

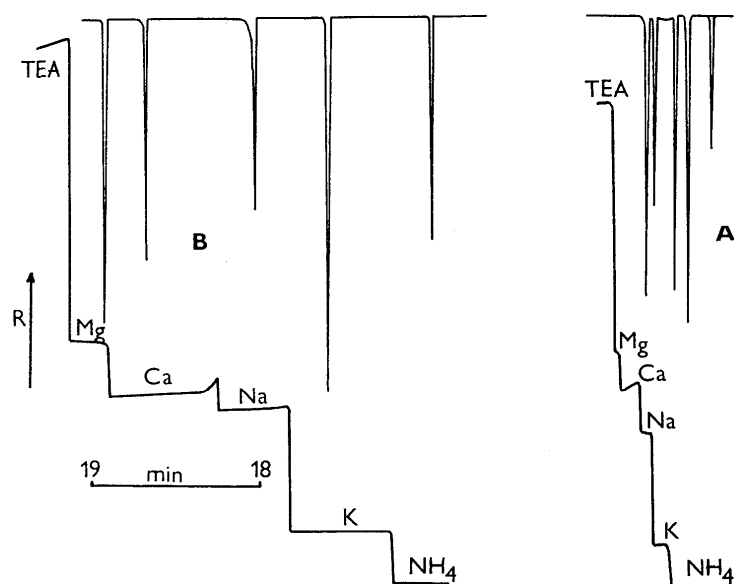
## IZOTACHOFORÉZA

### APLIKAČNÝ LIST č. 10

## STANOVENIE ALK. KOVOV A KOVOV ALK. ZEMÍN V KRMNÝCH ZMESIACH

### CHARAKTERISTIKA:

Alkalické kovy a kovy alkalických zemín sa stanovujú po celkovej mineralizácii krmnej zmesi na mokrej ceste v autokláve. Metóda dáva reprodukovateľné výsledky a je vhodná pre rutinnú analýzu. Čas analýzy po mineralizácii je cca 20 – 25 minút.



Obr. 1 : Záznamy analýzy modelovej zmesi kationov alkalických kovov  
a kovov alkalických zemín /  $V=30 \mu\text{l}$  /  
A – záznam z predseparačnej kolóny /  $I_1=250 \mu\text{A}$  /  
B – záznam z analytickej kolóny /  $I_2=45 \mu\text{A}$  /  
Analyzované koncentrácie / mg/l / :  $K=7,5$ ;  $Na=2,5$ +  $Ca=3,75$ +  $Mg=0,75$

Podmienky: vodiaci elektrolyt (LE):  
 $10^{-2}$  M  $\text{NH}_4 \text{OH}$  +  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{pH}=5,4$ ; rozpúšťadlo:  $\text{H}_2\text{O}$  + 36% PEG + 0,1% HEC

zаконčujúci elektrolyt (TE):  
 $10^{-2}$  M chloristan tetraetylammónny

### Príprava vzorky na analýzu.

Predsušená vzorka kŕmnej zmesi, pri 102 °C, sa zomelie na mixéri tak, aby celá bez zbytku prešla cez sito s otvormi 1 x 1 mm. Na analytických váhach sa odváži 1 g vzorky s presnosťou na 1 mg a vsype sa do reakčnej nádoby autoklávu / bolo použité zariadenie k tlakovému rozkladu fy JRD Pokrok, Zahnašovice, okr. Kroměříž/. Na rozklad bola použitá HNO<sub>3</sub> /1 : 1/, 10 ml.

Mokrý rozklad v uzavretom systéme za zvýšeného tlaku sa uskutoční v sušiarňi pri teplote 165 °C, počas doby 6 hodín. Po vychladnutí autoklávu na laboratórnu teplotu /ca 2 hodiny/, sa zmineralizovaná vzorka vypláchne deionizovanou vodou do polyetylénových nádobiek a doplní sa na 100 g.

Podľa typu kŕmnej zmesi sa vhodným spôsobom riedi a priamo izotachoforeticky stanovuje. Kŕmne zmesi ČOS1, ČOS2, VUL, BR1 – riedenie 1 g/10 g, kŕmna zmes NVRM – riedenie 0,3 g/10 g.

### Postup stanovenia

Dávkuje sa 30 µl zriedeného mineralizátu kŕmnej zmesi. K, Na, Ca, Mg boli stanovené z odozvy vodivostného detektora analytickej kolóny. Kvantitatívna analýza bola robená metódou kalibračnej čiary. Parametre kalibračných čiar jednotlivých prvkov boli určené regresiou z nameraných závislosti dĺžok zón prvkov od ich koncentrácie v kalibračných zmesiach.

katión kovu	a	b	korelačný koeficient
K	0,00	2,66	0,9991
Na	0,60	5,38	0,9981
Ca	0,73	5,48	0,9985
Mg	0,85	9,90	0,9983

Tab.1 : Výsledky lineárnej regresie meraní kalibračných zmesí KZ1 až KZ5. a, b – parametre regresnej priamky  $y=a+bx$ , kde y je čas prechodu zóny detektorom /s/, x –koncentrácia katiónu v mg/l.

kŕmna zmes	K g/kg	Na g/kg	Ca g/kg	Mg g/kg
ČOS 1	8,88	1,22	8,80	1,26
ČOS 2	7,80	0,59	5,95	1,30
VUL	6,95	1,49	6,44	1,53
BR 2	8,60	1,38	11,50	1,61
NVRM	7,70	3,89	34,65	1,64

Tab.2 Výsledky izotachoforetickej analýzy kŕmnych zmesí.  
Relatívna smerodajná odchýlka je pre :K, Na 2% a pre Ca, Mg 4%

### Literatúra:

Do decembra 1992 nepublikované, metóda bola vypracovaná na CHÚ UK v Bratislave, Mlynská dolina, pavilón CH2

**Prístroje pre izotachoforézu a kapilárnu zónovú elektroforézu vyrába:**  
**Villa Labeco s.r.o., Chrapčiakova 1, 052 01 Spišská Nová Ves**  
**www.villalabeco.sk**