

| | | |
|---|--|--------------------------------------|
| TORF I PRZETWORY TORFOWE | NORMA BRANŻOWA | BN-81 <hr/> 0520-18 |
| | Torf i wyroby z torfu Oznaczanie potasu | |
| | Grupa katalogowa 0119 | |

1. WSTĘP

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

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

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Roztwór spalonej próbki rozpyla się w płomieniu fotometru płomieniowego i wykorzystując linię analityczną 767,5 nm mierzy się natężenie promieniowania emitowanego przez wzbudzone w płomieniu jony potasowe. Mierzone natężenie promieniowania jest proporcjonalne do stężenia potasu w rozpylanym roztworze. Do wzorcowania układu pomiarowego służy seria roztworów zawierających znane ilości potasu. W zależności od zawartości potasu w próbce, oznaczania wykonuje się bezpośrednio w roztworze spalonej próbki lub po odpowiednim rozcieńczeniu tego roztworu tak, by stężenie potasu nie przekraczało 25 mg/dm³.

2.2. Aparatura. Fotometr płomieniowy lub spektrometr do absorpcji atomowej z układem do pomiaru emisji, wyposażone w palnik do płomienia acetylen - powietrze lub propan/butan - powietrze.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy. Odważkę 1,907 g chlorku potasowego cz. d. a., uprzednio suszonego przez 3 h w temperaturze 105 °C, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać około 200 cm³ wody destylowanej i po rozpuszczeniu soli uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Jeden cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 µg K.

b) Roztwory wzorcowe rozcieńczone. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0, 5, 10, 15, 20

i 25 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Tak przygotowane roztwory zawierają 0, 50, 100, 150, 200 i 250 µg K/cm³.

c) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w roztworze po spaleniu próbki w fazie ciekłej w przypadku zawartości w granicach 0 ÷ 0,125 % K w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3b), dodać 2 cm³ 60-procentowego roztworu kwasu nadchlorowego oraz 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Kolejne wzorce zawierają 0, 5, 10, 15, 20 i 25 µg K/cm³ i odpowiadają 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 i 0,125 % K w próbce.

d) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w roztworze po spaleniu próbki w fazie ciekłej w przypadku zawartości większej niż 0,125 % K w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3b), dodać 2 cm³ 6-procentowego roztworu kwasu nadchlorowego oraz 1 cm³ kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą destylowaną w stosunku 1 ÷ 9 następnie uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Kolejne wzorce zawierają 0, 5, 10, 15, 20 i 25 µg K/cm³ i odpowiadają 0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 i 1,25 % K w próbce.

e) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w roztworze po spaleniu próbki w fazie stałej w przypadku zawartości w granicach 0 ÷ 0,125 % K w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3b), dodać 2 cm³ stężonego kwasu solnego (1,19) i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Kolejne wzorce zawierają 0, 5, 10, 15, 20 i 25 µg K/cm³ i odpowiadają 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 i 0,125 % K w próbce.

f) Roztwory wzorcowe robocze do oznaczania w roztworze po spaleniu próbki w fazie stałej w przypadku zawartości większej niż 0,125 % K w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć po 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych rozcieńczonych (wg 2.3b), dodać 2 cm³

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)

4-procentowego roztworu kwasu solnego i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Kolejne wzorce zawierają 0, 5, 10, 15, 20 i 25 $\mu\text{g K/cm}^3$ i odpowiadają 0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 i 1,25 % K w 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. 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.

2.4.5. Przygotowanie roztworu próbek do oznaczania

2.4.5.1. Roztwory próbek po spalaniu w fazie ciekłej

a) W przypadku zawartości mniejszych niż 0,125 % K w próbce, oznaczania wykonuje się bezpośrednio w roztworze otrzymanym po spalaniu próbki wg 2.4.4.

b) W przypadku zawartości większych niż 0,125 % K w próbce, do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 odmierzyć 5 cm^3 roztworu próbki po spalaniu wg 2.4.4 i uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

2.4.5.2. Roztwory próbek po spalaniu w fazie stałej

a) W przypadku zawartości mniejszych niż 0,125 % K w próbce, do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 odmierzyć 20 cm^3 roztworu próbki po spalaniu wg 2.4.4 i uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

b) W przypadku zawartości większych niż 0,125 % K w próbce, do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 odmierzyć 5 cm^3 roztworu próbki przygotowanej jak w 2.4.5.2a) i uzupełnić do kreski wodą destylowaną.

2.5. Wykonanie oznaczania potasu

2.5.1. Pomiar zawartości w próbkach. Roztwory próbek przygotowane wg 2.4.5.1 lub 2.4.5.2 rozpylać w płomieniu fotometru lub spektrometru przygotowanego do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Emisję potasu mierzy się wykorzystując linię analityczną potasu 767,5 nm. Jako odniesienie stosuje się odpowiedni wzorec zerowy. Zawartość potasu wyrażoną w % K w próbce odczytuje się z krzywej wzorcowej.

2.5.2. Wzorcowanie pomiaru. Do wzorcowania służą odpowiednie serie roztworów wzorcowych roboczych przygotowanych wg 2.3c) i f). Roztwory wzorcowe rozpyla się w płomieniu fotometru lub spektrometru zachowując takie same warunki pomiarowe, jak w 2.5.1. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrycznym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość potasu, wyrażoną w % K w próbce, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów.

2.5.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.4.5 i 2.5.1. Zawartość potasu w ślepej próbce wyrazić w % K w próbce.

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

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

w którym:

- x_p - zawartość mg K/kg w próbce uzyskana z pomiaru
- x_{sp} - zawartość mg K/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 potasu (K) w mg/kg suchej masy należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, różniących się między sobą nie więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

KONIEC

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.