

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie azotu azotanowego	0520-16
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest potencjometryczna metoda oznaczania azotu azotanowego w torfie i wyrobach z torfu.

1.2. Zakres stosowania normy. Objęta normą metoda ma zastosowanie do oznaczania zawartości azotu azotanowego w torfie i wyrobach z torfu w celu atestowania tych produktów.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Zawartość azotu azotanowego (N-NO_3) oznacza się w torfie i wyrobach z torfu w wyciągu otrzymanym przy użyciu 1-procentowego wodnego roztworu siarczanu potasowego. Oznaczanie wykonuje się za pomocą jonoselektywnej elektrody azotanowej, przy zachowaniu stałej, dostatecznie dużej (rzędu 10^{-1} mola/dm³) siły jonowej roztworów wzorcowych i badanych. Wyniki oznaczania przelicza się na zawartość N-NO_3 w mg/kg suchej masy próbki.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Suszarka z regulacją temperatury z dokładnością $\pm 2^\circ\text{C}$.
- Młynek udarowy.
- Sito o średnicy oczek 0,5 mm.
- Mieszadło mechaniczne obrotowe o prędkości do 40 obr/min.
- Miernik potencjału umożliwiający pomiar z dokładnością do 1 mV; dopuszcza się stosowanie jonomierza ze skalą bezpośredniego odczytu stężenia jak np. firmy Orion model 407A.
- Jonoselektywna elektroda azotanowa.
- Elektroda porównawcza chlorosrebrowa (Ag/AgCl) z podwójnym kluczem elektrolitycznym; jako roztwór zewnętrzny stosuje się 0,25M siarczan potasowy.
- Mieszadło elektromagnetyczne.
- Magnesy w osłonie szklanej lub plastikowej zapewniające łagodne i równomierne mieszanie roztworu.
- Butelki plastikowe z szeroką szyjką pojemności 500 cm³.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Roztwór ekstrakcyjny podstawowy, 10-procentowy wodny roztwór siarczanu potasowego cz.d.a.
- Roztwór ekstrakcyjny roboczy, 1-procentowy

wodny roztwór siarczanu potasowego cz.d.a.; roztwór ekstrakcyjny podstawowy rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku 1+9.

c) Roztwór buforowo-maskujący; każdy z następujących odczynników rozpuścić w około 1 dm³ wody: 83,5 g siarczanu glinowego cz.d.a. $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}]$,

39,0 g siarczanu srebra cz.d.a. (AgSO_4),

15,5 g kwasu borowego cz.d.a. (H_3BO_3);

otrzymane roztwory, łącznie z pozostałością nie rozpuszczonego siarczanu srebra, przenieść do wspólnego naczynia i uzupełnić wodą do objętości 5 dm³. Całość mieszać w ciągu 1 h za pomocą mieszadła magnetycznego lub ręcznie. Odczyn roztworu doprowadzić do pH 3 za pomocą 1N kwasu siarkowego. Roztwór przesączyć przez średni sączek.

d) Roztwór zewnętrzny do elektrody porównawczej, 0,25M roztwór wodny siarczanu potasowego cz.d.a.

e) Roztwór wzorcowy podstawowy. Odważyć 6,071 g azotanu sodowego cz.d.a. (NaNO_3) rozpuścić w 50 cm³ wody i ilościowo przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać 100 cm³ roztworu ekstrakcyjnego podstawowego i uzupełnić wodą do objętości 1 dm³. 1 cm³ powyższego roztworu zawiera 1000 $\mu\text{g N-NO}_3$, czas przechowywania roztworu nie dłuższy niż pół roku.

f) Roztwór wzorcowy rozcieńczony. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 100 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełnić do kreski roztworem ekstrakcyjnym roboczym. 1 cm³ powyższego roztworu zawiera 100 $\mu\text{g N-NO}_3$. Czas przechowywania roztworu nie dłuższy niż 1 miesiąc.

g) Roztwory wzorcowe robocze. Do kolb pomiarowych pojemności 250 cm³ odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego rozcieńczonego: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 5; 12,5; 25; 50. Zawartość kolb uzupełnić do kreski roboczym roztworem ekstrakcyjnym. Tak przygotowane roztwory mają natężenie: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0; 5,0; 10; 20 $\mu\text{g N-NO}_3$ w 1 cm³ i odpowiadają następującym zawartościom N-NO_3 : 4; 8; 12; 16; 20; 40; 100; 200; 400 mg w kg wysuszonej próbki torfu lub wyrobu torfowego.

2.4. Przygotowanie próbek

2.4.1. Pobieranie i przygotowanie próbek. Liczba próbek pierwotnych i sposób ich pobierania, przygotowa-

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Produkcji Leśnej LAS dnia 27 lutego 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

nie próbki ogólnej oraz wydzielenie próbek do badań laboratoryjnych — wg PN-69/G-98002, PN-78/G-98016, BN-79/0522-02 i BN-79/0522-03.

2.4.2. Suszenie próbek. Część próbki wydzielonej do badań laboratoryjnych rozkłada się cienką warstwą na plastikowej tacy lub arkuszu czystego papieru i suszy w suszarce w temperaturze $50 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 18 h.

2.4.3. Sposób mielenia próbek. Wysuszone próbki rozdrabniać w młynku udarowym, tak by cała próbka przeszła przez sito o średnicy oczek 0,5 mm.

2.4.4. Oznaczanie wody w wysuszonej próbce. Oznaczanie to wykonuje się metodą szczegółową wg BN-72/0520-07.

2.4.5. Przygotowanie wyciągu z próbek. Odważyć 10,00 g wysuszonej próbki przenieść ilościowo do plastikowej butelki pojemności 500 cm³ dodać 200 cm³ roboczego roztworu ekstrakcyjnego i wytrząsać na mieszadle obrotowym w ciągu 1 h. Następnie sączyć wyciąg przez średni ilościowy sączek do kolb stożkowych pojemności 250 cm³, odrzucając pierwszą porcję przesączu.

2.4.6. Przygotowanie ślepej próby. Z roztworem ekstrakcyjnym roboczym, przygotowanym zgodnie z 2.3.2, postępować jak w 2.4.5, bez dodawania próbki torfu lub wyrobu torfowego.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Przygotowanie układu pomiarowego do pracy. Przed przystąpieniem do pomiarów uruchomić i sprawdzić działanie stosowanego miernika potencjału według instrukcji pracy przyrządu. Przygotować elektrodę azotanową i sprawdzić poprawność jej działania zgodnie z instrukcją jej obsługi. Podobnie przygotować i sprawdzić elektrodę porównawczą. Przed każdą serią pomiarów, zewnętrzną komorę elektrody porównawczej wypełnić 0,25M roztworem siarczanu potasowego. Po podłączeniu elektrod do miernika potencjału umieścić je w zlewce z wodą destylowaną i przemywać w ciągu 1 h, zmieniając w tym czasie trzykrotnie wodę.

2.5.2. Ogólne czynności przy wzorcowaniu i pomiarze zawartości N-NO₃ w wyciągu. Wszystkie pomiary roztworów wzorcowych i badanych oraz przemywanie elektrod wykonywać przy ciągłym mieszaniu za pomocą mieszadła elektromagnetycznego. Po każdym pomiarze spłukać elektrody strumieniem wody i osuszyć kawałkiem bibuły do sączenia. Wszystkie pomiary wykonywać w stałej temperaturze $\pm 2^\circ\text{C}$.

2.5.3. Wzorcowanie układu pomiarowego

a) W przypadku stosowania miernika potencjału do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć po 50 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych roboczych. Następnie dodać po 5 cm³ roztworu buforowo-maskującego. Przemyte elektrody umieszczać w kolejnych roztworach wzorcowych roboczych, w kierunku od najmniejszego do największego stężenia N-NO₃ i mierzyć odpowiadające im wartości potencjału. Wykreślić krzywą wzor-

cowania na papierze półlogarytmicznym. Na osi odciętych (X), w skali logarytmicznej, odłożyć zawartości mg N-NO₃ w kg wysuszonej próbki, odpowiadające kolejnym roztworom wzorcowym jak w 2.3.7. Na osi rzędnych (y) odłożyć odpowiednie wartości potencjału w mV. W przypadku sprawnego układu pomiarowego i dobrze działających elektrod krzywa wzorcowania powinna mieć przebieg liniowy. Po zakończeniu pomiarów roztworów wzorcowych elektrody przemywać w ciągu 10 min, zmieniając dwukrotnie wodę.

b) W przypadku stosowania jonomierza do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć po 50 cm³ roztworów wzorcowych roboczych o stężeniach 0,2; 2,0 i 20 µg N-NO₃ w 1 cm³, odpowiadających zawartościom 4; 40 i 400 mg N-NO₃ w kg wysuszonej próbki, przygotowanej według 2.4.1. Następnie dodać po 5 cm³ roztworu buforowo-maskującego. Tutaj nie wykreśla się krzywej wzorcowania, lecz za pomocą kolejnych par roztworów wzorcowych (4 i 40 lub 40 i 400 mg N-NO₃ w kg wysuszonej próbki) kalibruje skalę bezpośredniego odczytu stężenia, zgodnie z zaleceniami instrukcji obsługi jonomierza.

2.5.4. Pomiar zawartości N-NO₃ w wyciągu z próbki. Do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ przesączonego wyciągu z próbki lub roztworu ślepej próby, dodać 5 cm³ roztworu buforowo-maskującego, po czym przystąpić do pomiarów stężenia N-NO₃ w badanych wyciągach. Wartość potencjałów elektrody w kolejnych wyciągach odczytywać po ustaleniu tej wartości na skali miernika. Zawartość azotu azotanowego w badanej próbce, wyrażoną w mg na kg wysuszonej próbki, odczytać z krzywej wzorcowania. W przypadku stosowania jonomierza zawartość azotu azotanowego w próbce odczytać ze skali bezpośredniego odczytu stężenia.

2.5.5. Pomiar w przypadku zawartości przekraczającej wartość najwyższego wzorca. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 10 cm³ wyciągu z próbki i uzupełnić do kreski roztworem ekstrakcyjnym roboczym. Wykonać ponownie pomiar według 2.5.4. Otrzymane wyniki zawartości N-NO₃ pomnożyć przez 10.

2.5.6. Obliczanie wyniku. Zawartość N-NO₃ (x_{sm}) w suchej masie próbki obliczyć w mg na kg suchej masy według wzoru

$$x_{sm} = \frac{x_p \cdot 100}{100 - w}$$

w którym:

x_p — zawartość N-NO₃ w wysuszonej próbce uzyskana z pomiaru w mg/kg,

w — zawartość wody w wysuszonej próbce oznaczona według 2.4.4 w procentach.

2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, pomniejszonych o wartość ślepej próby, różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS, Skolimów.

2. Normy związane

PN-69/G-98002 Ściółka torfowa

PN-78/G-98016 Torf ogrodniczy

BN-72/0520-07 Wyroby z torfu do celów rolniczych. Oznaczanie zawartości wody

BN-79/0522-02 Podłoża torfowe (substraty torfowe)

BN-79/0522-03 Mieszanki nawozowe torfowo-mineralne

3. Autorzy projektu normy — dr Barbara Sapek, doc. dr hab. Andrzej Sapek — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych.

4. Teoretyczne podstawy i zasady pomiaru za pomocą jonoselektywnych elektrod można znaleźć w książce: J. Dojlido „Instrumentalne metody badania wody i ścieków”, Wydawnictwo Arkady, Warszawa 1980.

Przy wykreślaniu krzywej wzorcowania należy zwrócić uwagę na podstawowe zasady zamieszczone w każdej instrukcji obsługi jonoselektywnej elektrody stosowanej do oznaczania.