	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10170.1 – Stanovení celkového obsahu síry gravimetricky	Revize	3

STANOVENÍ CELKOVÉHO OBSAHU SÍRY GRAVIMETRICKY

1 Účel a rozsah

Tato metoda specifikuje podmínky pro stanovení celkového obsahu síry v krmivech. Je vhodná pro všechny obsahy síry v krmivech i krmných směsích.

2 Princip

Obsah síry se stanoví v chloridovém výluhu po zpopelnění vzorku vážkově jako síran barnatý.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, $\rho(\text{HCl}) = 1,17 \text{ g/ml}$.

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, roztok $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$.

Příprava: 515 ml HCl (1) se rozmíchá ve vodě (8) a po vytemperování se doplní do 1000 ml.

3 Amoniak, zředěný roztok.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije 600 ml vody (8) a přidá se 200 ml 26% NH_4OH ($\rho = 0,91 \text{ g/ml}$). Po vytemperování se doplní vodou (8) po značku a promíchá.

4 Chlorid barnatý, BaCl_2 , roztok, $c = 100 \text{ g/l}$.

Příprava: 100 g BaCl_2 se rozpustí ve vodě (8) a doplní do 1000 ml.

5 Indikátor acidobázický - Fenolová červeň.

Příprava: 0,1 g indikátoru se rozpustí v 50 ml ethanolu za slabého zahřívání a roztok se doplní vodou (8) na 100 ml.


6 Dusičnan hořečnatý heptahydrát ($\text{Mg}_2\text{NO}_3 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}$), ethanolický roztok.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se naváží 360,0 g dusičnanu hořečnatého rozpustí se v ethanolu (9) a doplní se jím po rysku a promíchá.

7 Dusičnan amonný, NH_4NO_3 , pevný.

8 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

9 Ethanol 96%.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10170.1 – Stanovení celkového obsahu síry gravimetricky	Revize	3

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Miska odpařovací porcelánová na 500 ml.
- 2 Pec muflová elektrická s termostatem, s možností odvětrávání a teploměrem pro rozsah teplot nejméně do 600 °C.
- 3 Sušárna laboratorní elektrická, s možností odvětrávání, automatickou regulací teploty a teploměrem pro rozsah teplot nejméně do 120 °C.
- 4 Kahan plynový s regulací plamene nebo topná deska elektrická.
- 5 Miska spalovací z platiny nebo ze slitiny Pt-Au eventuálně Pt-Ir popř. jiného vhodného materiálu odolného podmínkám metody stanovení a nepodléhající za těchto podmínek změnám.

5 Postup

Do porcelánové odpařovací misky (1) se odváží asi 1 g zkušební vzorku s přesností nejméně na 0,001 g, přidá se 10 ml roztoku dusičnanu hořečnatého (6) a miska se na 10 min odstaví. Potom se obsah misky vysuší v sušárně (3) při 120 °C a zpopelní v muflové peci (2) při teplotě (450 ± 25) °C po dobu 4 h.

Poznámky


- 1 *Při vysušování dochází k nárůstu objemu vzorku, který je nutno průběžně kontrolovat, aby nedošlo k jeho úniku mimo odpařovací misku.*
- 2 *Pokud se získá šedý popel, přidá se po ochlazení ke zbytku krystalek dusičnanu amonného a přežihá se při uvedené teplotě.*

Popel se ovlhčí vodou (8), přidá se 6 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (1), výluh se krátce povaří a filtruje se horka přes středně hustý filtr do 400ml kádinky. Promyje se asi třikrát horkou vodou (8), filtrát se několik minut povaří, zneutralizuje roztokem amoniaku (3) na indikátor fenolovou červeň (5) do změny zabarvení a potom upraví vodou (8) na objem 200 ml. Tento roztok se zahřeje k varu, přidá se 1 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové (2) a najednou 30 ml horkého roztoku chloridu barnatého (4).

Poznámky

- 3 *Souběžně s vlastním stanovením se provádí slepý pokus - stejný postup, ale bez vzorku.*

Po vysrážení se roztok se sraženinou opět na několik minut zahřeje a potom se ponechá stát po několik hodin, nejlépe do druhého dne. Sraženina se filtruje přes bezpopelný hustý filtr a promývá horkou vodou až do vymizení pozitivní reakce na chloridy. Filtr se sraženinou se vysuší a spálí v muflové peci (2) při teplotě (550 ± 25) °C v předem vyžíhané a zvážené spalovací misce. Po ochlazení v exsikátoru se miska zváží s přesností nejméně na 0,001 g.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10170.1 – Stanovení celkového obsahu síry gravimetricky	Revize	3

Poznámky

4 Při filtraci se doporučuje přidat předem rozvařenou drť bezpopelného filtračního papíru.

6 Výpočet a vyjádření výsledku

Obsah síry v % (X) se vypočítá podle vztahu

$$X = \frac{100 \times 0,1374 \times m}{m_o}$$

kde m je hmotnost vyvážky v g,

m_o hmotnost navážky zkušební vzorku v g.

Poznámky

5 Uvedený vztah platí pro výpočet obsahu síry, vyjádřené v elementární formě (S).
Pro jiná vyjádření platí dále uvedené přepočtové koeficienty:

1,998 pro vyjádření jako SO_2 ,

2,498 pro vyjádření jako SO_3 ,

2,997 pro vyjádření jako SO_4 .

6 Obsah síry je možné vyjádřit také v mg/kg.