

TORF I PRZETWORY TORFOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-82
	Torf i wyroby z torfu	0520-19
	Oznaczanie żelaza	Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie całkowitej zawartości żelaza w torfie lub wyrobach z torfu.

1.2. Zakres stosowania normy. Objęte normą metody mają zastosowanie do oznaczania całkowitej zawartości żelaza w torfie i wyrobach z torfu w celu ich atestowania.

1.3. Rodzaje metod oznaczania. W zależności od wyposażenia laboratorium dopuszcza się trzy metody oznaczania:

- kolorymetryczną z zastosowaniem *o*-fenantroliny,
- kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli,
- absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie wykonuje się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub stałej. Oznaczanie kolorymetryczne z zastosowaniem *o*-fenantroliny polega na redukowaniu żelaza w roztworze próbki kwasem askorbinowym do postaci dwuwartościowej, a następnie na tworzeniu barwnego związku dwuwartościowego żelaza z *o*-fenantroliną. Intensywność zabarwienia roztworu, proporcjonalną do zawartości w nim żelaza, mierzy się przy długości fali 508 nm. Oznaczanie kolorymetryczne z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli polega na redukowaniu żelaza glicyną do postaci dwuwartościowej, a następnie na tworzeniu barwnego związku dwuwartościowego żelaza z 2,2'-dwupirydylem. Intensywność zabarwienia roztworu mierzy się przy długości fali 525 nm. Oznaczanie absorpcyjną spektrometrią atomową wykonuje się w rozcieńczonym roztworze próbki, stosując linię analityczną 248,3 nm.

2.2. Aparatura

- Spektrokolorymetr lub kolorymetr umożliwiający pomiar absorbancji lub przepuszczalności w pasmie od 500 do 520 nm i od 520 do 540 nm.
- Spektrometr do absorbancji atomowej.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny, 1,25 N roztwór.
- Kwas askorbinowy cz.d.a., 2-procentowy roztwór wodny przygotowany w dniu wykonywania analizy.
- Cytrynian dwuamonowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór wodny, przechowywany w chłodni.
- o*-fenantrolina (1,10-fenantrolina), 0-25-procentowy roztwór wodny.

Potrzebną do jednej serii analiz odważyć *o*-fenantroliny rozpuścić w odpowiedniej objętości gorącej wody destylowanej. Roztwór nie jest trwały i należy go przygotować tuż przed wykonaniem analizy.

- Octan amonowy cz.d.a., 50-procentowy roztwór wodny.

- Glicyna (para-hydroksyfenyloglicyna), 1-procentowy roztwór w 0,4 N kwasie siarkowym.

- 2,2'-dwupirydyli (2,2'-dwupirydyna), 2-procentowy roztwór w 10-procentowym roztworze kwasu octowego.

- Mieszanina glicyny z dwupirydylem, roztwór glicyny (2.3f) zmieszać z roztworem 2,2'-dwupirydyli w stosunku objętościowym 1+2. Mieszaninę przygotować w dniu oznaczania.

- Woda amoniakalna cz.d.a., 12,5-procentowy roztwór.

- Octan amonowy cz.d.a., 1 N roztwór.

- Roztwór wzorcowy podstawowy. Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego zawierającego 1 µg Fe/cm³ lub roztworu wzorcowego o tym stężeniu żelaza przygotowanego we własnym zakresie.

Przygotowanie podstawowego roztworu wzorcowego we własnym zakresie: do wysokiej zlewki pojemności 200 cm³ odważyć 1,000 g żelaza zredukowanego cz.d.a. lub żelaza drutu cz.d.a., dodać około 25 cm³ wody destylowanej, przykryć szkiełkiem zegarowym i ostrożnie po ściance dodać 20 cm³ 20-procentowego roztworu kwasu solnego. Zlewkę ustawić na płycie grzejnej i łagodnie ogrzewać. Po całkowitym rozpuszczeniu metalu obmyć wodą destylowaną szkiełko zegarowe, a zawartość zlewki przenieść za pomocą wody destylowanej do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³. Zlewkę i lejek obmyć kilkakrotnie wodą destylowaną. Kolbę uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Pełnomocnika Ministra Leśnictwa i Przemysłu Drzewnego d/s Produkcji Leśnej LAS dnia 12 lutego 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1982 poz. 16)

l) Roztwór wzorcowy rozcieńczony do oznaczania metodami kolorymetrycznymi. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 20 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego, dodać 2 cm³ 20-procentowego roztworu kwasu solnego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwór taki zawiera 20 µg Fe/cm³.

m) Roztwór wzorcowy rozcieńczony do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej. Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ odmierzyć 25 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwór zawiera 100 µg Fe/cm³.

2.4. Przygotowanie próbek do analizy

2.4.1. Pobieranie i przygotowanie próbek. Liczba próbek pierwotnych i sposób ich pobierania, przygotowanie próbki ogólnej oraz wydzielenie próbek do badań laboratoryjnych określone są w PN-69/G-98002, PN-78/G-98016, BN-79/0522-02 i BN-79/0522-03.

2.4.2. Suszenie próbek. Próbki wydzielone do badań laboratoryjnych należy suszyć wg BN-80/0520-14.

2.4.3. Oznaczanie wody w wysuszonej próbce. Oznaczanie to należy wykonać metodą szczegółową wg BN-72/0520-07.

2.4.4. Spalanie próbek. Spalanie próbek w fazie ciekłej lub stałej należy wykonać wg BN-80/0520-14.

2.4.5. Przygotowanie roztworu próbki i ślepej próby

2.4.5.1. Przygotowanie do oznaczania metodami kolorymetrycznymi

a) Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 2 cm³ roztworu próbki lub ślepej próby spalonych w fazie ciekłej wg BN-80/0520-14 i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

b) Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ odmierzyć 2 cm³ roztworu próbki lub ślepej próby spalonych w fazie stałej wg BN-80/0520-14 i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

2.4.5.2. Przygotowanie do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej

a) Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu próbki lub ślepej próby spalonych w fazie ciekłej wg BN-80/0520-14 i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

b) Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 2 cm³ roztworu próbki lub ślepej próby spalonych w fazie stałej wg BN-80/0520-14 i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

2.5. Metoda kolorymetryczna z zastosowaniem o-fenantroliny

2.5.1. Sporządzenie krzywej wzorcowej. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego (przygotowanego wg 2.3.1). Wzorce te odpowiadają 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 % Fe w próbce. Kolby uzupełnić wodą destylowaną do objętości około 50 cm³, dodać 1 cm³ 1,25 N roztworu kwasu solnego oraz 2 cm³ 2-procentowego roztworu kwasu askorbinoowego i wymieszać. Po 15 min dodać 2 cm³ 20-procentowego roztworu cytrynianu dwuamonowego i znów wymieszać. Kolby uzupełnić wodą destylowaną do kreski i ponownie wymieszać. Po 10 min do 3 h wykonać pomiar absorbancji lub przepuszczalności wobec wzorca zerowego jako odniesienia, dobierając odpo-

wiednio grubość warstwy. Pomiar w przypadku spektrometru należy wykonać przy długości fali 508 nm, a w przypadku fotokolorymetru stosując filtr zielony o maksimum przepuszczalności światła w zakresie od 500 do 520 nm. Uzyskane wyniki pomiarów należy wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowej. Na osi odciętych odłożyć zawartość żelaza, wyrażoną w % Fe w próbce, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów.

2.5.2. Pomiar zawartości w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu próbki przygotowanego wg 2.4.5.1, uzupełnić wodą destylowaną do objętości około 50 cm³ i postępować kolejno jak w 2.5.1. Zawartość żelaza wyrażoną w % Fe w próbce należy odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.5.2. Zawartość żelaza w ślepej próbce wyrazić w % Fe w próbce.

2.6. Metoda kolorymetryczna z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

2.6.1. Sporządzenie krzywej wzorcowej. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego (przygotowanego wg 2.3.1). Wzorce te odpowiadają 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 % Fe w próbce. Dodać 6 cm³ mieszaniny glicyny z 2,2'-dwupirydylem, wymieszać i odstawić na 10 min. Następnie roztwór uzupełnić wodą destylowaną do objętości około 50 cm³ i zobojętniać 12,5-procentowym roztworem wody amoniakalnej do powstania trwałego zabarwienia. Zawartość kolby uzupełnić do kreski 1 N roztworem octanu amonowego. Po 30 min do 3 h należy wykonać pomiar absorbancji lub przepuszczalności wobec wzorca zerowego jako odniesienia, dobierając odpowiednio grubość warstwy. Pomiar w przypadku spektrometru wykonuje się przy długości fali 525 nm, a w przypadku fotokolorymetru stosując filtr zielony o maksimum przepuszczalności światła w zakresie od 520 do 540 nm. Uzyskane wyniki pomiarów należy wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowej. Na osi odciętych odłożyć zawartość żelaza, wyrażoną w % Fe w próbce, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów.

2.6.2. Pomiar zawartości w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu próbki przygotowanej wg 2.4.5.1, uzupełnić wodą destylowaną do objętości około 50 cm³ i postępować kolejno jak w 2.6.1.

Zawartość żelaza wyrażoną w % Fe w próbce należy odczytać z krzywej wzorcowej.

2.6.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.6.2. Zawartość żelaza w ślepej próbce wyrazić w % Fe w próbce.

2.7. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej

2.7.1. Sporządzenie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego (przygotowanego wg 2.3m) i uzupełnić wo-

dą destylowaną do kreski. Wzorce te odpowiadają 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 10 % Fe w próbce. Kolejne roztwory wzorcowe rozpylać w płomieniu acetylen-powietrze spektrometru do absorpcji atomowej przygotowanego do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Pomiar absorbancji lub przepuszczalności należy mierzyć przy linii analitycznej 248,3 nm. Jako odniesienie stosować wodę destylowaną. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowej. Na osi odciętych odłożyć zawartość żelaza, wyrażoną w % Fe w próbce, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów. W przypadku spektrometru wyposażonego w zestaw do bezpośredniego odczytu stężenia lub zawartości, ustawianego ręcznie lub automatycznie, dopuszcza się stosowanie takiego urządzenia zgodnie z instrukcją obsługi.

2.7.2. Pomiar zawartości w próbce. Roztwory próbek przygotowane wg 2.4.5.2 rozpylać w płomieniu spektrometru zachowując takie same warunki pomiarowe jak w 2.7.1. Zawartość żelaza wyrażoną w % Fe w próbce należy odczytać z krzywej wzorcowej lub czytnika

spektrometru, jeżeli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.7.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.7.2. Zawartość żelaza w ślepej próbce wyrazić w % Fe w próbce.

2.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza obliczyć w procentach suchej masy próbki wg wzoru

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

w którym:

x_p — zawartość % Fe w próbce uzyskana z pomiaru,

x_{sp} — zawartość % Fe w ślepej próbce,

w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona wg 2.4.3.

2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości żelaza (Fe) w procentach suchej masy próbki należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, pomniejszonych o zawartość w ślepej próbce, różniących się między sobą nie więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

K O N I E C

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-80/0520-14 Torf i wyroby z torfu. Spalanie próbki w celu oznaczania składników mineralnych

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

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

3. Autor projektu normy — doc. dr hab. Andrzej Sapek — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych.