

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie molibdenu	0520-24
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

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

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

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie wykonuje się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub stałej. Oznaczanie polega na pomiarze intensywności barwnego kompleksu powstałego z reakcji molibdenu z ditiolanem cynku w środowisku kwaśnym. Intensywność zabarwienia roztworu mierzy się przy długości fali 680 nm.

2.2. Aparatura

- Spektrokolorymetr.
- Łaźnia piaskowa ogrzewana prądem elektrycznym lub gazem.
- Lejki rozdzielcze.
- Kolby stożkowe pojemności 100 i 50 cm³.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Kupron cz.d.a. — 2% roztwór w etanolu. Roztwór przechowywać w lodówce.
- Chloroform cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a., (1,84).
- Kwas nadchlorowy cz.d.a. (1,54).
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,40) — redestylowany.
- Azotan bizmutowy Bi (NO₃)₃ cz.d.a. Odważyć 63 g azotanu bizmutowego rozpuścić w 50 cm³ stężonego kwasu solnego i 20 cm³ stężonego kwasu siarkowego w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić wodą redestylowaną. 1 cm³ tego roztworu zawiera 100 mg Bi.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19).

h) Cytrynian sodu. Odważyć 20 g kwasu cytrynowego cz.d.a. rozpuścić w 20 cm³ roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu $c = 10 \text{ mol/l}$ i 280 cm³ wody redestylowanej.

i) Ditiolan cynku — 0,3% roztwór. Odważyć 0,3 g ditiolanu cynku rozpuścić w 2 cm³ alkoholu etylowego odwodnionego, dodać 4 cm³ wody redestylowanej, potem 2 g wodorotlenku sodu i 1 cm³ kwasu tioglikolowego, ogrzać do rozpuszczenia i po ostudzeniu uzupełnić wodą do 100 cm³. Odczynnik przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

j) Octan *n*-butylu cz.d.a.

k) Roztwór wzorcowy podstawowy: 2,5220 g molibdenianu dwusodowego, dwuwodnego — Na₂MoO₄ · 2H₂O cz.d.a. rozpuścić w wodzie redestylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą do kreski.

Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego molibdenu, który należy odpowiednio rozcieńczyć tak, aby 1 cm³ zawierał 1000 µg Mo.

l) Roztwór wzorcowy rozcieńczony — zawierający 1 µg Mo/cm³. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 1 cm³ roztworu podstawowego i uzupełnić wodą do kreski.

2.4. Przygotowanie próbek do analizy

2.4.1. Pobieranie i przygotowanie próbek — wg PN-69/G-98002 p. 5.3, PN-78/G-98016 p. 5.2, BN-79/0522-02 p. 5.2 i BN-79/0522-03 p. 5.2.

2.4.2. Suszenie próbek. Część próbki wydzielonej do badań laboratoryjnych rozłożyć cienką warstwą na plastikowej tacy lub arkuszu czystego papieru i suszyć w suszarce w temperaturze (50 ± 2°C) w ciągu 18 h.

2.4.3. Sposób mielenia próbek. Wysuszone próbki rozdrabniać w młynku udarowym tak, aby 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.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Produkcji Leśnej LAS 25 lutego 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1985 poz. 10)

2.4.5. Spalanie próbki. Czynność spalania wysuszonej próbki wykonuje się w fazie ciekłej lub w fazie stałej wg BN-80/0520-14.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Wydzielenie molibdenu. Do lejka rozdzielczego odmierzyć 50 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie ciekłej wg BN-80/0520-14 lub 20 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie stałej wg BN-80/0520-14, dodać 2 cm³ 2% alkoholowego roztworu kupronu i po wymieszaniu pozostawić przez 30 min. Następnie ekstrahować dwukrotnie 10 cm³ chloroformu wytrząsając 1 raz 2 min, a następnie 1 min. Dodać ponownie 0,5 cm³ 2% roztworu kupronu i ekstrahować natychmiast 10 cm³ chloroformu przez 1 min.

Połączone ekstrakty chloroformowe zebrane w kolbach stożkowych z podwójnie wydłużoną szyjką pojemności 100 cm³, umieścić na łaźni w celu odpędzenia chloroformu.

2.5.2. Wzorcowanie pomiaru. Do kolb stożkowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0; 1; 2; 3; 4; i 5 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego wg 2.3b). Wzorce te odpowiadają 0; 1; 2; 3; 4 i 5 mg Mo/kg próbki. Następnie dodać 0,5 cm³ stężonego kwasu siarkowego, 0,5 cm³ stężonego kwasu nadchlorowego i kilka kropel stężonego kwasu azotowego (3 do 5) oraz 1 cm³ roztworu azotanu bizmutu. Kolby umieścić na łaźni piaskowej aż do całkowitego spalania.

Po ostudzeniu pozostałość przenieść do lejków rozdzielczych, dodając 20 cm³ stężonego kwasu solnego i 7,5 cm³ cytrynianu sodu. Następnie dodać 2 cm³ ditiolanu cynku i po wymieszaniu pozostawić przez 30 ÷ 45 min. Po tym czasie ekstrahować molibden 10 cm³ octanu *n*-butylu wytrząsając przez 30 s. Odrzucić fazę wodną i spuścić fazę organiczną przez sączek karbowany (bez lejka) do kolb stożkowych pojemności 50 cm³. Zmierzyć absorbancję lub przepusz-

czalność za pomocą spektrokolorymetru, stosując długość fali 680 nm i kuwetę 5 cm. Jako odniesienie stosować czysty octan *n*-butylu. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość molibdenu, wyrażoną w mg Mo/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów.

2.5.3. Pomiar zawartości w próbce. Z roztworami próbek po wydzieleniu molibdenu przygotowanych wg 2.5.1 postępować następnie kolejno jak w 2.5.2. Zawartość molibdenu wyrażoną w mg Mo/kg próbki odczytywać z krzywej wzorcowania.

2.5.4. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.5.1 i 2.5.2. Zawartość molibdenu w ślepej próbce wyrazić w mg Mo/kg próbki.

2.6. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość molibdenu (X_{sm}) obliczyć w mg Mo/kg suchej masy próbki wg wzoru

$$X_{sm} = \frac{(X_p - X_{sp}) \cdot 100}{100 - w}$$

w którym:

X_p — zawartość w mg Mo/kg próbki uzyskana z pomiaru,

X_{sp} — zawartość w mg Mo/kg próbki w ślepej próbce,

w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona wg 2.4.4.

2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości molibdenu w mg Mo/kg suchej masy próbki należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, 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 ogrodnicy

BN-72/0520-07 Wyroby z torfu dla 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 normy — dr Irena Kuczyńska — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych, Bydgoszcz.