

PASZE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-80
	Pasze	9160-16
	Oznaczanie żelaza w mieszankach paszowych	Grupa katalogowa 1549

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie żelaza w mieszankach paszowych.

## 2. METODA BADANIA

**2.1. Zasada metody** polega na mineralizacji próbki paszy w mieszaninie do spalań, wywołaniu reakcji barwnej żelaza z rodankiem amonowym oraz pomiarze absorpcji powstałego kompleksu barwnego.

### 2.2. Aparatura

- Spektrokolorymetr „Specol“.
- Młynek laboratoryjny.
- Kolby Kjeldahla 250 cm<sup>3</sup>.
- Kolby pomiarowe pojemności 50, 100 i 1000 cm<sup>3</sup>.
- Pipety pojemności 5, 10 i 20 cm<sup>3</sup>.
- Deflegmatory do kolb Kjeldahla.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Wzorcowy roztwór żelaza (A) o stężeniu 1 mg Fe/cm<sup>3</sup>, 8,6350 g siarczanu żelazowo-amonowego cz.d.a. rozpuścić w 300 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej, dodać 5 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego i dopełnić wodą redestylowaną do objętości 1000 cm<sup>3</sup>.
- Wzorcowy roztwór żelaza (B) o stężeniu 10 µg/cm<sup>3</sup>, 1 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu żelaza (A) dopełnić wodą redestylowaną do objętości 100 cm<sup>3</sup> w kolbie pomiarowej.
- Kwas azotowy cz.d.a. roztwór 2N.
- Kwas siarkowy cz.d.a. roztwory: 50-procentowy i 0,2N.
- Mieszanina do spalań: 5 części stężonego kwasu azotowego, 1 część stężonego kwasu siarkowego, 1 część stężonego kwasu nadchlorowego, cz.d.a. (v/v).

### 2.4. Wykonanie oznaczania

**2.4.1. Przygotowanie próbki do badania.** Średnią próbkę laboratoryjną pobraną zgodnie z PN-75/R-64769 rozdrabniać w młynku laboratoryjnym, dokładnie wymieszać, usunąć z próbki zanieczyszczenia ferromagnetyczne, przesuwać silny magnes nad cienką warstwą paszy.

**2.4.2. Mineralizacja badanej próbki.** Odważyć z dokładnością do 0,0002 mg 2 g paszy przygotowanej wg 2.4.1, przenieść ilościowo do kolby Kjeldahla pojemności 250 cm<sup>3</sup>, po czym dodać 25 cm<sup>3</sup> mieszaniny do spalań. Mineralizację prowadzić w temperaturze około 350°C w czasie 0,5 h.

**2.4.3. Wywołanie reakcji barwnej i pomiar ekstynkcji.** Uzyskany po mineralizacji roztwór schłodzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić do kreski wodą redestylowaną. Do kolby pojemności 50 cm<sup>3</sup> pobrać 25 cm<sup>3</sup> roztworu, następnie dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego, po czym zawartość wymieszać i uzupełnić do kreski wodą redestylowaną. Wykonać pomiar ekstynkcji uzyskanego barwnego roztworu za pomocą spektrokolorymetru „Specol“, w kuwetach o grubości warstwy pomiarowej 1 cm przy długości fali 480 nm w czasie nie dłuższym niż 10 min od chwili wywołania barwy. Do czasu pomiaru barwny roztwór przechowywać w ciemnym miejscu w temperaturze pokojowej. Próbę odniesienia stanowi mieszanina wszystkich stosowanych odczynników, oprócz wzorcowego roztworu żelaza lub badanej próbki.

**2.4.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej.** Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm<sup>3</sup> odmierzyć kolejno 3, 6, 9, 12, 15, 18 i 21 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego żelaza (B) oraz po 1 cm<sup>3</sup> 2N roztworu kwasu azotowego i 50-procentowego kwasu siarkowego. Po wywołaniu reakcji barwnej wg 2.4.3 zmierzyć absorpcję roztworów. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartości absorpcji, na osi odciętych wartości stężenia żelaza w µg/cm<sup>3</sup>.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Paszowego BACUTIL  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Paszowego BACUTIL dnia 26 listopada 1980 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.  
(Dz. Norm. i Miar Nr 1/1981 poz. 3)

**2.4.5. Obliczanie wyniku.** Zawartość żelaza ( $X$ ) obliczyć w mikrogramach na 1 g paszy według wzoru

$$X = \frac{c \cdot l}{m}$$

w którym:

$c$  — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej,  $\mu\text{g Fe/cm}^3$ ,

$l$  — współczynnik uwzględniający, rozcieńczenie (200),

$m$  — odważka paszy, g.

**2.5. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż 5% błędu względnego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zjednoczenie Przemysłu Paszowego BACUTIL, Warszawa.

**2. Normy związane**  
PN-75/R-64769 Pasze. Pobieranie próbek