

ANALYTIKA ORGANICKÝCH HNOJIV VYROBENÝCH Z BRO

Alena Žalmanová

NRL RO ÚKZÚZ Plzeň, Slovanská alej
20, 326 00 Plzeň

Činnost NRL RO ÚKZÚZ Plzeň

- Rozbor hnojiv
 - **Organická** – komposty, průmyslové komposty, vermikomposty, substráty, digestáty, fugáty, separáty, peletovaná organická hnojiva (zpracovaná výrobním procesem)
 - **Statková** - chlévský hnůj, chlévská mrva, slepičince, kejda, hnojůvka, močůvka (vedlejší produkty živočišné výroby)

Příjem vzorku do laboratoře

Tuhé vzorky – PE sáčky, PE nádoby, 3 – 5 kg

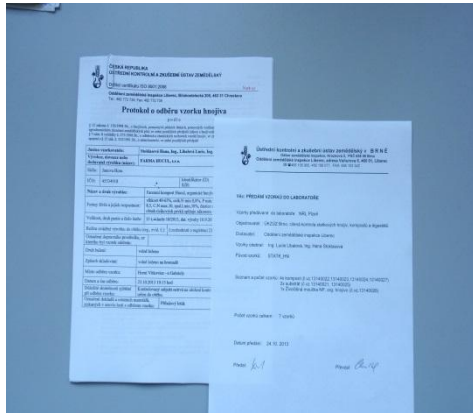


Tekuté vzorky – PE nádoby, 5 – 10 l



Uskladnění vzorků v chladícím boxu

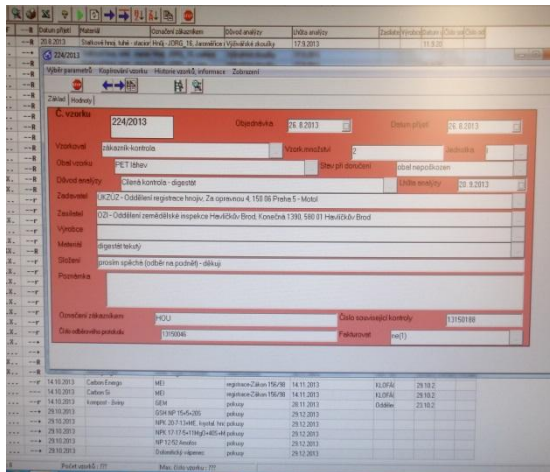
Příjem vzorku do laboratoře



-Protokol o odběru vzorku, kopie

-Předávací protokol

-Zápis do LIMS provede
Oddělení Registrace hnojiv



-Označení vzorků analytickými čísly
a kontrola podle čísla odběrového
protokolu

Úprava vzorku



Organická hnojiva tuhá

Promíchání celého vzorku

Kvartací se vzorek rozdělí

Část vzorku se vpraví do PE nádobek a uskladní v lednici

Část vzorku se suší



Úprava vzorku



Vzorky se suší v porcelánových miskách na vodní lázni při teplotě 60°C

Organická hnojiva tekutá

Úprava vzorku – pečlivé promíchávání



Původní vzorek se uchovává v původní nádobě

Vzorky se suší na vodní lázni při teplotě 60°C

Úprava vzorku



Komposty

Nerозložitelné příměsi - obsah částic nad 10 a 5 mm vyjádřený v hmotnostních %

Část vzorku prosátého přes 5mm síto se v PE nádobě uskladní v lednici

Část upraveného vzorku se suší při laboratorní teplotě volně na vzduchu



Úprava vzorku



Substráty

Část neupraveného vzorku se suší při laboratorní teplotě

Stanovení částic

Prosévání suchého vzorku se na prosévacím stroji přes síta po dobu 10 minut

Obsah částic se vyjadřuje v hmotnostních %



Úprava vysušených vzorků



Úprava suchých vzorků :
Nožový mlýnek Grindomix
Achátový mlýnek
Třecí misky
Ve vzorkovnici –
homogenizovaný suchý
vzorek s jemností do 0,5
mm



Metody stanovení – původní vzorek



Původní upravený vzorek v PE nádobě v lednici

Vlhkost, sušina původního vzorku

Celkový dusík podle Jodlbauera

Stanovení pH vodného výluhu



Metody stanovení – suchý vzorek



Vysušený upravený vzorek v PE lahvičce

Stanovení spalitelných látek

Stanovení obsahu živin - K jako K_2O
a P jako P_2O_5



Stanovení rizikových prvků As, Cd,
Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Zn
v mineralizátu lučavky královské

Původní vlhkost (sušina) vzorku



Postup:

Navážka původního vzorku:

Tuhý – cca 20g do vysoušečky

Tekutý – cca 50 g do porcelánové misky,
sušení na vodní lázni dosucha

Sušení při 105°C do konstantní hmotnosti

Celkový dusík podle Jodlbauera



Postup:

navážka vzorku 1-5 g, 30 ml fenol-
 H_2SO_4 , 2 g Zn práškový, katalyzátor
($\text{NaSO}_4 + \text{Se} + \text{CuSO}_4$) + 20 ml H_2SO_4

mineralizace min. 60 minut,
převedení vzorku do 250 ml
odměrné baňky

destilace a titrace alikvotní části –
20 ml



Stanovení pH (org.)



Postup:

poměr navážky a objemu vody 1:5,
voda je zbavená rozpuštěného CO_2

10 minut se suspenze občas
promíchává

Měření na pH metru, pufrů o pH
4,0; 7,0; 10,0.



Spalitelné látky



Postup:

Navážka předsušeného vzorku 5 g do předžíhané porcelánové misky

Žíhání vzorku při 550°C do konstantní hmotnosti

Pece –s programovatelnými regulátory nárůstu teplot

Příprava výluhu (K_2O , P_2O_5)



Postup:

- Popel se kvantitativně přenesl do porcelánové misky 50 ml \approx 6 mol/l HCl, (HCl+H₂O 1:1)
- Odpaření do sucha na vodní lázni, 5 ml 35% HCl, odpaření do sucha a vysušení v sušárně při 120°C
- Rozpuštění odparku v 5 ml 35% HCl, zahřívání 30 minut na vodní lázni, filtrace horkého roztoku do 250 ml odměrných baněk. Promývání filtru horkou vodou s několika kapkami 35% HCl



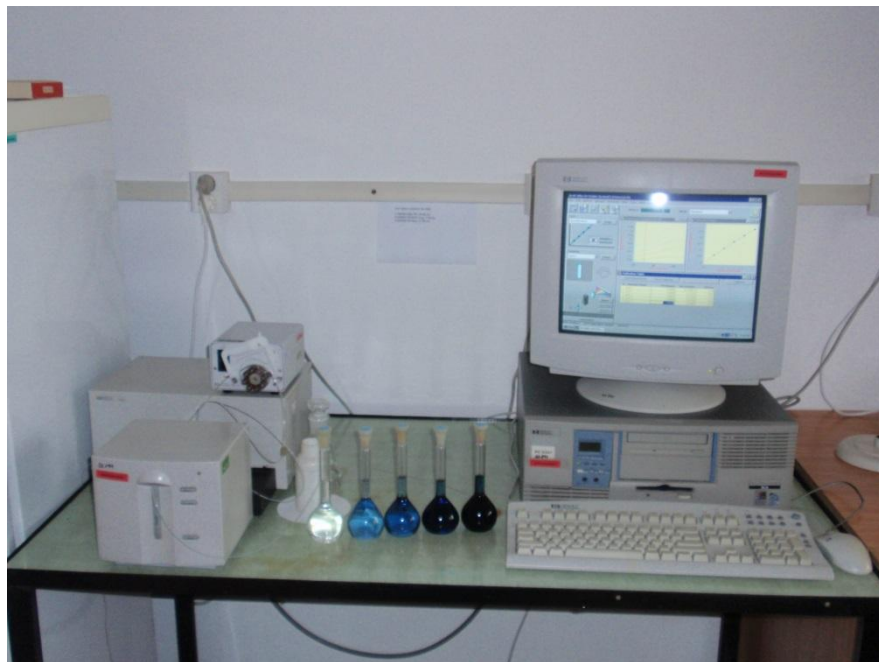
Stanovení K jako K_2O



Postup:

- Výluh z popela se vhodně naředí
- Měření metodou FAES , acetylen-vzduch

Stanovení P jako P_2O_5



Postup:

- Výluh popela se vhodně naředí , fosforečnany s molybdenanem vytvoří za určitých podmínek modře zabarvený fosfomolybdenový komplex
- Měření UV-VIS spektrofotometrií při vlnové délce 650 nm a v 1 cm kyvetě

Mineralizace lučavkou královskou

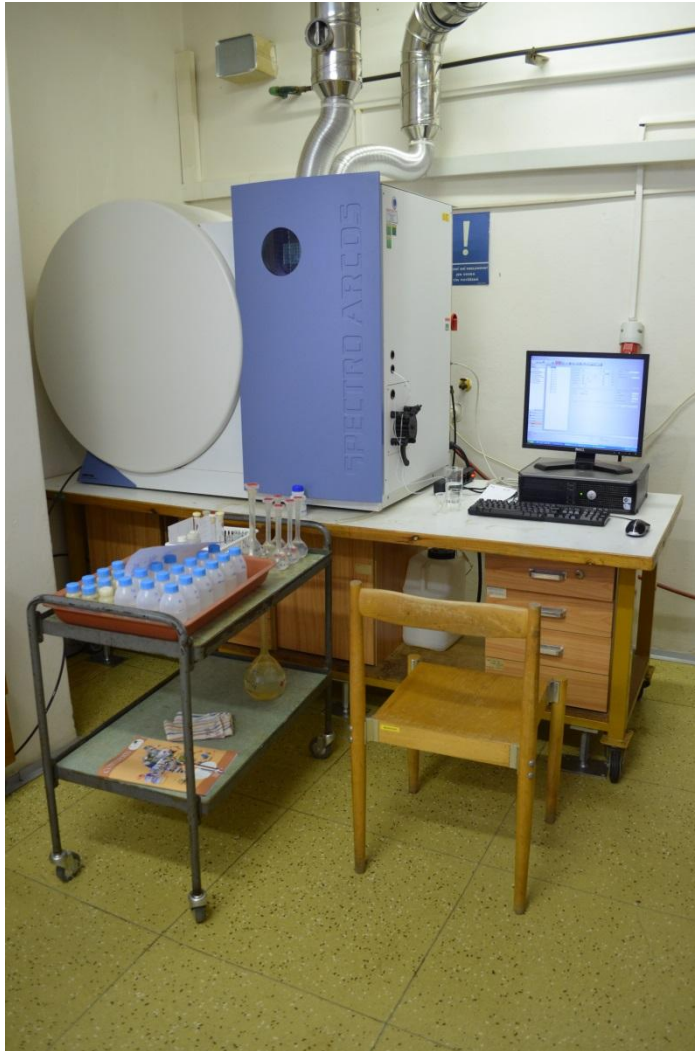


Postup:

- Mineralizace 2 g vzorku lučavkou královskou při postupném nárůstu teploty na 120°C po dobu 2 hodin
- Převedení mineralizátu do 100 ml odměrných baněk a filtrace do PE láhviček



Měření rizikových prvků



Postup:

Měření prvků As, Cd, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Zn metodou ICP OES, radiální plazma, simultánní zařízení, Spectro Arcos,

Vyhodnocení výsledků

Parametr	Hodnota	Jednotka	Metoda	Norma	Metoda	Průběh	Zeslab	Dne	Stav
vlhkost	8,95	%	Jedl. N (3) - vlhkost	max 10,0 %	200		Douglabova	19.10.2013	20.10.2013
celkový dusík	8,76	%	Hodnota pH (3)	max 0,5 %	105		Douglabova	14.10.2013	20.10.2013
celkový fosfor	27,68	%	Látko oxidaně - garantované	max 0,5 %	3		Maurova Daga	14.10.2013	20.10.2013
draslík	40,31	%	vlhkost garantovaná	max 0,5 %	2		Maurova Daga	17.10.2013	19.10.2013
pH	6,53		Přidání kyseliny	max 2,0 %	1		Zvolná Alena	18.10.2013	19.10.2013
celkový kadmium	0,245	mg/kg	celkový kadmium	max 0,2 mg/kg	405		Maurova Daga	22.10.2013	19.10.2013
celkový chrom	7,31	mg/kg	celkový chrom	max 10 mg/kg	205		Tamara Růžičková	22.10.2013	19.10.2013
celkový mangan	66,3	mg/kg	celkový mangan	max 100 mg/kg	205		Tamara Růžičková	22.10.2013	19.10.2013
celkový nikl	5,4	mg/kg	celkový nikl	max 10 mg/kg	405		Tamara Růžičková	22.10.2013	19.10.2013
celkové olovo	2,23	mg/kg	celkové olovo	max 10 mg/kg	405		Tamara Růžičková	22.10.2013	19.10.2013
celkové zinek	285	mg/kg	celkové zinek	max 600 mg/kg	205		Tamara Růžičková	22.10.2013	19.10.2013

Výsledky se zpracovávají v EXCEL

Přenos do LIMS pomocí importu

Kontrola opakovatelnosti

Kontrola podle deklarovaných limitů

Kontrola stanovení IRM v regulačních

diagramech – 1. stupeň kontroly

Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský
 Národní referenční laboratoř
 ČIA akreditovaná zkušební laboratoř č. 1071
 Hroznová 2, 656 06 Brno

Tel.: 543 548 329 www.ukzuz.cz E-mail: ml@ukzuz.cz

Protokol o zkouškách vzorku č. 244/2013/HPL

Materiál : Hřebčický kvasný hrnčí
 Zákazník : UKZUZ - Oddělení registrace hnojiv, Za opravovou 4, 150 06 Praha 5 - Motol
 Stav při doručení : obal nepoškozen
 Obal vzorku : originální obal
 Odesání vzorku zákazníkovi : HOU
 Číslo odběrového protokolu : ----- Datum přijetí : 2.10.2013

Výsledky zkoušek

Zkouška	Jednotka	Hodnota
Vlhkost	%	8,95
Spalitelné látky v sušině	%	66,0
Celkový dusík jako N v sušině	%	2,4
Celkový fosfor jako P2O5 v sušině	%	2,6
Draslík jako K2O v sušině	%	2,2
pH	pH	7,5
C	%	14
Kyselina močová	%	0,3
Částice pod 1 mm	%	6,4
Arsen (As) v sušině	mg/kg	<1
Kadmium (Cd) v sušině	mg/kg	0,245
Chrom (Cr) v sušině	mg/kg	7,31
Měď (Cu) v sušině	mg/kg	66,3
Křemík (H) v sušině	mg/kg	0,0192
Molibden (Mo) v sušině	mg/kg	2,5
Nikl (Ni) v sušině	mg/kg	5,4
Olovo (Pb) v sušině	mg/kg	2,23
Zinek (Zn) v sušině	mg/kg	285

Zkoušky byly provedeny od 2.10.2013 do 1.11.2013
 Zkoušky byly provedeny na pracovišti UKZUZ, NRL RO Pízeň
 Slovácká alej 20, 326 00 Pízeň
 Výsledky zkoušek uvedené na všech listech tohoto dokumentu se týkají pouze zkoušeného vzorku(s).
 Zkoušky byly provedeny podle metod uvedených na zvláštní stránce předobalové.
 Protokol nemí být reprodukován bez písemného souhlasu zkušební laboratoře jinak než celý.
 *) Takto označené zkoušky nejsou akreditovány. Akreditované i neakreditované zkoušky jsou prováděny ze stejných podmínek.

V Pízeň dne: 1.11.2013

Ing. Radmila Nováková
 zástupce vedoucí NRL RO Pízeň

Pověřený pracovník provede schválení výsledků (2. stupeň kontroly)

Manažer kvality provede závěrečnou kontrolu schválených vzorků, zaměří se především na kontrolu výsledků zkoušek s nevyhovujícími hodnotami

Tisk protokolu

NRL RO ÚKZÚZ Plzeň

- Děkuji za pozornost