

TORF I PRZETWORY TORFOWE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-83
	Torf i wyroby z torfu Oznaczanie manganu ogólnego	0520-22
		Grupa katalogowa 0119

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości manganu ogólnego w torfie lub wyrobach z torfu.

1.2. Zakres stosowania normy. Objęte normą metody badań mają zastosowanie do torfu i wyrobów z torfu, w celu ich atestowania.

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

- a) metodę absorpcyjnej spektrometrii atomowej,
- b) metodę kolorymetryczną z zastosowaniem formaldehydu.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie wykonuje się w roztworach próbek spalonych w fazie ciekłej lub stałej. Oznaczanie metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej przeprowadza się bezpośrednio w roztworze próbki w przypadku jej spalania w fazie ciekłej lub w roztworze próbki rozcieńczonej wodą destylowaną w stosunku 2:3 (v/v) w przypadku jej spalania w fazie stałej.

W metodzie kolorymetrycznej wykorzystuje się reakcję manganu z formaldehydem, który w środowisku alkalicznym tworzy z manganem trwałe brunatnoczerwony kompleks manganu-cztero-formaldehydowy. Żelazo, które również tworzy z formaldehydem barwny kompleks maskuje się za pomocą trójetanolaminy. Dodatek winianu sodowo-potasowego zapobiega wytrącaniu się wodorotlenku glinowego. Zabarwienie kompleksu ustala się już po kilku minutach i jest trwałe przez wiele godzin.

2.2. Aparatura

- a) Spektrokolorometr.
- b) Spektrometr do absorpcji atomowej.

2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas askorbinowy, roztwór 1-procentowy. Roztwór przygotowuje się codziennie świeży.

- b) Roztwór kompleksujący: 20 g winianu sodowo-potasowego cz.d.a. i 300 g trójetanolaminy rozpuścić w 1 dm³ wody destylowanej.

- c) Roztwór formaldehydu: 73 cm³ formaliny (38-procentowy roztwór) dodać do 700 cm³ 10-procentowego chlorowodoru hydroksylaminy i uzupełnić do objętości 1 dm³ wodą destylowaną.

- d) Wodorotlenek sodowy — 1N roztwór.

- e) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminoczworowego (EDTA) — roztwór 5-procentowy.

- f) Roztwór wzorcowy podstawowy. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 91,2 cm³ 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego. Dodać 30 cm³ stężonego kwasu siarkowego, a następnie dodawać kroplami 10-procentowego roztworu siarczynu sodowego aż do odbarwienia nadmanganianu. Po ochłodzeniu kolbę uzupełnić wodą do objętości 1 dm³. Jeden cm³ powyższego roztworu zawiera 100 µg Mn.

Dopuszcza się stosowanie handlowego roztworu wzorcowego manganu, który należy odpowiednio rozcieńczyć wodą tak, aby 1 cm³ zawierał 100 µg Mn.

- g) Roztwory wzorcowe robocze. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno 0; 5; 10; 15 i 20 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego, dodać 2 cm³ 60-procentowego kwasu nadchlorowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Roztwory takie zawierają 0; 5; 10; 15 i 20 µg Mn na 1 cm³ i odpowiadają 0, 250, 500, 750 i 1000 mg Mn 1 kg próbki.

2.4. Przygotowanie próbek do badań

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 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. Wsuszone próbki rozdrabniać w młynku udarowym tak, aby cała próbka przeszła przez sito o średnicy oczek 0,5 mm.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Produkcji Leśnej LAS
Ustanowiona przez Dyrektora Ośrodka Badawczo-Rozwojowego PL LAS dnia 28 października 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.
(Dz. Norm i Miar nr 16/1983 poz. 32 i Dz. Norm. i Miar nr 3/1984 poz. 6)

2.4.4. Oznaczanie wody w wysuszonej próbce. Oznaczanie to wykonuje się metodą szczegółową wg BN-72/0520-07.

2.4.5. Spalanie próbki. Czynność spalania w fazie ciekłej lub w fazie stałej wykonuje się wg BN-80/0520-14.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Metoda kolorymetryczna

2.5.1.1. Wzorcowanie pomiaru. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć 10 cm³ kolejnych roztworów roboczych (2.3g). Dodać 2 cm³ 2-procentowego kwasu askorbinowego. Po 5 min dodać 5 cm³ roztworu kompleksującego i 2 cm³ roztworu formaldehydu i natychmiast alkalizować 1N roztworem wodorotlenku sodowego, dodając 2 cm³ w nadmiarze. Po wymieszaniu dodać 5 cm³ 5-procentowego roztworu EDTA, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i ponownie wymieszać. Po upływie 30 min zmierzyć absorbancję lub przepuszczalność za pomocą spektrokolorymetru, stosując długość fali 450 nm. Jako odniesienie stosować wodę destylowaną. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrycznym, krzywej wzorcowej. Na osi odciętych odłożyć zawartość manganu wyrażoną w mg Mn na 1 kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wartości skali absorbancji lub przepuszczalności.

2.5.1.2. Pomiar zawartości w próbce. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć roztwory próbek przygotowanych wg 2.4.5, w przypadku spalania w fazie ciekłej — 10 cm³ lub w przypadku spalania w fazie stałej — 4 cm³. W tym drugim przypadku uzupełnić wodą destylowaną do objętości 10 cm³. W obydwu przypadkach postępować następnie kolejno jak w 2.5.1.1. Zawartość manganu wyrażoną w mg Mn na 1 kg próbki odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5.1.3. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.5.1.2. Zawartość manganu w ślepej próbce wyrazić w mg Mn na 1 kg próbki.

2.5.2. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej

2.5.2.1. Przygotowanie roztworów próbek do oznaczania. Roztwory próbek spalonych w fazie ciekłej służą bezpośrednio do wykonania oznaczania. Roztwory próbek spalonych w fazie stałej należy przed oznaczeniem rozcieńczyć wodą destylowaną w stosunku 2:3 (v/v).

2.5.2.2. Wzorcowanie pomiaru. Kolejne roztwory wzorcowe robocze (2.3g) rozpylać w płomieniu acetylen-powietrze spektrometru do absorpcji atomowej, przygotowanego do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Pomiar absorbancji lub przepuszczalności wykonywać przy linii analitycznej 279,5 nm. Jako odniesienie stosować wodę destylowaną. Uzyskane wyniki pomiarów wykorzystać do wykreślenia, na papierze milimetrycznym, krzywej wzorcowej. Na osi odciętych odłożyć zawartość manganu wyrażoną w mg Mn na 1 kg próbki, odpowiadającą kolejnym wzorcom, na osi rzędnych odłożyć wartości 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.

2.5.2.3. Pomiar zawartości w próbce. Z roztworami próbek przygotowanymi jak w 2.5.2.1 postępować tak jak z roztworami wzorcowymi wg 2.5.2.2. Zawartość manganu wyrażoną w mg Mn na 1 kg próbki odczytać z krzywej wzorcowej lub czytnika spektrometru, jeśli jest on wyposażony w zestaw do bezpośredniego pomiaru stężenia lub zawartości.

2.5.2.4. Pomiar zawartości w ślepej próbce. Z roztworem ślepej próby postępować jak w 2.5.2.3. Zawartość manganu w ślepej próbce wyrazić w mg na 1 kg próbki.

2.6. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość manganu (X_{sm}) obliczyć w mg Mn na 1 kg suchej masy próbki wg wzoru

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

w którym:

- x_p — zawartość w mg Mn na 1 kg próbki uzyskana z pomiaru,
- x_{sp} — zawartość w mg Mn na 1 kg próbki w ślepej próbce,
- w — procentowa zawartość wody w próbce oznaczona wg 2.4.4.

2.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania zawartości manganu w mg Mn na 1 kg suchej masy próbki należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 równoległych wyników, pomniejszonych o zawartość w ślepej próbce, różniących się między sobą nie więcej niż o 10 procent 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 projektu normy — doc. dr hab. Andrzej Sapek, dr Barbara Sapek — Instytut Melioracji i Użytków Zielonych, Fałenty.