

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-82
	Torf i wyroby z torfu Oznaczenie miedzi	0520-20
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie całkowitej zawartości miedzi w torfie lub wyrobach z torfu.

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

1.3. Rodzaje metod oznaczania. W zależności od potrzeb i wyposażenia laboratorium dopuszcza się dwie metody oznaczania:

- kolorymetryczną z zastosowaniem dwukupralu;
- absorpcyjnej spektrometrii atomowej:
 - bezpośrednio w roztworze próbki w przypadku większej zawartości miedzi niż 10 mg/kg próbki,
 - po zagęszczeniu do fazy organicznej w przypadku mniejszej zawartości miedzi niż 10 mg/kg próbki.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie wykonuje się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub stałej. W przypadku metody kolorymetrycznej stosuje się dwukupral, który w roztworze etanolem, w słabo kwaśnym środowisku, reaguje z dwuwartościową miedzią tworząc żółto zabarwiony związek. Intensywność zabarwienia roztworu proporcjonalną do zawartości w nim miedzi mierzy się przy długości fali 430 nm. Oznaczanie metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej przeprowadza się bezpośrednio w roztworze próbki lub w przypadku mniejszej zawartości miedzi niż 10 mg/kg próbki po zagęszczeniu jej kompleksu z 1-pirolidyno-karbondwutonianem amonowym do fazy organicznej ketonu metyloizobutyloвого.

2.2. Aparatura

- Spektrokolorometr.
- Spektrometr do absorpcji atomowej.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Dwukupral $C_{10}H_{20}N_2S_4$ — 0,02M roztwór etanolem. Odważkę 0,593 g dwukupralu rozpuścić w etanolu i uzupełnić etanolem do objętości 100 cm³. Odczynnik przygotowywać w dniu wykonywania analizy.
- Etanol, roztwór 96 %.
- Keton metyloizobutyloвого cz.d.a. nasycony wodą

Około 1 dm³ ketonu wytrząsać z 20 cm³ wody. Wodę oddzielić na sączku fazowym (np.: Whatman PS-1) lub po rozdzieleniu faz wodę usunąć za pomocą rozdzielacza.

d) Keton metyloizobutyloвого (MIBK) cz.d.a.

e) Kwas nadchlorowy 60 % cz.d.a.

f) Kwas solny 20 % cz.d.a. lub, jeżeli roztwór to: kwas solny (1,19) cz.d.a. roztwór 20-procentowy.

g) 1-pirolidyno-karbondwutonian amonowy (APDC) cz.d.a. — 1 % roztwór wodny. Odczynnik przygotowywać w dniu wykonywania analizy. Przed użyciem roztwór należy przesączyć.

h) Roztwór wzorcowy podstawowy. Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego zawierającego 1 µg Cu/cm³ lub roztworu wzorcowego o tym stężeniu miedzi przygotowanego we własnym zakresie.

Przygotowanie podstawowego roztworu wzorcowego we własnym zakresie: odważkę 3,93 g siarczanu miedziowego pięciowodnego cz.d.a. umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i rozpuścić w 700 cm³ wody destylowanej, dodać 2 cm³ kwasu nadchlorowego 60 % i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

i) Roztwór wzorcowy rozcieńczony. Objętość 20 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać 2 dm³ kwasu nadchlorowego 60 % i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Jeden cm³ powyższego roztworu zawiera 20 µg Cu. Czas przechowywania roztworu — nie dłuższy niż 1 miesiąc.

j) Roztwór wzorcowy do oznaczania kolorymetrycznego. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 10 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwór ten zawiera 2 µg Cu/cm³. Wzorzec ten przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

k) Roztwór wzorcowy do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 25 cm³ roztworu wzorcowego rozcieńczonego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwór ten zawiera 5 µg Cu/cm³. Wzorzec ten przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

2.4. Przygotowanie próbek do analizy

2.4.1. Pobieranie i przygotowanie próbek. Liczba próbek pierwotnych i sposób ich pobierania, przygotowa-

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Pełnomocnika Ministra Leśnictwa i Przemysłu Drzewnego d/s Produkcji Leśnej LAS dnia 28 kwietnia 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1982 poz. 23)

nie 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. Metoda kolorymetryczna

2.5.1. Wzorcowanie pomiaru. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno 0; 2,5; 5; 10; 15 i 20 cm³ roztworu wzorcowego do oznaczania kolorymetrycznego (wg 2.3j). Wzorce te odpowiadają 0; 10; 20; 40; 60 i 80 mg Cu/kg próbki. Zawartość kolby uzupełnić do objętości 20 cm³ wodą destylowaną. Następnie dodać 20 cm³ etanolu i 2,5 cm³ roztworu dwukupralu. Po wymieszaniu uzupełnić wodą destylowaną do kreski i ponownie wymieszać. W przypadku trwałego zmętnienia próbek należy roztwory przed pomiarem przesączyć przez twardy sączek do suchych naczyń. Po upływie 45 min zmierzyć absorbancję lub przepuszczalność za pomocą spektrokolorymetru, stosując długość fali 430 nm. Jako odniesienie stosować wodę destylowaną. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość miedzi, wyrażoną w mg Cu/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów.

2.5.2. Pomiar zawartości w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć roztwory próbek przygotowanych wg 2.4.4; w przypadku spalania w fazie ciekłej 25 cm³ lub w przypadku spalania w fazie stałej 10 cm³. W tym drugim przypadku uzupełnić wodą destylowaną do objętości 25 cm³. W obydwu przypadkach postępować następnie kolejno jak w 2.5.1. Zawartość miedzi wyrażoną w mg Cu/kg próbki odczytywać z krzywej wzorcowania.

2.5.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować odpowiednio jak w 2.5.2. Zawartość miedzi w ślepej próbce wyrazić w mg Cu/kg próbki.

2.6. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej zastosowana do oznaczania bezpośrednio w roztworze próbki

2.6.1. Oznaczanie w próbkach spalonych w fazie ciekłej

2.6.1.1. Wzorcowanie pomiaru. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0; 5; 10; 20 i 40 cm³ roztworu wzorcowego do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (przygotowanego wg 2.3k), dodać 2 cm³ kwasu nadchlorowego 60 % i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Wzorce te odpowiadają 0; 12,5; 25; 50 i 100 mg Cu/kg próbki. Kolejne roztwory wzorcowe rozpylać w płomieniu acetylen-powietrze spektrometru do absorpcji atomowej, przygotowanego do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Pomiar absorbancji lub przepuszczalności mierzyć przy linii analitycznej 324,7 nm. Jako

odniesienie stosować wodę destylowaną. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość miedzi, wyrażoną w mg Cu/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów. W przypadku spektrometru wyposażonego w zestaw do bezpośredniego odczytu stężenia lub zawartości, ustawianego ręcznie lub automatycznie, dopuszcza się stosowanie takiego urządzenia zgodnie z instrukcją obsługi.

2.6.1.2. Pomiar zawartości w próbce. Roztwory próbek przygotowane wg 2.4.4, rozpylać w płomieniu spektrometru zachowując takie same warunki pomiarowe jak w 2.6.1.1. Zawartość miedzi wyrażoną w mg Cu/kg próbki odczytuje się z krzywej wzorcowania lub czytnika spektrometru, jeżeli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.6.1.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.6.1.2. Zawartość miedzi w ślepej próbce wyrazić w mg Cu/kg próbki.

2.6.2. Oznaczanie w próbkach spalonych w fazie stałej

2.6.2.1. Wzorcowanie pomiaru. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0; 2; 4; 8 i 16 cm³ roztworu wzorcowego do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (przygotowanego wg 2.3.k), dodać 5 cm³ kwasu solnego 20 % i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Wzorce te odpowiadają 0; 12,5; 25; 50 i 100 mg Cu/kg próbki. Następnie z wzorcami postępować jak w 2.6.1.1.

2.6.2.2. Pomiar zawartości w próbce. Roztwory próbek przygotowane wg 2.4.4, rozpylać w płomieniu spektrometru zachowując takie same warunki pomiarowe jak w 2.6.2.1. Zawartość miedzi wyrażoną w mg Cu/kg próbki odczytuje się z krzywej wzorcowania lub czytnika spektrometru, jeżeli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.6.2.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.6.2.2. Zawartość miedzi w ślepej próbce wyrazić w mg Cu/kg próbki.

2.7. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej zastosowana do oznaczania miedzi po jej zagęszczeniu do fazy organicznej

2.7.1. Przygotowanie roztworów wzorcowych roboczych. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0; 1; 2; 4 i 8 cm³ roztworu wzorcowego do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej, dodać 2 cm³ kwasu nadchlorowego 60 % w przypadku oznaczania w próbkach spalonych w fazie ciekłej lub 5 cm³ kwasu solnego 20 % w przypadku oznaczania w próbkach spalonych w fazie stałej. Kolby uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Wzorce te odpowiadają 0; 2,5; 5; 10 i 20 mg Cu/kg próbki.

2.7.2. Zagęszczanie do fazy organicznej. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć 5 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych przygotowanych wg 2.7.1 i 5 cm³ roztworów próbek spalonych w fazie ciekłej lub 2 cm³ roztworów próbek spalonych w fazie stałej. Zawartość kolb uzupełnić wodą destylowaną do objętości 25 cm³. Następnie dodać 2 cm³ roztworu 1-pirolidyno-karbondwutonianu amonowego i odmierzyć pi-

petą automatyczną lub biuretą 5 cm³ ketonu metyloizobutyloвого. Całość wytrząsać ręcznie lub mechanicznie przez 1 min. Objętość uzupełnić wodą destylowaną, tak aby faza organiczna nie dotykała szlifu kolby.

2.7.3. Wykonanie pomiaru spektrofotometrycznego. Spektrometr do absorpcji atomowej uruchamia się zgodnie z instrukcją obsługi. Stosuje się linię analityczną miedzi — 324,7 nm i płomień acetylen-powietrze. Przed pomiarami i między pomiarami należy rozpylać keton metyloizobutyloвого wysycony wodą. Szybkość przepływu acetyleny odpowiednio zmniejszyć, aby płomień nie był świecący w czasie rozpylania ketonu. Roztwory kolejnych wzorców i próbek wprowadza się do płomienia spektrometru przez zanurzenie kapilary bezpośrednio w fazie organicznej w kolbie.

2.7.4. Obliczanie wyników oznaczania. Uzyskane wyniki pomiarów wzorców wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrowym, krzywej wzorcowania. Na osi odciętych odłożyć zawartość miedzi, wyrażoną w mg Cu/kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom. Na osi rzędnych odłożyć wyniki pomiarów wykonanych w skali absorbancji lub przepuszczalności. W przypadku spektrometru wyposażonego w zestaw do bezpośredniego odczytu stężenia lub zawartości, ustawianego ręcznie lub automatycznie, dopuszcza się stosowanie takiego urządzenia zgodnie z instrukcją obsługi.

gi. Zawartość miedzi, wyrażoną w mg Cu/kg próbki, odczytuje się z krzywej wzorcowania lub czytnika spektrometru, jeżeli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.7.5. Pomiar zawartości w ślepej próbie. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.7.2, 2.7.3 i 2.7.4. Zawartość miedzi w ślepej próbie wyrazić w mg Cu/kg próbki.

2.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość miedzi (x_{sm}) obliczyć w mg Cu/kg suchej masy próbki wg wzoru

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

w którym:

x_p — zawartość w mg Cu/kg próbki uzyskana z pomiaru,

x_{sp} — zawartość w mg Cu/kg próbki w ślepej próbie,

w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona wg 2.4.3.

2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości miedzi w mg Cu/kg suchej masy próbki 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

PN-69/G-98002 Ściółka torfowa

PN-78/G-98016 Torf ogrodniczy

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

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

BN-79/0522-02 Podłoża torfowe (substraty torfowe)

BN-79/0522-03 Mieszanki nawozowe torfowo-mineralne

3. Autorzy normy — dr Barbara Sapek, doc. dr hab. Andrzej Sapek, Instytut Melioracji i Użytków Zielonych, Falenty.