

TORF I PRZETWORY TORFOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-80
	Torf i wyroby z torfu Spalanie próbki w celu oznaczania składników mineralnych	0520-14
		Grupa katalogowa 0119

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody spalania próbek torfu i wyrobów z torfu w celu oznaczania w nich, z jednego roztworu, całkowitej zawartości sodu, potasu, magnezu, wapnia, żelaza, manganu, cynku, miedzi, molibdenu i fosforu.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Objęte normą metody spalania próbek mają zastosowanie do oznaczania zawartości wymienionych pierwiastków w torfie i wyrobach z torfu w analizach chemiczno-rolniczych.

## 2. SPALANIE PRÓBK

**2.1. Zasada spalania.** Dopuszcza się, w zależności od warunków technicznych pracowni, dwie metody spalania. Spalanie w fazie ciekłej polega na utlenianiu substancji organicznej próbki mieszaniną kwasów utleniających, połączonym z wydzieleniem z roztworu krzemionki. Postępowanie to jest korzystniejsze w przypadku oznaczania pierwiastków metalicznych płomieniowymi metodami atomowej spektrometrii absorpcyjnej lub emisyjnej. Spalanie w fazie stałej polega na spopieleniu próbki w piecu muflowym w temperaturze 450°C, dodatkowym spalaniu za pomocą kwasu azotowego i wydzieleniu krzemionki przez odparowywanie ze stężonym kwasem solnym. Postępowanie to jest nieodzowne w przypadku oznaczania miedzi i molibdenu metodami kolorymetrycznymi.

### 2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- Suszarka z regulacją temperatury z dokładnością  $\pm 2^\circ\text{C}$ .
- Młynek udarowy.
- Sito plastikowe o średnicy oczek 0,5 mm.
- Łażnia piaskowa ogrzewana prądem elektrycznym lub gazem.
- Łażnia wodna.
- Piec muflowy z regulacją temperatury z dokładnością  $\pm 10^\circ\text{C}$ .
- Kolby Kjeldahla pojemności 100 cm<sup>3</sup>.
- Parowniczk
- Kolby pomiarowe pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- Czterochlorek węgla cz.d.a. lub chloroform cz.d.a.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,40).
- Kwas solny cz.d.a. (1,19) oraz roztwór 20-procentowy.
- Mieszanina kwasów do spalania: kwas azotowy cz.d.a. (1,40), kwas nadchlorowy cz.d.a. 60-procentowy i kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), zmieszane w stosunku objętościowym 10:5:1.

### 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 arkuszu czystego papieru i suszy w suszarce w temperaturze  $50 \pm 2^\circ\text{C}$  w ciągu 18 h.

**2.4.3. Sposób mielenia próbek.** Wsuszone próbki rozdrabniać w młynku udarowym, tak aby cała próbka przeszła przez plastikowe 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. Spalanie próbek

#### 2.5.1. Spalanie w fazie ciekłej

**2.5.1.1. Wykonanie spalania próbki.** Do suchych kolb Kjeldahla pojemności 100 cm<sup>3</sup> odważyć 2,000 g wysuszonej próbki, dodać 15 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów do spalania i 2 cm<sup>3</sup> czterochloru węgla lub chloroformu, jako środka przeciw pienieniu. Zawartości nie mieszać i kolby odstawić na kilka godzin, najlepiej do następnego dnia. Wtedy kolby ustawić na łaźni piaskowej i ogrzewać, w pierw łagodnie aż do spalania większości materiału próbki, a następnie w temperaturze 200°C w celu spalania pozostałości i odpędzenia kwasu azotowego i nadmiaru kwasu nadchlorowego, a także w celu wytrącenia krzemionki. Należy unikać odparowania próbki do sucha, gdyż powstają wtedy trudno rozpuszczalne spieki, co może powodować błędy w oznaczaniu, głównie wapnia. Próbka po spaleniu powinna być bezbarwna lub żółta, a wytrącony osad biały. Zazwyczaj po ostudzeniu roztwór próbki jest zabarwiony na żółto, a niekiedy na fioletowo. Żółte zabarwienie wynika z dużej zawartości żelaza, a fioletowe manganu.

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)

Do ostudzonej pozostałości po spaleniu dodać 1 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu kwasu solnego w celu redukcji wyżej wartościowych postaci manganu oraz 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Po wymieszaniu kolby ponownie ustawić na łaźni piaskowej i ogrzewać przez kilka minut nie dopuszczając jednak by ciecz wrzała. Roztwór z kolby sączyć przez średni sączonek ilościowy do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Kolby Kjeldahla i sączonek przemywać kilkakrotnie małymi objętościami wody destylowanej. Roztwór próbki uzupełnić wodą destylowaną do objętości 100 cm<sup>3</sup>.

Tak otrzymany roztwór próbki służy do oznaczania w nim fosforu i pierwiastków metalicznych.

**2.5.1.2. Przygotowanie ślepej próby.** Do suchej pustej kolby Kjeldahla dodać 15 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów do spalania i postępować dalej jak z kolbami zawierającymi badane próbki zgodnie z 2.5.1.1.

### 2.5.2. Spalanie w fazie stałej

**2.5.2.1. Wykonanie spalania próbki.** Do parowniczkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> odważyć 5,00 g wysuszonej próbki. Parowniczkę wstawić do zimnego pieca mufłowego i spalać w temperaturze 450°C w ciągu 8 h. Po ostudzeniu popiół zwilżyć wodą, dodać 3 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu azotowego, odparować do sucha na łaźni piasko-

wej, a następnie parowniczkę wstawić do pieca mufłowego i ogrzewać w temperaturze 450°C przez 2 h. Po ponownym ostudzeniu parowniczkę przykryć szkiełkiem zegarowym i ostrożnie dodać 10 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni piaskowej. Do ostudzonej parowniczkowej dodać, pod szkiełkiem zegarowym, 5 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu solnego i ogrzewać na łaźni wodnej do ustania burzenia. Wtedy, dodać 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i ogrzewać na łaźni wodnej przez dalsze 30 min.

Zawartość parowniczkowej sączyć przez średni sączonek ilościowy do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Parowniczkę i sączonek przemywać kilkakrotnie małymi objętościami wody destylowanej. Kolbę pomiarową uzupełnić wodą destylowaną do objętości 100 cm<sup>3</sup>.

Tak otrzymany roztwór próbki służy do oznaczania w nim fosforu i pierwiastków metalicznych.

**2.5.2.2. Przygotowanie ślepej próby.** Pustą parowniczkę wstawić do zimnego pieca mufłowego i postępować z nią jak z parowniczkami zawierającymi badane próbki zgodnie z 2.5.2.1.

**2.5.3. Liczba powtórzeń.** Spalanie każdej badanej próbki i próby ślepej wykonywać w dwóch powtórzeniach.

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** — doc. dr hab. Andrzej Sapek, dr Barbara Sapek.