

za horka přes bezpopelný papírový filtr a filtr se promyje 50 ml horké vody (viz poznámka 7). Filtr se zbytkem se vloží do spalovacího kelímku, vysuší se a potom zpopelní při teplotě minimálně 550 °C a maximálně 700 °C. Po spálení se popel převede pomocí 75 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) do 250–400 ml kádinky; pokračuje se podle druhého odstavce bodu 5.1.

6. Výpočet a vyjádření výsledků

Vypočítá se hmotnost zbytku po odečtení hmotnosti kelímku (táry). Výsledek se vyjádří jako procento vzorku.

7. Poznámka

Jestliže je filtrace obtížná, je možno nahradit 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) 50 ml 20% kyseliny trichloroctové (3.2) a zbytek na filtru promývat teplým roztokem 1% kyseliny trichloroctové (3.3).

O. STANOVENÍ OBSAHU UHLIČITANŮ

1. Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu uhličitánů vyjádřených obvykle jako uhličitan vápenatý ve většině krmiv.

Nicméně v některých případech (např. u uhličitanu železnatého) musí být použita zvláštní metoda.

2. Princip

Uhličitany se rozloží v kyselině chlorovodíkové; vzniklý oxid uhličitý se změří v kalibrované trubici a jeho objem se porovná s objemem plynu uvolněného za stejných podmínek ze známého množství uhličitanu vápenatého.

3. Chemikálie

- 3.1 Kyselina chlorovodíková, hustota 1,10 g/ml.
- 3.2 Uhličitan vápenatý.
- 3.3 Kyselina sírová, přibližně 0,05 mol/l, obarvená methylčervení.

4. Přístroje a pomůcky

Scheibler-Dietrichův přístroj (viz obrázek) nebo obdobný přístroj.

5. Postup

Podle obsahu uhličitánů ve vzorku se naváží:

- 0,5 g u produktů obsahujících 50–100 % uhličitánů vyjádřených jako uhličitan vápenatý,
- 1 g u produktů obsahujících 40–50 % uhličitánů vyjádřených jako uhličitan vápenatý,
- 2 až 3 g u ostatních produktů.

Navážka vzorku se umístí do zvláštní nádoby (4) přístroje, vybavené malou trubicí z nerozbitného materiálu, která obsahuje 10 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1), a nádoba se připojí k přístroji. Trojcestný kohout (5) se otočí tak, aby trubice (1) byla spojena s vnějším prostorem. Pomocí mobilní trubice (2), která je naplněna obarvenou kyselinou sírovou (3.3) a spojena s kalibrovanou trubicí (1), se vyrovnají hladiny na nulu. Kohout (5) se otočí tak, aby byly spojeny trubice (1) a (3), a zkontroluje se, zda je hladina na nule.

Pomalým nakláněním nádoby (4) se kyselina chlorovodíková (3.1) nalije na navážku vzorku. Tlak se vyrovná snížením trubice (2). Nádobkou (4) se třepe tak dlouho, dokud zcela neustane uvolňování oxidu uhličitého.

Tlak se obnoví vyrovnáním kapalin v trubicích (1) a (2) na stejnou hladinu. Po *několika minutách*, až se ustálí tlak plynu, se odečte jeho hodnota.

Provede se kontrolní zkouška za stejných podmínek s navážkou 0,5 g uhličitanu vápenatého (3.2).

6. Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah uhličitanů vyjádřených jako uhličitan vápenatý se vypočítá podle následujícího vzorce:

$$X = \frac{V \times 100}{V_1 \times 2m}$$

kde:

X = % (w/w) uhličitanů vyjádřených jako uhličitan vápenatý ve vzorku

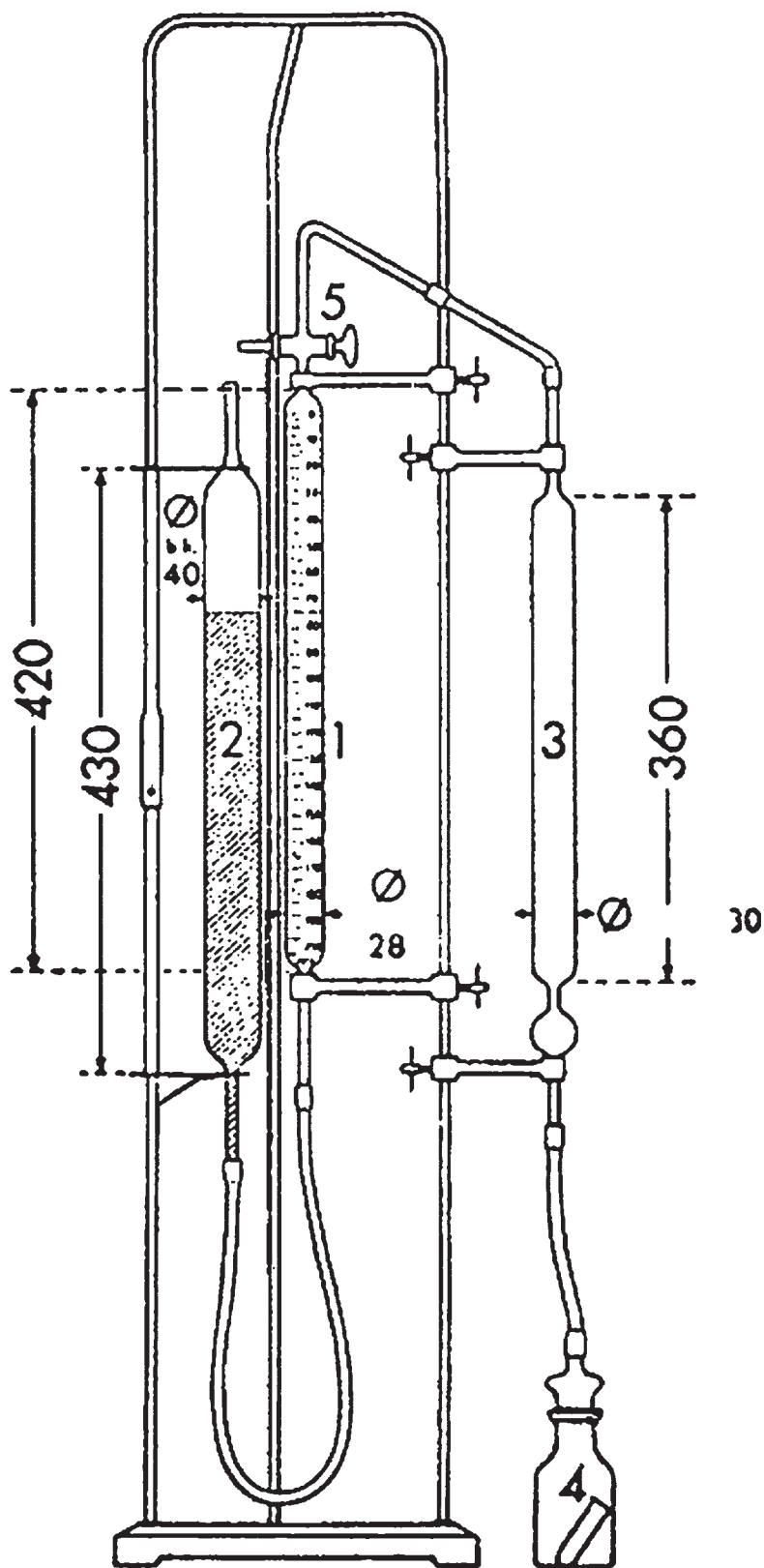
V = ml CO₂ uvolněné z navážky vzorku

V₁ = ml CO₂ uvolněné z 0,5 g CaCO₃

m = hmotnost navážky vzorku v gramech.

7. Poznámky

- 7.1 Pokud je hmotnost navážky vzorku větší než 2 g, přidá se ke vzorku v nádobce (4) nejprve 15 ml destilované vody a před zahájením zkoušky se promíchá. Při kontrolní zkoušce se použije stejný objem vody.
- 7.2 Pokud se používá přístroj s jiným objemem než u Schleibler-Dietrichova přístroje, musí se upravit velikost navážky vzorku a kontrolní látky a musí se upravit výpočet výsledků.

SCHEIBLER-DIETRICHŮV PŘÍSTROJ PRO STANOVENÍ OBSAHU
UHLIČITANŮ

(měřeno v mm)

P. STANOVENÍ OBSAHU CELKOVÉHO FOSFORU

FOTOMETRICKÁ METODA**1. Účel a rozsah**

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu celkového fosforu v krmivech. Je vhodná především pro zkoušení krmiv s nízkým obsahem fosforu. V určitých případech (u produktů s vysokým obsahem fosforu) je možno použít gravimetrickou metodu.

2. Princip

Vzorek se mineralizuje buď suchou cestou (zejména u organických krmiv), nebo mokrou cestou (zejména u minerálních sloučenin a tekutých krmiv), a převede se do kyselého roztoku. K tomuto roztoku se přidá molybdatovanadátové činidlo. Absorbance žlutě zbarveného roztoku se měří při 430 nm pomocí spektrofotometru.

3. Chemikálie

3.1 Uhličitan vápenatý.

3.2 Kyselina chlorovodíková, $\rho_{20} = 1,10$ g/ml (přibližně 6 mol/l).

3.3 Kyselina dusičná, $\rho_{20} = 1,045$ g/ml.

3.4 Kyselina dusičná, $\rho_{20} = 1,38-1,42$ g/ml.

3.5 Kyselina sírová, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

3.6 Molybdatovanadátové činidlo: v odměrné baňce o objemu 1 l se smíchá 200 ml roztoku heptamolybdenanu amonného (3.6.1) s 200 ml roztoku vanadičnanu amonného (3.6.2) a se 134 ml kyseliny dusičné (3.4) a doplní se vodou po značku.

3.6.1 Roztok heptamolybdenanu amonného: 100 g heptamolybdenanu amonného $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí v horké vodě. Přidá se 10 ml amoniaku (hustota 0,91g/ml) a doplní se vodou na 1 litr.

3.6.2 Roztok vanadičnanu amonného: 2,35 g vanadičnanu amonného NH_4VO_3 se rozpustí ve 400 ml horké vody. Za stálého míchání se pomalu přilévá 20 ml zředěné kyseliny dusičné (7 ml HNO_3 (3.4) + 13 ml H_2O) a doplní se vodou na 1 litr.

3.7 Standardní roztok 1 mg fosforu na ml: 4,387 g dihydrogenfosforečnanu draselného KH_2PO_4 se rozpustí ve vodě. Doplní se vodou na 1 litr.

4. Přístroje a pomůcky

4.1 Křemenné, porcelánové nebo platinové spalovací kelímky.

4.2 Elektrická muflová pec s termostatem, regulovaná na teplotu 550 °C.

4.3 Kjeldahlova baňka, 250 ml.

4.4 Odměrné baňky a přesné pipety.

4.5 Spektrofotometr.

4.6 Zkumavky, průměr asi 16 mm, se zátkou o průměru 14,5 mm; objem: 25–30 ml.

5. Postup

5.1 Příprava roztoku

Podle druhu vzorku se připraví roztok způsobem, který je uveden v bodě 5.1.1 nebo 5.1.2.