

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Torf i wyroby z torfu	0520-13
	Oznaczanie azotu ogólnego	Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości azotu ogólnego w torfie i wyrobach z torfu zmodyfikowaną metodą Kjeldahla.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Metoda oznaczania ma zastosowanie do torfu i wyrobów z torfu przeznaczonych dla celów rolniczych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Ogólną zawartość azotu w torfie i wyrobach z torfu oznacza się jedną z modyfikacji metody Kjeldahla. Zasada oznaczania polega na utlenianiu substancji organicznej próbki stężonym kwasem siarkowym na gorąco, w wyniku czego azot przechodzi w postać amonową, oznaczaną następnie przez destylację amoniaku, po zalkalizowaniu roztworu zmineralizowanej próbki.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Młynek uderowy.
- Sito o średnicy oczek 0,5 mm.
- Waga analityczna o dokładności 0,001 g.
- Suszarka z regulacją temperatury, z dokładnością $\pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Elektrycznie lub gazowo ogrzewany zestaw do spalania w fazie ciekłej.
- Zestaw destylacyjny z kolbami destylacyjnymi pojemności 500 cm³ lub aparat destylacyjny wg Parnasa.
- Kolby Kjeldahla pojemności 250 cm³.
- Kolby stożkowe pojemności 200 cm³ w przypadku zestawu destylacyjnego lub 100 cm³ w przypadku aparatu wg Parnasa.
- Kolby pomiarowe pojemności 100 cm³.
- Biureta pojemności 25 cm³ o dokładności 0,1 cm³ w przypadku zestawu destylacyjnego lub 10 cm³ o dokładności 0,05 cm³ w przypadku aparatu wg Parnasa.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas borowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1N oraz roztwór 0,05N.
- Mieszanina kwasu salicylowego i siarkowego: rozpuścić 50 g kwasu salicylowego cz. w 2 dm³ kwasu siarkowego cz. (1,84).

d) Mieszanina selenowa — odczynnik handlowy lub przygotować we własnym zakresie: 400 g siarczanu potasowego cz.d.a. i 100 g pięciowodnego siarczanu miedziowego cz.d.a. rozetrzeć oddzielnie w moździerzu i dokładnie zmieszać z 10 g selenu utartego na pył.

e) Pumeks cz.

f) Tiosiarczan sodowy cz.: rozetrzeć na drobny proszek.

g) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 40-procentowy.

h) Wskaźnik mieszany wg Bremnera: 0,099 g zieleni bromokrezolowej i 0,066 g czerwieni metylowej rozetrzeć na pył i rozpuścić w 100 cm³ etanolu.

i) Wskaźnik mieszany wg Tashiro; zmieszać 100 cm³ 0,03-procentowego etanolowego roztworu czerwieni metylowej i 15 cm³ 0,1-procentowego etanolowego roztworu błękitu metylenowego.

2.4. Przygotowanie próbek

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 rozkłada się cienką warstwą na plastikowej tacy lub arkuszy 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 rozdrobnić w młynku uderowym, 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.

2.5. Wykonanie oznaczenia

2.5.1. Sposób mineralizacji

2.5.1.1. Mineralizacja próbki. Do suchych kolb Kjeldahla pojemności 250 cm³ odważyć 1 g wysuszonej próbki i dodać 20 cm³ mieszaniny kwasu salicylowego i siarkowego. Po dokładnym wymieszaniu odstawić do następnego dnia. Dodać 2,5 g tiosiarczanu sodowego przez suchy długi lejek i ogrzewać ostrożnie aż przestanie pęcić się. Po ostudzeniu kolb dodać 5 cm³ wody destylowanej i 7 g mieszaniny selenowej. Spalanie prowadzić ostrożnie przez pierwsze 15 min, a następnie intensywnie aż do odbarwienia, co powinno nastąpić

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej — Las
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Produkcji Leśnej — Las dnia 29 września 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1980 poz. 94)

w ciągu dalszych 25 min. Spalanie należy kontynuować przez 1 h przy zmniejszonym ogrzewaniu tak jednak, aby roztwór słabo wrzał w tym czasie. W przypadku spalania w zestawie gazowym należy zwrócić uwagę na jednakową intensywność płomieni oraz aby płomień obejmował wyłącznie część kolby z roztworem. Kolby w pierwszym okresie spalania należy co kilka minut obracać o 90° i do chwili odbarwienia mieszać co 10 min. Nachylenie kolb w stosunku do poziomu nie powinno przekraczać 45°.

2.5.1.2. Przygotowanie ślepej próby. Do suchej kolby Kjeldahla pojemności 250 cm³ odważyć 0,2 g cukru gronowego i postępować dalej zgodnie z 2.5.1.1.

2.5.2. Destylacja amoniaku. W zależności od wyposażenia laboratorium dopuszcza się dwa alternatywne sposoby destylacji: a) destylację z całości zmineralizowanych próbek lub b) destylację z części zmineralizowanych próbek.

a) **Destylacja z całości zmineralizowanych próbek.** Zawartość kolb Kjeldahla, po ostudzeniu, przenieść ilościowo do kolb destylacyjnych pojemności 500 cm³. Dodać powoli 100 cm³ wody destylowanej, kilka odłamków pumeksu oraz 60 cm³ 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego wlewając go po ścianie kolby, aby nie mieszał się z roztworem próbki. Kolbę natychmiast zamknąć nasadką destylacyjną z deflegmatorem, zamieszać i destylować amoniak do odbieralnika — kolby stożkowej pojemności 200 cm³ zawierającej 40 cm³ 3-procentowego roztworu kwasu borowego. Destylację należy prowadzić do objętości około 100 cm³ w odbieralniku przez 30 min. Zawartość odbieralnika miareczkować 0,1 N roztworem kwasu siarkowego wobec wskaźnika mieszanego wg Bremnera do zmiany barwy z zielonej na jasnofioletową.

b) **Destylacja z części roztworu zmineralizowanej próbki.** Zawartość kolb Kjeldahla, po ich ostudzeniu, przenieść ilościowo do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Wymieszany dobrze roztwór pozostawić do całkowitego opadnięcia osadu. Pobrać pipetą 25 cm³ klarownego roztworu i przenieść do kolby destylacyjnej aparatu wg Parnasa. Dodać 15 cm³ 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego oraz 10 cm³ wody destylowanej i destylować w ciągu 4 min do łącznej objętości około 50 cm³, zaznaczonej na odbieralniku, którym jest kolba stożkowa pojemności 100 cm³ zawierająca 10 cm³ 3-procentowego roztworu kwasu borowego z 5

kroplami wskaźnika wg Tashiro. Miareczkować 0,05 N roztworem kwasu siarkowego do zmiany barwy z zielonej na różowo-fioletową.

2.5.3. Obliczanie wyników oznaczania

2.5.3.1. W przypadku oznaczania z całości zmineralizowanej próbki. Zawartość azotu ogólnego (X) obliczyć w procentach suchej masy wg wzoru

$$X = \frac{(V_x - V_o) \cdot 0,014 \cdot N \cdot 100 \cdot 100}{G \cdot (100 - w)} = \frac{(V_x - V_o) \cdot 14}{G \cdot (100 - w)} \quad (1)$$

w którym:

V_x — objętość 0,1N roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

V_o — objętość 0,1N roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania próby ślepej, cm³,

0,014 — ilość azotu odpowiadająca 1 cm³ 1N roztworu kwasu siarkowego, g,

N — normalność użytego roztworu kwasu siarkowego,

G — odważka badanej próbki, g,

w — procentowa zawartość wody w próbce.

2.5.3.2. W przypadku oznaczania z części zmineralizowanej próbki. Zawartość azotu ogólnego (X) obliczyć w procentach suchej masy wg wzoru

$$X = \frac{(V_x - V_o) \cdot 0,014 \cdot N \cdot 100 \cdot 4 \cdot 100}{G \cdot (100 - w)} = \frac{(V_x - V_o) \cdot 28}{G \cdot (100 - w)} \quad (2)$$

w którym:

V_x — objętość 0,05N roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

V_o — objętość 0,05N roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania próby ślepej, cm³,

Pozostałe oznaczenia jak w 2.5.3.1.

2.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych powtórzeń nie różniących się między sobą więcej niż o

0,05%N dla wyniku do 2%N w suchej masie próbki,

0,10%N dla wyniku powyżej 2%N w suchej masie próbki.

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

3. Autorzy projektu normy — dr Henryk Frąckowiak, doc. dr hab. Andrzej Sapek, Instytut Melioracji i Użytków Zielonych w Fałentach.