

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie wapnia i magnezu	0520-23
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania całkowitej zawartości wapnia i magnezu w torfie i wyrobach z torfu.

1.2. Zakres stosowania normy. Objęte normą metody mają zastosowanie do oznaczania całkowitej zawartości wapnia i magnezu w torfie i wyrobach z torfu, w celu atestowania tych produktów.

1.3. Rodzaje metod oznaczania. W zależności od potrzeb i wyposażenia laboratorium dopuszcza się dwie metody oznaczania:

- a) absorpcyjną spektrometrię atomową,
- b) miareczkową, z zastosowaniem dwusodowej soli kwasu etylenodwuaminoczworoowego.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie wykonuje się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub stałej. Oznaczanie metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej przeprowadza się bezpośrednio w roztworze próbki rozcieńczonej 1-procentowym roztworem azotanu lantanowego w stosunku objętościowym 1+49 w przypadku jej spalania w fazie ciekłej lub w stosunku 1+124 w przypadku jej spalania w fazie stałej. Dodatek lantanu służy do zmniejszenia wpływu matrycy próbki na wyniki oznaczania wapnia i magnezu. W metodzie miareczkowej wykorzystuje się reakcję kompleksowania wapnia i magnezu przez sole kwasu etylenodwuaminoczworoowego (EDTA).

Oznaczanie wapnia wykonuje się w silnie zasadowym środowisku, w którym to wytrąca się wodorotlenek magnezowy. Magnez w tej postaci nie jest kompleksowany przez EDTA.

Sumę magnezu i wapnia oznacza się przy pH 8,7 ustalonym za pomocą buforu amonowego. Punkt końcowy miareczkowania określa się wobec wskaźników barwnych, którymi są barwniki organiczne tworzące z magnezem i wapniem barwne związki.

Siła wiązania magnezu i wapnia przez te związki jest mniejsza od siły wiązania przez EDTA. Zawartość

magnezu oblicza się z różnicy zawartości sumy magnezu i wapnia oraz z zawartości wapnia. Miedź blokująca zmianę zabarwienia wskaźników maskuje się cyjanami.

2.2. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej.

2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan lantanowy $[La(NO_3)_3]$ roztwór 2%(m/m).
- b) Woda amoniakalna — roztwór 25%(m/m).
- c) Dwusodowa sól kwasu etylenodwuaminoczworoowego (Na_2EDTA) — roztwór $c(EDTA) = 0,1$ mol/l.
- d) Wodorotlenek sodowy — roztwór — $c(NaOH) = 5$ mol/l.
- e) Bufor amonowy o pH 8,7. Odważyć 70 g chlorku amonowego rozpuścić w 200 cm³ wody, dodać 560 cm³ 25%(m/m) roztworu wody amoniakalnej i uzupełnić wodą do objętości 1 dm³.
- f) Cyjanek potasowy lub sodowy.
- g) Kalces — wskaźnik. Rozetrzeć w moździerzu 1 g kalcesu ze 100 g chlorku sodowego.
- h) Czerń eriochromowa T — wskaźnik. Rozetrzeć w moździerzu 1 g czerni eriochromowej T ze 100 g chlorku sodowego.
- i) Roztwór wzorcowy magnezu — podstawowy, zawierający 1000 µg Mg/cm³.

Taśmą magnezową cz.d.a. oczyścić nożem z nalotu tlenków i odważyć 1,000 g. Odważyć przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać około 50 cm³ wody i 25 cm³ 20%(m/m) kwasu solnego. Po całkowitym rozpuszczeniu metalu kolbę uzupełnić wodą do kreski.

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

j) Roztwory wzorcowe magnezu — rozcieńczone, zawierające 0, 10, 20 i 40 µg Mg/cm³.

Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 1, 2 i 4 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego, dodać 2 cm³ 60%(m/m) kwasu nadchlorowego i uzupełnić wodą do kreski.

k) Roztwory wzorcowe magnezu — robocze, zawierające 0, 1, 2 i 4 µg Mg/cm³.

Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno po 10 cm³ roztworów wzorcowych roz-

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora OBR PL LAS dnia 25 maja 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1984 poz. 13)

cieńczonych, dodać 20 cm³ 2%(m/m) roztworu azotanu lantanowego i uzupełnić wodą do kreski. Roztwory te służą do oznaczania metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej i odpowiadają kolejno 0, 0,1, 0,2 i 0,4%(m/m) Mg w wysuszonej próbce.

l) Roztwór wzorcowy wapnia — podstawowy, zawierający 1000 µg Ca/ cm³.

Odważyć 2,497 g węglanu wapniowego cz.d.a., uprzednio wysuszonego w temperaturze 105°C do stałej wagi. Odważkę przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać około 100 cm³ wody i 20 cm³ 20% kwasu solnego. Po całkowitym rozpuszczeniu węglanu zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski.

Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego wapnia, który należy odpowiednio rozcieńczyć wodą tak, aby 1 cm³ zawierał 1000 µg Ca.

m) Roztwory wzorcowe wapnia — robocze, zawierające 0, 10, 20, 40 i 80 µg Ca/ cm³.

Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 1, 2, 4 i 8 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego, dodać 20 cm³ 2%(m/m) roztworu azotanu lantanowego i uzupełnić wodą do kreski. Roztwory te służą do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej i odpowiadają kolejno 0, 1, 2, 4 i 8% Ca w wysuszonej próbce.

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 — 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 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.

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. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej

2.5.1.1. **Przygotowanie roztworu próbek do oznaczania.** Do kolb pomiarowych objętości 100 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie ciekłej wg BN-80/0520-14 lub 2 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie stałej wg BN-80/0520-14, dodać 20 cm³ 2%(m/m) roztworu azotanu lantanowego i uzupełnić wodą do kreski.

2.5.1.2. **Wzorcowanie pomiaru.** Kolejne roztwory wzorcowe robocze, przygotowane wg 2.3k) w przypadku magnezu lub 2.3m) w przypadku wapnia, rozpylać w płomieniu acetylen-powietrze spektrometru do absorpcji atomowej, przygotowanego do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Pomiar absorbancji lub przepuszczalności wykonać przy linii analitycznej

285,2 nm w przypadku magnezu lub 422,7 nm w przypadku wapnia. Jako odniesienie stosować wodę destylowaną.

Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość magnezu lub wapnia wyrażoną w mg Mg lub Ca na kg wysuszonej próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wartości skali absorbancji lub przepuszczalności.

W przypadku spektrometru wyposażonego w zestaw do bezpośredniego odczytu stężenia lub zawartości, ustawianego ręcznie lub automatycznie, dopuszcza się stosowanie takiego urządzenia zgodnie z instrukcją jego obsługi.

2.5.1.3. **Pomiar zawartości w próbce.** Z roztworami próbek przygotowanymi jak w 2.5.1.1 postępować jak z roztworami wzorcowymi wg 2.5.1.2. Zawartość magnezu lub wapnia wyrażoną w mg Mg lub Ca na kg wysuszonej próbki odczytać z krzywej wzorcowania lub czytnika spektrometru, jeśli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.5.1.4. **Pomiar zawartości w ślepej próbce.** Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.5.1.3. Zawartość magnezu lub wapnia w ślepej próbce wyrazić w mg na kg wysuszonej próbki.

2.5.2. Oznaczanie miareczkowe

2.5.2.1. **Przygotowanie roztworów próbek do oznaczania.** Do kolby stożkowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 25 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie ciekłej wg BN-80/0520-14 lub 10 cm³ roztworu próbki po spaleniu w fazie stałej wg BN-80/0520-14, uzupełnić wodą do objętości około 50 cm³ i ogrzać do temperatury około 90°C, tak jednak aby roztwór próbki nie wrzał.

Do gorącego roztworu dodawać kroplami 25%(m/m) wodę amoniakalną w celu wytrącenia uwodnionych tlenków żelaza. Dodawanie wody amoniakalnej przerywać, gdy kolejne jej krople nie powodują dalszego wytrącania się brunatnego osadu. Roztwór próbki ostudzić do temperatury pokojowej. Każdą próbkę przygotować w ten sposób w dwóch powtórzeniach. Jedna służy do oznaczania wapnia, druga do oznaczania sumy magnezu i wapnia.

2.5.2.2. **Mianowanie roztworu dwusodowej soli kwasu etylenodwuaminoczerooctowego (EDTA).** Do kolby stożkowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 10 cm³ roztworu wzorcowego wapnia przygotowanego wg 2.3l), uzupełnić wodą do objętości około 50 cm³, dodać 2,5 cm³ c(NaOH) = 5 mol/l wodorotlenku sodowego i szczyptę (30 ÷ 50 mg) wskaźnika kalcesu, a następnie miareczkować c(EDTA) = 0,1 mol/l EDTA do zmiany zabarwienia z różowego na niebieskie.

Miano EDTA oblicza się w mg/cm³ wg wzoru

$$m_{\text{EDTA}} = \frac{10}{V} \quad (1)$$

w którym:

10 — liczba mg Ca, zawarta w 10 cm³ roztworu wzorcowego,

V — objętość EDTA, zużyta do związania wapnia w roztworze wzorcowym, cm³.

2.5.2.3. Oznaczanie zawartości wapnia. Do roztworu próbki przygotowanego wg 2.5.2.1 dodać 20 ÷ 30 mg cyjanku potasowego lub sodowego, 2 cm³ roztworu $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/l}$ wodorotlenku sodowego i szczyptę (30 ÷ 50 mg) wskaźnika kalcesu. Miareczkować mianowanym roztworem EDTA. Zawartość wapnia (X_{Ca}) w wysuszonej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{\text{Ca}} = \frac{m_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{Ca}} \cdot 100}{500} \quad (2)$$

w którym:

m_{EDTA} — miano EDTA wobec wapnia,

V_{Ca} — objętość EDTA zużyta do związania wapnia w roztworze próbki, cm³,

500 — masa próbki w roztworze wziętym do analizy, mg.

2.5.2.4. Oznaczanie sumy zawartości magnezu i wapnia. Do roztworu próbki przygotowanego wg 2.5.2.1 dodać 20 ÷ 30 mg cyjanku potasowego lub sodowego, 5 cm³ buforu amonowego o pH 8,7 i szczyptę wskaźnika czerni eriochromowej T (30 ÷ 50 mg). Miareczkować mianowanym roztworem EDTA.

2.5.2.5. Obliczanie zawartości magnezu w próbce. Obliczanie zawartości magnezu (X_{Mg}) wykonać wg wzoru

$$X_{\text{Mg}} = \frac{m_{\text{EDTA}} \cdot [V_{(\text{Mg} + \text{Ca})} - V_{\text{Ca}}] \cdot 0,6065 \cdot 100}{500} \quad (3)$$

w którym:

$V_{(\text{Mg} + \text{Ca})}$ — objętość EDTA zużyta do związania magnezu i wapnia w roztworze próbki, cm³,

0,6065 — stosunek ciężarów atomowych magnezu i wapnia.

2.5.2.6. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.5.2.3, 2.5.2.4, 2.5.2.5. Zawartość magnezu i wapnia w ślepej próbce wyrazić w mg na kg wysuszonej próbki.

2.6. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość magnezu lub wapnia w suchej masie próbki (X_{sm}) wyrażoną w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_{\text{sm}} = \frac{(x_p - x_{sp}) \cdot 100}{100 - w} \quad (4)$$

w którym:

x_p — zawartość magnezu lub wapnia, wyrażona w procentach masy wysuszonej próbki, uzyskana z pomiaru,

x_{sp} — zawartość magnezu lub wapnia w ślepej próbce, wyrażona w procentach masy wysuszonej próbki,

w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona wg 2.4.4.

2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości magnezu i wapnia w procentach suchej masy próbki należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch 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 normy — doc. dr hab. Andrzej Sapek — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych, Falenty.