

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-83
	Torf i wyroby z torfu	0520-21
	Oznaczanie azotu amonowego	Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości azotu amonowego w torfie i wyrobach z torfu.

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

1.3. Rodzaje metod oznaczania. W zależności od wyposażenia laboratorium dopuszcza się dwie metody oznaczania amoniaku w wyciągu:

- a) potencjometryczną, za pomocą elektrody czułej na gazowy amoniak,
- b) destylacji amoniaku.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Zawartość azotu amonowego ($N-NH_4$) oznacza się w torfie i wyrobach z torfu w wyciągu otrzymanym przy użyciu 1-procentowego wodnego roztworu siarczanu potasowego. Pomiar stężenia wydzielonego amoniaku po alkalizacji badanych wyciągów wykonuje się potencjometrycznie, stosując do wzorcowania roztwory zawierające znane ilości amonu lub też bezpośrednio oznaczając oddestylowany amoniak, miareczkując destylat mianowanym roztworem kwasu siarkowego.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Suszarka z regulacją temperatury z dokładnością ± 2 °C.
- b) Młynek udarowy.
- c) Sito o średnicy oczek 0,5 mm.
- d) Mieszadło mechaniczne obrotowe o prędkości 40 obr/min.
- e) Miernik potencjału umożliwiający pomiar z dokładnością do 1 mV; dopuszcza się stosowanie jonmierza ze skalą bezpośredniego odczytu stężenia, jak np. firmy Orion model 407A.
- f) Elektroda czuła na amoniak gazowy z wbudowanym elementem odniesienia, umożliwiającym pomiar bez użycia dodatkowej elektrody porównawczej.

g) Mieszadło elektromagnetyczne.

h) Magnesy w osłonie szklanej lub plastikowej zapewniające łagodne i równomierne mieszanie roztworu.

i) Zestaw destylacyjny z kolbami destylacyjnymi pojemności 250 cm³ lub aparat destylacyjny Parnasa.

j) Butelki plastikowe z szeroką szyjką pojemności 500 cm³.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór ekstrakcyjny podstawowy, 10-procentowy wodny roztwór siarczanu potasowego cz.d.a.

b) Roztwór ekstrakcyjny roboczy, 1-procentowy wodny roztwór siarczanu potasowego cz.d.a.; roztwór ekstrakcyjny podstawowy rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku 1 + 9.

c) Woda świeżo destylowana, wolna od amoniaku.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10M.

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

f) Kwas borowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

g) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,05N.

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

i) Roztwór wzorcowy podstawowy. Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego zawierającego 1 mg $N-NH_4/cm^3$ lub roztworu wzorcowego o tym stężeniu $N-NH_4$ przygotowanego we własnym zakresie. Przygotowanie podstawowego roztworu wzorcowego we własnym zakresie: odważyć 3,821 g chlorku amonowego cz.d.a. rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³; czas przechowywania roztworu nie dłuższy niż pół roku.

j) Roztwór wzorcowy rozcieńczony. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 100 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego (poz. i), dodać 100 cm³ roztworu ekstrakcyjnego podstawowego (poz. a) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski; czas przechowywania roztworu nie dłuższy niż 1 miesiąc.

Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Produkcji Leśnej LAS dnia 20 stycznia 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1983 poz. 6)

k) Roztwory wzorcowe robocze. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego rozcieńczonego (poz. j): 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10 i 20 cm³ i uzupełnić do kreski roztworem ekstrakcyjnym roboczym oraz do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego podstawowego (poz. i): 5; 10 i 20 cm³ i po dodaniu 10 cm³ roztworu ekstrakcyjnego podstawowego uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Tak przygotowane roztwory mają stężenia: 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; 50; 100 i 200 µg N-NH₄ w 1 cm³ i odpowiadają następującym zawartościom: 4; 10; 20; 40; 100; 200; 400; 1000; 2000 i 4000 mg N-NH₄ w 1 kg wysuszonej próbki torfu lub wyrobu z torfu.

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. Część próbki wydzielonej do badań laboratoryjnych rozłożyć cienką warstwą na plastikowej tacy lub arkuszu czystego papieru i suszyć w suszarce w temperaturze 50 ± 2 °C w ciągu 18 h.

2.4.3. Sposób mielenia próbek. Wysuszone próbki rozdrabniać w młynku udarowym, 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.

2.4.5. Przygotowanie wyciągu z próbek. Odważkę 10,00 g wysuszonej próbki przenieść ilościowo do plastikowej butelki pojemności 500 cm³, dodać 200 cm³ roboczego roztworu ekstrakcyjnego (wg 2.3b) i wytrząsać na mieszadle obrotowym w ciągu 1 h. Następnie sączyć wyciąg przez średni ilościowy sączek do kolb stożkowych pojemności 250 cm³, odrzucając pierwszą porcję przesączu.

2.4.6. Przygotowanie ślepej próby. Z roztworem ekstrakcyjnym roboczym, przygotowanym wg 2.3b postępować jak w 2.4.5 bez dodawania próbki torfu lub wyrobu z torfu.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Metoda potencjometryczna

2.5.1.1. Przygotowanie układu pomiarowego do pracy. Przed przystąpieniem do pomiarów uruchomić i sprawdzić działanie stosowanego miernika potencjału według instrukcji pracy przyrządu. Przygotować elektrodę czułą na gazowy amoniak i sprawdzić jej działanie, zgodnie z instrukcją jej obsługi. Po podłączeniu elektrody do miernika potencjału umieścić ją w zlewce z wodą destylowaną i przemywać w ciągu 1 h, zmieniając w tym czasie trzykrotnie wodę.

2.5.1.2. Ogólne czynności przy wzorcowaniu i pomiarze zawartości N-NH₄ w wyciągu. Wszystkie pomiary roztworów wzorcowych i badanych oraz przemywanie elektrody wykonywać przy ciągłym mieszaniu za pomocą mieszadła elektromagnetycznego. Po każdym pomiarze spłukać elektrodę strumieniem wody destylowanej

i osuszyć kawałkiem bibuły do sączenia. Wszystkie pomiary wykonywać w stałej temperaturze ± 2 °C.

2.5.1.3. Wzorcowanie układu pomiarowego

a) W przypadku stosowania miernika potencjału do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć po 50 cm³ kolejnych roztworów wzorcowych roboczych. Bezpośrednio przed umieszczeniem elektrody w kolejnych roztworach wzorcowych dodać do każdego z nich 0,5 cm³ 10M roztworu wodorotlenku sodowego. Mierzyć kolejno wartości potencjałów odpowiadające roztworom wzorcowym. Wykreślić krzywą wzorcowania na papierze półlogarytmicznym. Na osi odciętych (x) w skali logarytmicznej, odłożyć zawartość mg N-NH₄ w kg wysuszonej próbki, odpowiadającą kolejnym roztworom wzorcowym jak w 2.3g). Na osi rzędnych (y) odłożyć odpowiednie wartości potencjału w mv. W przypadku sprawnego układu pomiarowego i dobrej elektrody krzywa wzorcowania powinna mieć przebieg liniowy. Po zakończeniu pomiarów roztworów wzorcowych elektrodą przemywać w ciągu 10 min, zmieniając dwukrotnie wodę destylowaną.

b) W przypadku stosowania jonomierza do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć po 50 cm³ roztworów wzorcowych roboczych o stężeniach 0,2; 2; 20 i 200 µg N-NH₄ w 1 cm³ odpowiadających zawartościom 4; 40; 400 i 4000 mg N-NH₄ w kg wysuszonej próbki przygotowanej wg 2.4.2. Bezpośrednio przed pomiarem dodaje się do kolejnych roztworów wzorcowych po 0,5 cm³ 10M roztworu wodorotlenku sodowego. W tym przypadku nie wykreśla się krzywej wzorcowania, lecz za pomocą kolejnych par roztworów wzorcowych (4 i 40, 40 i 400 oraz 400 i 4000 mg N-NH₄ w kg wysuszonej próbki) kalibruje się skalę bezpośredniego odczytu stężenia, zgodnie z zaleceniami instrukcji obsługi jonomierza.

2.5.1.4. Pomiar zawartości N-NH₄ w wyciągu z próbki. Do zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć 50 cm³ przesączonego wyciągu z próbki lub roztworu ślepej próby. Bezpośrednio przed pomiarem do roztworu dodać 0,5 cm³ 10M roztworu wodorotlenku sodowego, po czym przystąpić do pomiarów. Wartość potencjałów elektrody w kolejnych wyciągach odczytać po ustaleniu tej wartości na skali miernika. Zawartość azotu amonowego w badanej próbce, wyrażoną w mg na kg wysuszonej próbki, odczytać z krzywej wzorcowania. W przypadku stosowania jonomierza zawartość azotu amonowego w próbce odczytać ze skali bezpośredniego odczytu stężenia.

2.5.1.5. Pomiar w przypadku zawartości przekraczającej wartość najwyższego wzorca. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 10 cm³ wyciągu z próbki i uzupełnić do kreski roztworem ekstrakcyjnym roboczym. Wykonać ponownie pomiar wg 2.5.1.4.

Otrzymane wyniki zawartości N-NH₄ pomnożyć przez 10.

2.5.2. Metoda destylacyjna

2.5.2.1. Wykonanie destylacji i miareczkowania destylatu. Objętość 50 cm³ wyciągu przenieść do 250 cm³ kolby destylacyjnej lub kolby destylacyjnej aparatu Parnasa, dodać 5 cm³ 40-procentowego roztworu wodo-

rotlenku sodowego i destylować 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 według Tashiro. Miareczkować 0,05N roztworem kwasu siarkowego do zmiany barwy z zielonej na różowofioletową.

2.5.2.2. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość azotu amonowego (X), w mg N-NH₄ na kg próbki wysuszonej wg 2.4.2, obliczyć według wzoru

$$X = \frac{V_x \cdot 0,014 \cdot N \cdot V_w \cdot 1000 \cdot 1000}{V_p \cdot G} = V_x \cdot 11200 \cdot N \quad (1)$$

w którym:

- V_x — objętość roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania destylatu, cm³,
- V_w — objętość wyciągu z próbki, cm³,
- V_p — objętość wyciągu pobrana do analizy, cm³,
- 0,014 — ilość azotu odpowiadająca 1 cm³ 1N roztworu kwasu siarkowego, g,

N — normalność użytego roztworu kwasu siarkowego,

G — odważka próbki, g.

2.6. Obliczanie zawartości N-NH₄ w mg na kg suchej masy próbki. Zawartość azotu amonowego (X_s) obliczyć według wzoru

$$X_s = \frac{(x_p - x_{sp}) \cdot 100}{100 - w} \text{ mg N-NH}_4/\text{kg suchej masy} \quad (2)$$

w którym:

- x_p — zawartość w mg N-NH₄/kg wysuszonej próbki uzyskana z pomiaru,
- x_{sp} — zawartość w ślepej próbie w mg N-NH₄/kg wysuszonej próbki,
- w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona jak w 2.4.4.

2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych wyników, 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.

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 Barbara Sapak, doc. dr hab. Andrzej Sapak — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych.