

PASZE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-80
	Pasze Oznaczanie siarki w paszach	9160-17
		Grupa katalogowa 1549

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości siarki w paszach.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu siarki znajdującej się w paszach w siarczan przez stapianie z mieszaniną utleniającą. Otrzymane w ten sposób siarczan wytrąca się roztworem chlorku barowego, a utworzony siarczan barowy oznacza się metodą wagową.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Suszarka laboratoryjna.
- Młynek laboratoryjny.
- Waga analityczna.
- Parownica platynowa lub kwarcowa o średnicy 10 cm.
- Zlewki pojemności 250 cm³.
- Pipety pojemności 10 cm³.
- Lejek o średnicy 5 cm.
- Tygle Schotta G5.
- Siatka azbestowa.
- Trójkąt porcelanowy.
- Sączki miękkie.
- Pręciki szklane.
- Papierki wskaźnikowe.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- Azotan potasowy.
- Kwas solny, roztwór 6N.
- Chlorek barowy, roztwór 5-procentowy.
- Kwas etylenodwuaminoczeroctowy (EDTA), roztwór 0,1N.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie próbki do badania. Próbkę paszy pobrać zgodnie z PN-75/R-64769, a następnie rozdrobnić w młynku laboratoryjnym i przesiać przez sito o średnicy oczek 0,1 mm.

2.4.2. Wykonanie oznaczania. W zależności od zawartości siarki, zważyć 2 ÷ 10 g rozdrobnionej paszy z dokładnością do 0,0001 g, spopielić w platynowej lub kwarcowej parownicy z 5 częściami bezwodnego węglanu sodowego i 10 częściami azotanu potasowego w stosunku do wagi próby. Suchą mieszaninę ogrzewać początkowo powoli na siatce azbestowej do chwili pojawienia się lekko brunatnej barwy, po czym umieścić w trójkącie porcelanowym i ogrzewać bezpośrednio palnikiem, ciągle mieszając. Ogrzewanie należy prowadzić łagodnie, tak aby zapobiec wybuchom, przy których wskutek rozpryskiwania traci się część oznaczanej substancji.

Utworzenie się jednorodnej masy o barwie jasnoszarej świadczy o zakończeniu stapiania próbki. Po oziębieniu, stopioną próbkę rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej i przenieść do zlewki pojemności 250 cm³. Roztwór ogrzać, doprowadzić do pH około 1, dodając porcjami 6N roztwór kwasu solnego. Sprawdzić pH roztworu papierkiem wskaźnikowym i gotować do chwili odpędzenia brunatnych dymów, w celu usunięcia tlenków azotu i dwutlenku węgla. Przesączyć przez miękki sączek, ogrzać do wrzenia, dodać 5 cm³ 0,1N roztworu kwasu etylenodwuaminoczeroctowego EDTA i strącić siarczan barowy dodając kroplami, ciągle mieszając, 10 cm³ 5-procentowego roztworu chlorku barowego.

Ciecz z osadem utrzymywać w temperaturze 80 ÷ 90°C przez 30 min, następnie odstawić na kilka godzin. Osad zebrać ilościowo w tyglu Schotta uprzed-

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)

nio wysuszonym do stałej masy w suszarce w temperaturze 150°C. Po trzykrotnym przemyciu gorącą wodą destylowaną suszyć tygiel wraz z osadem do stałej masy w suszarce w temperaturze 150°C. Różnica między dwoma kolejnymi ważeniami danej próbki nie powinna przekraczać 0,5% błędu względnego.

2.4.3. Obliczanie wyniku. Zawartość siarki (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 0,1374 \cdot 100}{m}$$

w którym:

a — masa osadu, g,

m — odważka, g,

0,1374 — współczynnik przeliczeniowy odpowiadający ilości siarki zawartej w jednym gramie siarczanu barowego.

2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwu równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 3% 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

3. Autorzy projektu normy — mgr K. Tyczkowska, mgr W. Korol — Centralne Laboratorium Przemysłu Paszowego w Snopkowie k/Lublina.