

PASZE	N O R M A   B R A N Ź O W A	<b>BN-86</b>
	Pasze	<b>9160-32</b>
	<b>Oznaczanie cynku, chromu, kobaltu, manganu, miedzi i żelaza w polfamiksach</b>	Grupa katalogowa 1549

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości pierwiastków rozpuszczalnych w 10%(m/V) kwasie solnym: cynku chromu, kobaltu, miedzi i żelaza w polfamiksach metodą absorpcyjnej spektrofotometrii atomowej.

**1.2. Zakres stosowania metody.** Normę należy stosować w laboratoriach zajmujących się kontrolą i oceną jakości pasz.

## 2. METODA BADANIA

**2.1. Zasada metody** polega na wyekstrahowaniu pierwiastków wymienionych w 1.1 za pomocą kwasu solnego 10%(m/V) i pomiarze absorbancji za pomocą spektrofotometru absorpcji atomowej oraz obliczeniu ich zawartości przez porównanie ich z absorbancją roztworów wzorcowych o odpowiednich stężeniach.

**2.2. Odczynniki, roztwory i materiały.** Podczas analizy, jeśli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub o równoważnej czystości.

a) Kwas azotowy, roztwór 30% HNO<sub>3</sub>.

b) Kwas solny, roztwór 18% HCl.

c) Kwas solny o stężeniu  $c(\text{HCl}) = 10\%(m/V)$ .

d) Wzorcowy roztwór cynku formy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznego cynku (granulki) 99,99%(m/V) w 40 cm<sup>3</sup> HCl (1:1) i rozcieńczenie wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1,0 mg Zn/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie wodą, należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,0015, 0,001, 0,0005 mg Zn/cm<sup>3</sup>.

e) Wzorcowy roztwór chromu firmy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznego chromu (pręt lub wiórki) 99,99%(m/m) w możliwie najmniejszej objętości kwasu solnego (1:1), ogrzewając.

Następnie należy oziębic i rozcieńczyć wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1,0 mg Cr/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie

wodą należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,004, 0,002, 0,001 mg Cr/cm<sup>3</sup>.

f) Wzorcowy roztwór kobaltu firmy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznego kobaltu (pręt lub wiórki) 99,99%(m/m) w możliwie najmniejszej objętości kwasu azotowego (1:1) i rozcieńczenie wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1 mg Co/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie wodą należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,004, 0,002, 0,001 mg Co/cm<sup>3</sup>.

g) Wzorcowy roztwór manganu firmy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznego manganu (pręt lub wiórki) 99,99%(m/m) w możliwie najmniejszej objętości kwasu azotowego (1:1) i rozcieńczenie wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1,0 mg Mn/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie wodą należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,003, 0,002, 0,001 mg Mn/cm<sup>3</sup>.

h) Wzorcowy roztwór miedzi firmy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznej miedzi (pręt lub wiórki) 99,99%(m/m) w możliwie najmniejszej objętości kwasu azotowego (1:1) i rozcieńczenie wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1,0 mg Cu/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie wodą, należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,001, 0,0005 mg Cu/cm<sup>3</sup>.

i) Wzorcowy roztwór żelaza firmy WZORMAT lub zastępczo roztwór wzorcowy, który jest sporządzony przez rozpuszczenie  $1,000 \pm 0,001$  g metalicznego żelaza (pręt lub wiórki) 99,99%(m/V) w 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1:1) i rozcieńczeniu wodą do 1000 cm<sup>3</sup>, aby otrzymać roztwór o stężeniu 1,0 mg Fe/cm<sup>3</sup>, z którego przez dalsze rozcieńczenie wodą należy przygotować roztwory o stężeniach: 0,004 mg, 0,002 mg/cm<sup>3</sup>, 0,001 mg Fe/cm<sup>3</sup>.

### 2.3. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z palnikiem powietrze-acetylen.

b) Lampa z katodą wnątkową dla cynku.

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Przemysłu Paszowego  
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Laboratorium Przemysłu Paszowego dnia 2 czerwca 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1986 poz. 23)

- c) Lampa z katodą wnąkową dla chromu.
- d) Lampa z katodą wnąkową dla kobaltu.
- e) Lampa z katodą wnąkową dla manganu.
- f) Lampa z katodą wnąkową dla miedzi.
- g) Lampa z katodą wnąkową dla żelaza.

**2.4. Przygotowanie próbki badanego polfamiks do badań.** Odważyć dokładnie  $10,0 \pm 0,1$  g badanego polfamiks do kolby stożkowej pojemności  $250 \text{ cm}^3$  i dodać  $100 \text{ cm}^3$   $10\%(m/V)$  HCl. Próbkę należy wytrząsać przez 5 min, następnie przesączyć przez sącdek z bibuły WATHMAN 2. Przezroczysty przesącz jest podstawowym roztworem do oznaczeń.

Z roztworu podstawowego należy przygotować rozcieńczenia tak, aby stężenia w roboczych roztworach wynosiły odpowiednio:

- a) dla cynku — około  $0,001 \text{ mg/Zn/cm}^3$ ,
- b) dla chromu — około  $0,001 \text{ mg/Cr/cm}^3$ ,
- c) dla kobaltu — około  $0,002 \text{ mg/Co/cm}^3$ ,
- d) dla manganu — około  $0,002 \text{ mg/Mn/cm}^3$ ,
- e) dla miedzi — około  $0,001 \text{ mg/Cu/cm}^3$ ,
- f) dla żelaza — około  $0,002 \text{ mg/Fe/cm}^3$ .

**2.5. Wykonanie oznaczania.** Zmierzyć absorbancję roztworów wzorców i próby badanej dla poszczegól-

nych pierwiastków za pomocą spektrofotometru absorpcji atomowej, stosując lampę katodową wnąkową, właściwą dla danego pierwiastka. Parametry pracy dla oznaczonego pierwiastka należy zastosować wg instrukcji aparatu. Dla roztworów wzorcowych wykreślić krzywe wzorcowe.

**2.6. Obliczanie wyników oznaczeń.** Z krzywej wzorcowej danego pierwiastka należy odczytać jego stężenie w badanej próbce.

Zawartość poszczególnych pierwiastków ( $X$ ), w g/kg, w badanym polfamiksie należy obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{C_p \cdot b}{a}$$

w którym:

- $C_p$  — stężenie oznaczanego pierwiastka odczytane z jego krzywej wzorcowej,  $\text{mg/cm}^3$ ,
- $a$  — odważka badanego polfamiks, g,
- $b$  — współczynnik przeliczeniowy wynikający z rozcieńczeń.

**2.7. Wynik końcowy.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 10% błędu względnego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Centralne Laboratorium Przemysłu Paszowego w Lublinie z siedzibą w Snopkowie.

**2. Autor normy** — mgr inż. Danuta Parusińska — Kutnowskie Zakłady Farmaceutyczne POLFA — Kutno.