

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie całkowitej zawartości fosforu	0520-15
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są dwie metody kolorymetrycznego oznaczania całkowitej zawartości fosforu w próbkach torfu i wyrobów z torfu.

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

2. OZNACZANIE FOSFORU

2.1. Zasada oznaczania. Fosfor oznacza się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub w fazie stałej. Niezależnie od metody spalania można stosować dwie metody kolorymetrycznego oznaczania całkowitej zawartości fosforu. Pierwsza metoda błękitu molibdenowego polega na wywoływaniu w roztworze niebieskiego zabarwienia błękitu fosforowo-molibdenowego. Reakcja ta zachodzi w roztworze zawierającym fosfor, po dodaniu roztworu redukującego i roztworu molibdenianu amonowego. Druga metoda wanadowo-molibdenowa polega na wywoływaniu w roztworze żółtego zabarwienia heteropolarnego kompleksu fosforowo-molibdenowo-wanadowego.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Spektrometr lub kolorymetr umożliwiający pomiar przepuszczalności lub absorbancji w zakresie 420 i 700 nm.

b) Kolby pomiarowe pojemności 50 cm³.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., stężony (c.w. 1,19).

b) Kwas solny cz.d.a., 4N roztwór.

c) Kwas solny cz.d.a., 0,5N roztwór.

d) Roztwór redukujący. Odważkę 274 g pirosiarczynu sodowego i 10 g bezwodnego siarczynu sodowego rozpuścić w około 900 cm³ wody destylowanej o temperaturze 50°C, po ostygnięciu dodać 2 g siarczynu *p*-metylo-aminofenolu (metolu), mieszać do rozpuszczenia i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³. Roztwór przechowywać w butli z ciemnego szkła. Trwałość roztworu około pół roku.

e) Roztwór molibdenianu amonowego. Odważkę 50 g molibdenianu amonowego — (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O cz.d.a. rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić do miarki wodą destylowaną. Roztwór przechowywać w butli z ciemnego szkła. Trwałość roztworu około pół roku.

f) Odczynnik wanadowo-molibdenowy. Roztwór A otrzymuje się przez rozpuszczenie 25,0 g molibdenianu amonowego — (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O cz.d.a. w 400 cm³ wody destylowanej. Roztwór B otrzymuje się przez rozpuszczenie 1,25 g metawanadanu amonowego — NH₄VO₃ cz.d.a. w 300 cm³ wrzącej wody destylowanej, po ostudzeniu dodać 250 cm³ stężonego kwasu azotowego i ponownie ostudzić. Ostatecznie roztwór A wlać do roztworu B i po wymieszaniu uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³. Odczynnik przechowywany w butelce z ciemnego szkła jest trwały przez okres jednego roku.

g) Roztwór wzorcowy podstawowy. Odważkę 1,917 g KH₂PO₄ cz.d.a., wysuszonego uprzednio w eksykatorze nad stężonym kwasem siarkowym, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać około 200 cm³ wody destylowanej i 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego cz.d.a. i po rozpuszczeniu uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³. Jeden cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 µg P₂O₅.

h) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w próbkach spalonych w fazie stałej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego podstawowego: 0, 1, 2, 4, 6, 8 i 10 cm³, dodać 8 cm³ stężonego kwasu solnego cz.d.a. i zawartość kolby uzupełnić wodą destylowaną do objętości 100 cm³. Tak przygotowane roztwory zawierają: 0,10, 20, 40, 60, 80 i 100 µg P₂O₅ w dm³ i odpowiadają zawartości 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 i 1,0% P₂O₅ w próbce.

i) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w próbkach spalonych w fazie ciekłej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego podstawowego: 0, 1, 2, 4, 6, 8 i 10 cm³, dodać 2 cm³ 60-procentowego kwasu nadchlorowego i 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Produkcji Leśnej LAS dnia 27 lutego 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

Zawartość kolb uzupełnić wodą destylowaną do objętości 100 cm³. Tak przygotowane roztwory zawierają: 0, 10, 20, 40, 60, 80 i 100 µg P₂O₅ w dm³.

2.4. Wykonanie oznaczania fosforu

2.4.1. Metoda błękitu molibdenowego

2.4.1.1. Wzorcowanie. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów roboczych przygotowanych wg 2.3 g) w przypadku próbek spalonych w fazie stałej lub po 2 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych roboczych przygotowanych wg 2.3 i) w przypadku próbek spalonych w fazie ciekłej. Niezależnie od sposobu spalania kolejne wzorce odpowiadają 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 i 1,0% P₂O₅ w próbce. Do kolejnych wzorców dodać 5 cm³ 4N roztworu kwasu solnego, wymieszać, dodać 2 cm³ roztworu redukującego, ponownie wymieszać i dodać 2 cm³ roztworu molibdenianu amonowego. Zawartość kolb uzupełnić wodą destylowaną do objętości 50 cm³ i po wymieszaniu pozostawić w ciemnym miejscu na 3 h. Po tym czasie mierzyć intensywność niebieskiego zabarwienia w skali przepuszczalności lub absorbancji przy długości fali 700 nm. Jako odniesienie używać wzorzec zerowy. Pomiar wykonywać w zakresie odpowiadającym skali absorbancji od 0 do 0,5, stosując odpowiednią grubość warstwy. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość fosforu wyrażoną w % P₂O₅. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiaru kolorymetrycznego.

2.4.1.2. Pomiar zawartości w próbkach. Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ odmierzyć 1 cm³ roztworu próbki spalonej w fazie stałej lub 2,5 cm³ w fazie ciekłej według BN-80/0520-14. Dodać 4 cm wody destylowanej i postępować jak w 2.4.1.1. Zawartość fosforu, wyrażoną w procentach masy próbki, odczytać z krzywej wzorcowania.

2.4.1.3. Pomiar zawartości w ślepej próbie. Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ odmierzyć 1 cm³ roztworu ślepej próby spalonej w fazie stałej lub 2,5 cm³ ciekłej według BN-80/0520-14. Dodać 4 cm³ wody destylowanej i postępować jak w 2.4.1.1. Zawartość fosforu w ślepej próbie, wyrażoną w procentach masy torfu lub wyrobu z torfu, odczytać z krzywej wzorcowania.

2.4.2. Metoda wanadowo-molibdenowa

2.4.2.1. Wzorcowanie. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć 10 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych roboczych przygotowanych wg 2.3 g) w przypadku próbek spalanych w fazie stałej wg 2.3 i)

w przypadku próbek spalanych w fazie ciekłej. Niezależnie od sposobu spalania kolejne wzorce odpowiadają 0, 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 i 1,0% P₂O₅ w próbce. Do kolejnych wzorców dodać 5 cm³ odczynnika wanadowo-molibdenowego, wymieszać i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 50 cm³. Powstałe zabarwienie jest trwałe przez 24 h. Pomiar intensywności żółtego zabarwienia wykonać w skali przepuszczalności lub absorbancji przy długości fali 420 nm. Jako odniesienie używać wzorzec zerowy. Pomiar przeprowadzić w zakresie odpowiadającym skali absorbancji od 0 do 0,5, stosując odpowiednią grubość warstwy. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość fosforu wyrażoną w % P₂O₅. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiaru kolorymetrycznego.

2.4.2.2. Pomiar zawartości w próbkach. Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu próbki spalonej w fazie ciekłej lub 2 cm³ roztworu próbki spalonej w fazie stałej wg BN-80/0520-14. Dalsze postępowanie jak w 2.4.2.1. Zawartość fosforu, wyrażoną w procentach masy próbki, odczytać z krzywej wzorcowania.

2.4.2.3. Pomiar zawartości w ślepej próbie. Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu ślepej próby spalonej w fazie ciekłej lub 2 cm³ roztworu ślepej próby spalonej w fazie stałej wg BN-80/0520-14. Dalsze postępowanie jak w 2.4.2.1.

Zawartość fosforu w ślepej próbie, wyrażoną w procentach masy torfu, odczytać z krzywej wzorcowania.

2.5. Obliczanie wyniku. Zawartość P₂O₅ (x_{sm}) w procentach suchej masy próbki obliczyć według wzoru

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

w którym:

x_p — zawartość % P₂O₅ uzyskana z pomiaru,

w — zawartość wody oznaczonej wg BN-72/0520-07 w próbce przygotowanej wg BN-80/0520-14.

2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości fosforu (P₂O₅) w procentach suchej masy należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, pomniejszonych o zawartość w ślepej próbie, 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

BN-72/0520-07 Wyroby torfu do celów rolniczych. Oznaczanie zawartości wody

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

3. Autorzy projektu normy: dr Wanda Rychlicka, doc. dr habil. Andrzej Sapek — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych.

4. Podstawy i zasady pomiaru kolorymetrycznego oraz sposoby wzorcowania podano w podręczniku: Z. Marczenko. Spektrometryczne oznaczanie pierwiastków. PWN, Warszawa 1979.