	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10180.1 – Stanovení celkového obsahu síry metodou ICP-OES	Vydání	1
		Revize	2

STANOVENÍ CELKOVÉHO OBSAHU SÍRY METODOU ICP-OES

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení obsahu síry v krmivech metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-OES).

2 Princip

Síra se stanoví v mineralizátu vzorku metodou optické emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-OES).


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina dusičná, HNO_3 , koncentrovaná, podvarově destilovaná.
- 2 Kyselina dusičná, HNO_3 , $c(\text{HNO}_3) = 5 \%$.
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije 500 ml vody (4), přidá se 79 ml kyseliny dusičné (1). Po vytemperování se doplní po značku.
- 3 Peroxid vodíku, H_2O_2 , $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$.
- 4 Voda, (ultračistá).
- 5 Standardní zásobní roztok síry o koncentraci $c = 1000 \text{ mg/l}$. Dodává se komerčně.
- 6 Argon, čistota 4.6 nebo vyšší.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Optický emisní spektrometr s indukčně vázaným plazmatem vybavený pneumtickým zmlžovačem.
- 2 Zařízení pro přípravu vysoce čisté demineralizované vody.
- 3 Zařízení pro mikrovlnný rozklad.
- 4 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 5 Automatické dávkovače (1–10) ml.
- 6 Laboratorní sklo, skleněné nebo automatické pipety.
- 7 Plastové lahvičky, 50 ml nebo 100 ml.
- 8 Filtrační papír střední hustoty.
- 9 Skleněné odměrné baňky se zátkami, 100 ml.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10180.1 – Stanovení celkového obsahu síry metodou ICP-OES	Vydání	1
		Revize	2

5 Postup mineralizace

5.1 Mikrovlnný rozklad

Do rozkladné nádoby se naváží diferenčním způsobem asi 0,25-0,5 g vzorku s přesností 0,0001 g. Ke vzorku se přidá 8 ml kyseliny dusičné (1) a 2 ml peroxidu vodíku (3). Nádoba se uzavře a ponechá stát asi 20 min. Po uplynutí této doby se nádoba vloží do mikrovlnného zařízení. Rozklad probíhá ve čtyřech stupních podle následujícího teplotního programu (tabulka 1).

Tabulka 1. Příklad teplotního programu pro mikrovlnný rozklad.

Stupeň rozkladu	1.	2.	3.	4.
Maximální teplota rozkladu (°C)	150	190	100	100
Doba dosažení maximální teploty (min)	5	5	2	2
Doba rozkladu (min.)	4	8	10	10

Po uplynutí doby mineralizace se nádobka vyjme z mineralizačního zařízení a nechá na vzduchu zchladit. Obsah nádoby se kvantitativně převede do 25ml odměrné baňky, po vytemperování se doplní po značku vodou (4) a promíchá. Mineralizát se přefiltruje přes papírový filtr do plastové lahvičky a uzavře se. Paralelně se provádí slepé stanovení.

Poznámky

- 1 V případě, kdy konstrukční řešení mikrovlnného zařízení (velikost a materiál rozkladných nádobek) neumožňuje rozklad vzorků směsí kyseliny dusičné a peroxidu vodíku (prudké vypěnění vzorku), lze rozklad provést bez přídavku peroxidu.


5.2. Mineralizace kyselinou dusičnou a peroxidem vodíku v mineralizačním bloku

Do spalovací tuby se naváží 0,5 -1 g vzorku s přesností 0,0001 g. Ke vzorku se přidá 8 ml kyseliny dusičné (1) a nechá se stát přes noc. Potom se tuba umístí do spalovacího bloku a zahřívá se 1 h při 120 ± 5 °C. Po ochlazení se do tuby přidá 8 ml peroxidu vodíku (3) a tuba se opět umístí do mineralizačního bloku, kde se zahřívá za případného dalšího přidávání peroxidu vodíku (3) do vyčerení a odbarvení obsahu. Po úplném vychladnutí se mineralizát filtruje do odměrné baňky o vhodném objemu (25 ml až 100 ml) a doplní se po značku vodou (4). Paralelně se provádí slepé stanovení.

6 Měření

6.1 Příprava kalibračních roztoků (S)

Pro stanovení obsahu síry se používá externí kalibrace pomocí kalibračních roztoků, které se připraví vhodným ředěním základního standardního roztoku (5). Pokud je měření

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10180.1 – Stanovení celkového obsahu síry metodou ICP-OES	Vydání	1
		Revize	2

ovlivňováno neznámou maticí, je vhodné nahradit externí kalibraci metodou standardního přídatku.

Ze standardního roztoku síry (5) se do sady 100ml odměrných baněk pipetuje (1,0; 2,5; 5,0; 10,0) ml, přidá se 24 ml kyseliny dusičné (1) a doplní po značku vodou (4). Takto připravené roztoky o odpovídajících koncentracích (10; 25; 50; 100) mg/l. Standard o koncentraci 0 mg/l se připraví stejným způsobem, pouze bez pipetování základního standardního roztoku síry.

6.2 Stanovení metodou ICP-OES

Připravené kalibrační roztoky a extrakty (mineralizáty) vzorků se měří při vlnové délce 182,034 nm. Parametry přístroje jsou nastaveny dle doporučení výrobce.

7 Kontrola kvality

S každou sérií vzorků se provede analýza interního referenčního materiálu (IRM). V každé sérii je třeba zařadit alespoň jeden slepý pokus.

8 Výpočet a vyjádření výsledků

Koncentrace analytu v roztoku zkušební vzorku a v roztoku slepého pokusu se vypočítou z kalibrační rovnice. Tento výpočet provádí přímo vyhodnocovací program přístroje. Pokud je hodnota slepého pokusu vyšší než přípustná hodnota stanovená v průběhu validace metody, je třeba zjistit příčinu a odstranit ji. V tomto případě není možné vyhodnocení změřených vzorků, stejně jako v případě, že naměřená hodnota IRM neodpovídá požadovaným parametrům. Pokud jsou parametry slepého pokusu a IRM vyhovující, vypočte se výsledná koncentrace prvku ve vzorku po odečtení slepého pokusu podle následujícího vztahu

$$X_{elem} = \frac{(C_V - C_B) \times V \times F}{m} \times 1000$$

kde

X je obsah prvku vyjádřený v mg/kg,

C_V je koncentrace příslušného prvku v extraktu vzorku v mg/l, odečtená z kalibračního grafu,

C_B je koncentrace příslušného prvku v mg/l v roztoku slepého pokusu,

m je hmotnost navážky vzorku v g,

F je faktor ředění,

V je celkový objem filtrátu nebo extraktu v l.