

TORF I PRZETWORY TORFOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie sodu	0520-17
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania sodu w próbkach torfu lub wyrobów z torfu za pomocą płomieniowej techniki emisyjnej lub absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Objęta normą metoda ma zastosowanie do oznaczania zawartości sodu w torfie i wyrobach z torfu w celu ich atestowania.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. W zależności od wyposażenia laboratorium stosuje się dwa sposoby fotopłomieniowego oznaczania sodu: pierwszy za pomocą emisyjnej spektrometrii atomowej i drugi za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej. W obydwu sposobach roztwór spalanej próbki rozpyla się w płomieniu i w przypadku spektrometrii emisyjnej mierzy się intensywność promieniowania przy 589 nm, emitowanego przez wzbudzone w płomieniu jony sodowe, a w przypadku stosowania spektrometrii absorpcyjnej mierzy się osłabienie promieniowania linii analitycznej 589,2 nm absorbowanego przez znajdujące się w płomieniu atomy sodu w stanie podstawowym. Do wzorcowania układu pomiarowego służy seria roztworów wzorcowych zawierających znane ilości sodu. W celu uniezależnienia stopnia jonizacji sodu w płomieniu od obecności obcych jonów dodaje się do roztworów próbek i wzorców nadmiar jonów w postaci 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego. W przypadku zawartości sodu w granicach 0 + 250 mg Na/kg próbki, oznaczania wykonuje się bezpośrednio z roztworu spalanej próbki. W przypadku większych zawartości oznaczania wykonuje się z rozcieńczonych roztworów próbek.

2.2. Aparatura. Fotometr płomieniowy lub spektrometr do absorpcji atomowej wyposażony w palnik do płomienia acetylen - powietrze lub propan/butan - powietrze.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek potasowy cz. d. a., 0,5-procentowy roztwór wodny.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy. Odważkę 2,542 g chlorku sodowego cz. d. a., uprzednio suszonego przez 3 h w temperaturze 105 °C, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać około 100 cm³ wody destylowanej i po rozpuszczeniu soli uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Jeden cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 µg Na.

c) Roztwory wzorcowe rozcieńczone. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć za pomocą biurety kolejno 0, 1, 2, 3, 4 i 5 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Tak przygotowane roztwory zawierają 0, 10, 20, 30, 40 i 50 µg Na/cm³.

d) Kwas nadchlorowy cz. d. a. 60-procentowy.

e) Kwas siarkowy cz. d. a. (1,84).

f) Kwas solny cz. d. a. (1,19).

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. Próbki wydzielone do badań laboratoryjnych suszyć wg BN-80/0520-14.

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

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

2.5. Wykonanie oznaczania sodu

2.5.1. Wykonanie oznaczania w roztworze po spalaniu próbki w fazie ciekłej

2.5.1.1. Wzorcowanie. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3c), dodać 2 cm³ 60-procentowego kwasu nadchlorowego oraz 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Od-

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Produkcji Leśnej LAS dnia 19 października 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23 /1981 poz.90)

mierzyć do probówek po 5 cm³ tak przygotowanych roztworów wzorcowych, dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i wymieszać. Kolejne wzorce odpowiadają zawartościom 0, 50, 100, 150, 200 i 250 mg Na/kg próbki w przypadku oznaczania bezpośrednio w roztworze spalonej próbki (wg 2.5.1.2a) oraz 0, 500, 1000, 1500, 2000 i 2500 mg Na/kg próbki w przypadku oznaczania w rozcieńczonym roztworze próbki (wg 2.5.1.2b). Emisję sodu mierzyć w paśmie 589 nm ustawiając fotometr płomieniowy zgodnie z instrukcją obsługi. Absorpcję sodu mierzyć wykorzystując linię analityczną 589,2 nm stosując warunki pracy spektrometru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. W obydwóch przypadkach jako odniesienie używać wzorzec zerowy. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość sodu, wyrażoną w mg Na/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów uzyskane za pomocą emisyjnej lub absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

2.5.1.2. Pomiar zawartości w próbkach

a) Oznaczanie bezpośrednio w roztworze spalonej próbki (w przypadku zawartości w granicach 0 ÷ 250 mg Na/kg). Odmierzyć do probówek po 5 cm³ roztworów próbek spalonych w fazie ciekłej (wg 2.4.4), dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i postępować jak w 2.5.1.1. Zawartość sodu wyrażoną w mg Na/kg próbki, odczytać z krzywej wzorcowania.

b) Oznaczanie w rozcieńczonym roztworze próbki (w przypadku zawartości większej od 250 mg Na/kg). Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów próbek spalonych w fazie ciekłej (wg 2.4.4), uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Odmierzyć do probówek po 5 cm³ tak przygotowanych roztworów próbek, dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i postępować jak w 2.5.1.1. Zawartość sodu, wyrażoną w mg Na/kg próbki, odczytać z krzywej wzorcowania.

2.5.2. Wykonanie oznaczania w roztworach po spaleniu próbek w fazie stałej

2.5.2.1. Wzorcowanie. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3c), dodać 2 cm³ stężonego kwasu solnego (1,19) i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Odmierzyć do probówek po 5 cm³ tak przygotowanych roztworów wzorcowych, dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i wymieszać. Kolejne wzorce odpowiadają zawartościom 0, 50, 100, 150, 200 i 250 mg Na/kg próbki w przypadku oznaczania w roztworach próbek przygotowanych wg 2.5.2.2b) oraz 0, 500, 1000, 1500, 2000 i 2500 mg Na/kg próbki w przypadku oznaczania w roztworach próbek przygotowanych wg 2.5.2.2c).

Roztwory rozpylać w płomieniu acetylen-powietrze lub propan/butan-powietrze. Emisję sodu mierzyć w paśmie 589 nm ustawiając fotometr płomieniowy zgodnie z instrukcją obsługi. Absorpcję sodu mierzyć wykorzystując linię analityczną 589,2 nm stosując warunki pracy spektrometru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. W obydwu przypadkach jako odniesienie używać wzorzec zerowy. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość sodu, wyrażoną w mg Na/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów uzyskane za pomocą emisyjnej lub absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

2.5.2.2. Pomiar zawartości w próbkach

a) Rozcieńczanie spalonych próbek. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 20 cm³ kolejnych roztworów próbek spalonych w fazie stałej (wg 2.4.4), uzupełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać.

b) Oznaczanie w przypadku zawartości w granicach 0 ÷ 250 mg Na/kg. Odmierzyć do probówek po 5 cm³ przygotowanych jak w a) roztworów próbek, dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i postępować jak w 2.5.2.1. Zawartość sodu, wyrażoną w mg Na/kg próbki, odczytać z krzywej wzorcowania.

c) Oznaczanie w przypadku zawartości większej niż 250 mg Na/kg. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów próbek przygotowanych jak w a) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Odmierzyć do probówek po 5 cm³ tak przygotowanych roztworów próbek, dodać 1 cm³ 0,5-procentowego roztworu chlorku potasowego i postępować jak w 2.5.2.1. Zawartość sodu, wyrażoną w mg Na/kg próbki, odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.5.1.2 lub 2.5.2.2. Zawartość sodu w ślepej próbce wyrazić w mg Na/kg próbki.

2.6. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu obliczyć w mg/kg suchej masy próbki według wzoru

$$x_{sm} = \frac{(x_p - x_{sp}) \cdot 100}{100 - w} \text{ mg Na/kg s.m.}$$

w którym:

- x_p - zawartość mg Na/kg w próbce uzyskana z pomiaru,
- x_{sp} - zawartość mg Na/kg w ślepej próbce,
- w - procentowa zawartość wody w próbce oznaczona jak w 2.4.3.

2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości sodu (Na/ w mg) kg suchej masy 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.

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

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

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