

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

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	2
	20060.1 – Stanovení obsahu Cu, Zn, Ni, Fe, Mn metodou FAAS	Revize	0

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah prvku (Cu, Zn, Ni) ve vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v mg/kg (w_{Me}) se vypočte podle vztahu:

$$w_{Me} = \frac{(c_V - c_S) \times V \times V_1}{m \times a} \quad (\text{mg/kg})$$

c_V koncentrace prvku v analyzovaném roztoku (mg/l),

c_S koncentrace prvku v roztoku slepého pokusu (mg/l),

V celkový objem výluhu (ml),

m hmotnost navážky vzorku (g),

V_1 celkový objem vzorku po naředění (ml),

a alikvotní objem vzorku vzatý k ředění (ml),

Me Cu, Zn, Ni.

Obsah prvku (Fe, Mn) ve vzorku vyjádřený hmotnostním zlomkem v % (w_{Me}) se vypočte podle vztahu

$$w_{Me} = \frac{(c_V - c_S) \times V \times V_1}{m \times a \times 10000} \quad (\%)$$

Me Fe, Mn

Poznámky

- 5 Pokud koncentrace prvku v roztoku slepého pokusu nepřesáhne mez stanovitelnosti, může se hodnota c_S ve výpočtu zanedbat.

7 Literatura

- 1 Příloha č. 2 k vyhlášce č. 273/1998 Sb., ve znění pozdějších předpisů, postup 10.2.1, 10.2.2.1 d, e, f.
- 2 ČSN EN 13650:2002 (836639) Půdní melioranty a stimulanty růstu - Extrakce prvků rozpustných v lučavce královské (Norma k přímému použití jako ČSN).