377L0535

22.8.77 *EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING* Nr L 213/1

# KOMMISSIONENS DIREKTIV

## av den 22 juni 1977

## om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om provtagnings- och analysmetoder för gödselmedel

(77/535/EEG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 76/116/EEG av den 18 december 1975 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om gödselmedel(1), särskilt artikel 9.2 i detta, och

med beaktande av följande:

I direktiv 76/116/EEG föreskrivs officiell kontroll av EEG-gödselmedel i syfte att kontrollera att de uppfyller de krav som gäller enligt gemenskapens bestämmelser om gödselmedels kvalitet och sammansättning.

Vad som föreskrivs i detta direktiv har tillstyrkts av Kommittén för anpassning till teknisk utveckling av direktiven om avskaffandet av tekniska hinder för handel med gödselmedel.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

Medlemsstaterna skall vidta de åtgärder som är nödvändiga för att säkerställa att provtagning och analys för officiell kontroll av EEG-gödselmedel enligt artikel 8.1 och 8.2 i rådets direktiv 76/116/EEG av den 18 december 1975 utförs enligt de metoder som beskrivs i bilagan till detta direktiv.

*Artikel 2*

1. Medlemsstaterna skall senast den 19 december 1977 sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

2. Medlemsstaterna skall se till att till kommissionen överlämna texterna till centrala bestämmelser i nationell lagstiftning som de antar inom det område som omfattas av detta direktiv.

*Artikel 3*

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 22 juni 1977.

*På kommissionens vägnar*
Étienne DAVIGNON
*Ledamot av kommissionen*

(1) EGT nr L 24, 30.1.1976, s. 21.

*BILAGA 1*

## PROVTAGNINGSMETOD FÖR KONTROLL AV GÖDSELMEDEL

INLEDNING

Korrekt provtagning är en krävande uppgift som fordrar stor noggrannhet. Man kan därför inte överbetona kravet på tillräckligt representativ provtagning för den officiella kontrollen av gödselmedel.

Den nedan beskrivna provtagningsmetoden måste tillämpas med stor noggrannhet av specialister som har erfarenhet av den vedertagna provtagningsmetoden.

1. ÄNDAMÅL OCH RÄCKVIDD

Prov som är avsedda för officiell kontroll av gödselmedels kvalitet och sammansättning skall tas enligt de metoder som beskrivs här nedan. Prov som erhållits på detta sätt skall anses vara representativa för de materialmängder ur vilka de tagits.

2. ANSVARIGA TJÄNSTEMÄN

Proven skall tas av särskilda tjänstemän som medlemsstaterna har bemyndigat till detta.

3. DEFINITIONER

P r o v m ä n g d: En produktmängd som bildar en enhet och har egenskaper som antas vara enhetliga.

S t i c k p r o v: En mängd som tas från en punkt i denna provmängd.

S a m l i n g s p r o v: En samling stickprov som tagits från samma provmängd.

R e d u c e r a t p r o v: En representativ del av samlingsprovet, som erhållits från/ur samlingsprovet genom reducering.

S l u t l i g t p r o v: En representativ del av ett reducerat prov.

4. UTRUSTNING

4.1 Provtagningsutrustningen skall vara tillverkad av material som inte kan påverka egenskaperna hos de produkter som skall provas. Medlemsstaterna kan officiellt godkänna sådan utrustning.

4.2 **Utrustning som rekommenderas för provtagning av fasta gödselmedel.**

4.2.1 *Manuell provtagning*

4.2.1.1 Flatbottnad skovel med vertikala sidor.

4.2.1.2 Provtagningsspjut med en lång skåra eller med olika fack. Provtagningsspjutets dimensioner måste lämpa sig för den provade mängdens egenskaper (behållarens djup, säckformat etc) och partikelstorleken i gödselmedlet.

4.2.2 *Mekanisk provtagning*

Godkänd mekanisk utrustning får användas för provtagning av gödselmedel under förflyttning.

4.2.3 *Provdelare*

Utrustning avsedd att dela upp provet i lika stora delar bör användas för tagning av stickprov och för iordningställande av reducerade och slutliga prov.

5. KVANTITATIVA KRAV

5.1 **Provmängd**

Provmängden skall vara av sådan storlek att man kan ta prov i var och en av dess beståndsdelar.

5.2 **Stickprov**

| | | |
|---|---|---|
| 5.2.1 | *Gödselmedel i lös vikt* | *Minsta antal stickprov* |
| 5.2.1.1 | Provmängder som inte överstiger 2,5 ton: | sju. |
| 5.2.1.2 | Provmängder större än 2,5 ton men mindre än 80 ton: | $\sqrt{}$ 20 gånger det antal ton som provmängden utgör(1). |
| 5.2.1.3 | Provmängder större än 80 ton: | 40. |
| 5.2.2 | *Förpackade gödselmedel* | *Minsta antal förpackningar som skall provas(2).* |
| 5.2.2.1 | **Förpackning på mer än 1 kg** | |
| 5.2.2.1.1 | Provmängder på mindre än fem förpackningar: | alla förpackningar. |
| 5.2.2.1.2 | Provmängder mellan fem och sexton förpackningar: | fyra. |
| 5.2.2.1.3 | Provmängder mellan 17 och 400 förpackningar: | $\sqrt{}$ det antal förpackningar som provmängden utgör(2). |
| 5.2.2.1.4 | Provmängder större än 400 förpackningar: | 20. |
| 5.2.2.2 | Förpackningar på högst 1 kg | fyra. |

5.3 **Samlingsprov**

Ett enstaka samlingsprov för varje provmängd erfordras. Totalvikten på de stickprov som ingår i samlingsprovet skall inte vara mindre än följande:

| | | |
|---|---|---|
| 5.3.1 | *Gödselmedel i lös vikt:* | 4 kg. |
| 5.3.2 | *Förpackade gödselmedel:* | |
| 5.3.2.1 | Förpackningar på mer än 1 kg: | 4 kg. |
| 5.3.2.2 | Förpackningar på högst 1 kg: | Vikten av innehållet i fyra originalförpackningar. |

5.4 **Slutliga prov**

Samlingsprovet ger de slutliga proven genom reducering när detta behövs. Minst ett slutligt prov måste analyseras. Vikten på det prov som analyseras får inte vara lägre än 500 g.

(1) Om det erhållna talet är ett bråk, skall detta avrundas till närmaste högre heltal.
(2) För förpackningar vars innehåll inte överskrider 1 kg skall ett stickprov utgöras av innehållet i en ursprunglig förpackning.

6. ANVISNINGAR OM UTTAGNING, BEREDNING OCH FÖRPACKNING AV PROVEN

6.1 **Allmänt**

Proven skall tas och beredas så snabbt som möjligt med hänsyn till de försiktighetsåtgärder som krävs för att säkerställa att de förblir representativa för de gödselmedel som provas. Instrument, ytor och behållare som kommer i beröring med proverna måste vara rena och torra.

6.2 **Stickprov**

Stickprov skall tas slumpvis i hela provmängden och skall vara av ungefär samma storlek.

6.2.1 *Gödselmedel i lös vikt*

Provmängden skall teoretiskt delas upp i flera ungefär lika stora delar. Ett antal delar som motsvarar antalet stickprov enligt kraven i 5.2 skall väljas ut slumpvis, varefter minst ett prov tas från var och en av dessa delar. Om det inte går att följa kraven i 5.1 vid provtagning av gödselmedel i lös vikt skall proven tas när den provade mängden förflyttas (vid lastning eller lossning). I detta fall skall proven tas från slumpvis utvalda, teoretiska delar enligt definitionen här ovan, medan dessa förflyttas.

6.2.2 *Förpackade gödselmedel*

När det antal förpackningar som behövs har valts ut för provning enligt anvisningarna i 5.2 skall en del av innehållet i varje förpackning tas ut. Om det visar sig nödvändigt skall proven tas sedan var och en av förpackningarna har tömts separat.

6.3 **Beredning av samlingsprov**

Stickproven skall blandas, så att ett enda samlingsprov erhålls.

6.4 **Beredning av slutligt prov**

Materialet i samlingsprovet skall blandas omsorgsfullt(1). Om det är nödvändigt skall samlingsprovet först reduceras till minst 2 kg (reducerat prov), antingen genom användning av en mekanisk provdelare eller genom provsortering.

Därefter skall minst tre slutliga prov av ungefär samma storlek iordningställas enligt kvantitetskraven i 5.4. Varje prov skall placeras i en lämplig, lufttät behållare. Alla försiktighetsåtgärder som behövs skall vidtas för att undvika varje förändring av provens egenskaper.

7. FÖRPACKNING AV SLUTLIGA PROV

Behållare och förpackningar skall vara förseglade och märkta (hela märkningen måste ingå i förseglingen) på sådant sätt att de inte kan öppnas utan att förseglingen skadas.

8. PROVNINGSPROTOKOLL

Protokoll skall föras för varje provtagning, så att varje provad mängd entydigt kan identifieras.

9. PROVENS DESTINATION

För varje provmängd skall minst ett slutligt prov så snart som möjligt sändas till ett auktoriserat analyslaboratorium tillsammans med de upplysningar som den som utför analysen behöver.

---

(1) Eventuella klumpar skall brytas upp (om så är nödvändigt genom att de särskiljs från provet och sedan återförs till detta).

*BILAGA 2*

# METODER FÖR ANALYS AV GÖDSELMEDEL

## Innehållsförteckning


| | | |
|---|---|---|
| ALLMÄNNA ANMÄRKNINGAR | | 7 |
| 1. | PROVBEREDNING FÖR ANALYS | 7 |
| 2. | KVÄVE | 9 |
| 2.1 | Bestämning av kväve som ammoniak | 9 |
| 2.2 | Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak | 19 |
| 2.2.1 | Enligt Ulsch | 19 |
| 2.2.2 | Enligt Arnd | 21 |
| 2.2.3 | Enligt Devarda | 23 |
| 2.3 | Bestämning av kväve totalt | 28 |
| 2.3.1 | I nitratfri kalciumcyanamid | 28 |
| 2.3.2 | I kalciumcyanamid som innehåller nitrater | 30 |
| 2.3.3 | I urea | 33 |
| 2.4 | Bestämning av kväve som cyanamid | 35 |
| 2.5 | Spektrofotometrisk bestämning av biuret i urea | 38 |
| 2.6 | Bestämning av olika former av kväve i samma prov | 41 |
| 2.6.1 | I gödselmedel som innehåller kväve som nitrat, ammoniak, urea och cyanamid | 41 |
| 2.6.2 | I gödselmedel innehållande kväve enbart som nitrat, ammoniak och urea | 55 |
| 3. | FOSFOR | 62 |
| 3.1 | Extraktioner | 62 |
| 3.1.1 | I mineralsyror | 62 |
| 3.1.2 | I 2-procentig myrsyra | 63 |
| 3.1.3 | I 2-procentig citronsyra | 64 |
| 3.1.4 | I neutralt ammoniumcitrat | 65 |
| 3.1.5 | Med alkaliskt ammoniumcitrat | 68 |
| 3.1.5.1 | Enligt Petermann vid 65° | 68 |
| 3.1.5.2 | Enligt Petermann vid rumstemperatur | 70 |
| 3.1.5.3 | Enligt Joulie | 71 |
| 3.1.6 | I vatten | 73 |
| 3.2 | Bestämning av extraherad fosfor | 74 |
| 4. | KALIUM | 77 |
| 4.1 | Bestämning av halten vattenlösligt kalium | 77 |

| | | |
|---|---|---|
| 5. | MAGNESIUM | 81 |
| 5.1 | Bestämning av vattenlösligt magnesium | 81 |
| 6. | KLOR | 85 |
| 6.1 | Bestämning av klorider när organiska material saknas | 85 |
| 7. | MALNINGSFINHET | 88 |
| 7.1 | Bestämning av malningsfinhet, torrmetoden | 88 |
| 7.2 | Bestämning av malningsfinhet hos mjuka råfosfater | 89 |

## ALLMÄNNA ANMÄRKNINGAR

### Laboratorieutrustning

I metodbeskrivningarna har allmän laboratorieutrustning inte exakt definierats, förutom uppgifter om storlekarna på kolvar och pipetter. All laboratorieutrustning skall alltid vara väl rengjord, framför allt när det är små mängder av olika ämnen som skall fastställas.

### Kontrollprovningar

Före analysen måste man säkerställa att all utrustning fungerar väl och att analysmetoden utförs korrekt, om så är lämpligt med användning av kemiska föreningar med känd sammansättning (t.ex. ammoniumsulfat, monokaliumfosfat osv). Trots detta kan resultat av analyserade gödselmedel ange en felaktig kemisk sammansättning om analysmetoden inte följs till punkt och pricka. Å andra sidan används rent empiriska metoder för bestämning av vissa produkter med komplex kemisk sammansättning. Här rekommenderas att laboratorierna om detta är möjligt utnyttjar referensstandarder av gödselmedel med väl definierad sammansättning som referens.

*METOD 1*

## PROVBEREDNING FÖR ANALYS

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid beredning för analys av ett prov som är taget från det slutliga provet.

2. PRINCIP

Beredningen av ett slutligt prov som tagits emot i laboratoriet omfattar en rad arbetsmoment, vanligvis siktning, malning och blandning, som utförs på ett sådant sätt att

— å ena sidan minsta invägda mängd som föreskrivs i analysmetoderna är representativ för laboratorieprovet,

— å andra sidan gödselmedlets finhetsgrad inte kan ha förändrats genom beredningen i så hög grad, att dess löslighet i olika extraktionsreagens tydligt påverkas.

3. UTRUSTNING

Enkel provdelare (valfri).

Siktar med en maskstorlek av 0,2 och 0,5 mm.

250 ml-kolvar med proppar.

Mortel med mortelstöt av porslin eller en kvarn.

4. VAL AV BEHANDLING SOM SKALL ANVÄNDAS

Inledande kommentar

Om produkten är lämplig behöver man endast bevara en representativ del av det slutliga provet.

4.1 **Slutliga prov som inte får malas**

Kalciumnitrat, kalciummagnesiumnitrat, natriumnitrat, chilesalpeter, kalciumcyanamid, kvävehaltig kalciumcyanamid, ammoniumsulfat, ammoniumnitrat med över 30% N, urea, slagg, råfosfat som gjorts delvis lösligt, utfällt kalciumfosfatdihydrat, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, mjuka malda råfosfater.

4.2 **Slutliga prov som måste delas upp, och varav en del måste malas**

Dessa är produkter som kräver att vissa analyser utförs utan föregående malning (t.ex. bestämning av malningsfinhet) och andra analyser efter malning. De omfattar alla de sammansatta gödselmedel som innehåller följande fosfater: basisk slagg, aluminiumkalciumfosfat, kalcinerat fosfat, mjuk malen råfosfat och råfosfat som delvis gjorts lösligt.

För detta ändamål delar man upp det slutliga provet i två delar, som är så identiska som möjligt, med hjälp av en provdelare eller genom kvartering.

4.3 **Slutliga prov, för vilka alla bestämningarna utförs på en malen produkt**

Endast en representativ del av det slutliga provet behöver malas. Detta gäller listans alla övriga gödselmedel, som inte är upptagna i avsnitt 4.1 och 4.2.

5. METOD

Den del av det slutliga provet som omnämns i avsnitt 4.2 och 4.3 siktas snabbt genom en sikt med en maskstorlek av 0,5 mm. Restmaterialet grovmals, så att man får en produkt med ett minimum av fina partiklar, varefter siktning sker. Malningen måste utföras under sådana förhållanden att ämnet inte påtagligt värms upp. Detta måste upprepas så många gånger som fordras tills det inte längre finns något restmaterial och måste ske så snabbt som möjligt för att förhindra tillskott eller förlust av beståndsdelar (vatten, ammoniak). Allt det malda och siktade materialet läggs sedan i en ren kolv, som kan förslutas med en propp.

Innan någon vägning utförs för analysen skall hela provet blandas omsorgsfullt.

6. SPECIALFALL

a) **Gödselmedel som innehåller en blandning av flera kristallkategorier**

I detta fall förekommer ofta separering. Det är därför absolut nödvändigt att krossa och sålla provet genom en sikt med en maskstorlek av 0,200 mm. Exempel på sådana gödselmedel är blandningar av ammoniumfosfat och kaliumnitrat. För sådana produkter rekommenderas att hela det slutliga provet mals.

b) **Restmaterial som är svårt är mala och som inte innehåller gödselämnen**

Väg restmaterialet och ta hänsyn till dess massa vid beräkning av slutresultatet.

c) **Produkter som sönderfaller vid uppvärmning**

Malningen skall utföras på ett sådant sätt att provet inte värms upp. För dessa produkter är det fördelaktigt att använda en mortel. Exempel på sådana produkter är sammansatta gödselmedel som innehåller kalciumcyanamid och urea.

d) **Produkter som är onormalt fuktiga eller förvandlas till en pasta vid malning**

För att säkerställa homogenitet bör man välja en sikt med den minsta maskstorlek som gör det möjligt att krossa klumpar för hand eller med mortelstöt. Det kan röra sig om blandningar, i vilka vissa ingredienser innehåller kristallvatten.

*METOD 2*

## KVÄVE

*METOD 2.1*

### BESTÄMNING AV KVÄVE SOM AMMONIAK

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av kväve som ammoniak.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla kvävehaltiga gödselmedel inklusive sammansatta gödselmedel, i vilka kväve uteslutande förekommer som ammoniumsalter eller ammoniumsalter tillsammans med nitrater.

Metoden skall inte tillämpas på gödselmedel innehållande urea, cyanamid eller andra organiska, kvävehaltiga föreningar.

3. PRINCIP

Utdrivning av ammoniak med hjälp av ett överskott av natriumhydroxid, destillation, bestämning av ammoniakutbytet i en given mängd ställd svavelsyra samt titrering av överskottet syra med hjälp av en ställd lösning av natrium- eller kaliumhydroxid.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Utspädd saltsyra: en del HCl (d = 1,18) plus en del vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a.

4.4 Svavelsyra: 0,2 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2).

4.6 Svavelsyra: 0,5 N

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2).

4.8 Lösning av natriumhydroxid, cirka 30 % NaOH (d = 1,33), ammoniakfri

4.9 Indikatorer

4.9.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml natriumhydroxidlösning 0,1 N och fyll på vatten till en liter.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar) av denna indikatorlösning.

4.9.2 Indikatorlösning med metylrött

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på med vatten till 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovannämnda.

4.10 Koksten: pimpstensgranulat som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

4.11 Ammoniumsulfat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning bestående av en rundkolv av lämplig kapacitet, ansluten till en kylare med droppfångare.

Anmärkning 1

Olika typer av utrustning som godkänts och rekommenderats för denna analys visas med alla konstruktionsdetaljer i fig. 1, 2, 3 och 4.

5.2 Pipetter på 10, 20, 25, 50, 100 och 200 ml.

5.3 En mätkolv på 500 ml.

5.4 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. ANALYSMETOD

7.1 **Beredning av lösningen**

Utför ett löslighetstest på provet i vatten vid rumstemperatur och i förhållandet 2% (vikt/volym). Väg in 5, 7 eller 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g enligt anvisningarna i tabell 1 och överför till 500 ml-kolven. Fortsätt sedan på följande sätt, beroende på löslighetstestets utfall:

a) *Produkter som är helt lösliga i vatten*

Tillsätt i kolven så mycket vatten som behövs för att lösa provet, skaka och fyll kolven med vatten till märket när provet är helt löst, och blanda omsorgsfullt.

b) *Produkter som inte är helt lösliga i vatten*

Tillsätt 50 ml vatten i kolven och därefter 20 ml saltsyra (4.1). Skaka. Låt blandningen stå tills ingen ytterligare koldioxid utvecklas. Tillsätt 400 ml vatten och låt skaka i en halvtimme med en roterande skakapparat (5.4). Fyll till märket, blanda och filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.2 **Analys av lösningen**

Häll i enlighet med den valda metoden en uppmätt mängd ställd svavelsyra enligt tabell 1 i förlaget. Tillsätt en lämplig mängd av den valda indikatorlösningen (4.9.1 eller 4.9.2) och eventuellt vatten, så att volymen blir minst 50 ml. Kylarens förlängningsrör måste nå ner under lösningens yta.

Överför med en precisionspipett enligt uppgifterna i tabellen en alikvot([1]) av den klara lösningen till utrustningens destillationskolv. Tillsätt vatten för att få en total volym på ungefär 350 ml och några pimpstenskorn (4.10) för att motverka stötkokning.

Montera ihop destillationsapparaten och tillsätt försiktigt, så att ingen ammoniak går förlorad, 10 ml koncentrerad natriumhydroxidlösning (4.8) till innehållet i destillationskolven eller 20 ml av lösningen, om 20 ml saltsyra har använts för att lösa upp provet (4.1). Värm kolven gradvis, för att undvika kraftig kokning. Destillera när kokningen börjar med en hastighet av ungefär 100 ml på 10 till 15 minuter. Hela volymen destillat bör vara omkring 250 ml([2]). När man inte längre kan räkna med att mer ammoniak utvecklas, sänks förlaget så att röret från kylaren kommer ovanför vätskeytan.

Kontrollera det efterföljande destillatet med ett lämpligt reagens för att säkerställa att all ammoniak destillerats över. Skölj röret från kylaren med lite vatten och titrera överskottet syra med standardlösningen av natrium- eller kaliumhydroxid enligt anvisningarna för den variant som använts (se anmärkning 2).

Anmärkning 2

Standardlösningar med olika koncentrationer kan användas för återtitreringen, under förutsättning att de mängder som används för titreringen om möjligt inte överskrider 40–45 ml.

7.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest under samma förutsättningar och tag hänsyn till detta vid beräkningen av det slutliga resultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera innan analysen utförs, att utrustningen fungerar ordentligt och att metoden tillämpas på rätt sätt genom att använda en alikvot av en nyframställd lösning av ammoniumsulfat (4.11) som innehåller den maximala kvävehalt som föreskrivs för den valda varianten.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa analysresultatet som den procentuella andelen ammoniak-kväve i det gödselmedel som erhållits för analys.

9. BILAGOR

Som anges i anmärkning 1 till 5.1 "Utrustning", hänvisar figurerna 1, 2, 3 och 4 till konstruktionsegenskaper hos de olika typer av utrustning som beskrivs i detta dokument.

([1]) Mängden ammoniak-kväve i alikvot enligt tabell 1 blir ungefär:
— 0,05 g för variant a
— 0,10 g för variant b
— 0,20 g för variant c

([2]) Kylaren måste regleras så att den ger ett jämnt flöde av kondensat. Destillationen bör vara avslutad inom 30–40 minuter.

*Tabell 1*

Bestämning av ammoniak-kväve och ammoniak- och nitratkväve i gödselmedel.

Tabell över invägning, utspädning och beräkning som skall utföras för var och en av metodens varianter a, b och c.

*Variant a*

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 50 mg

Svavelsyra 0,1 N som skall tillsättas förlaget: 50 ml

Återtitrering med NaOH eller KOH 0,1 N.

| Deklaration (% N) | Mängd som skall vägas in (g) | Utspädning (ml) | Lösning av prov som skall destilleras (ml) | Redovisning av resultat(1) (% N = (50 - A) x F) |
|---|---|---|---|---|
| 0- 5 | 10 | 500 | 50 | (50 - A) x 0,14 |
| 5-10 | 10 | 500 | 25 | (50 - A) x 0,28 |
| 10-15 | 7 | 500 | 25 | (50 - A) x 0,40 |
| 15-20 | 5 | 500 | 25 | (50 - A) x 0,56 |
| 20-40 | 7 | 500 | 10 | (50 - A) x 1,00 |

*Variant b*

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 100 mg

Svavelsyra 0,2 N som skall tillsättas förlaget: 50 ml

Återtitrering med NaOH eller KOH 0,2 N.

| Deklaration (% N) | Mängd som skall vägas in (g) | Utspädning (ml) | Lösning av prov som skall destilleras (ml) | Redovisning av resultat(1) (% N = (50 - A) x F) |
|---|---|---|---|---|
| 0- 5 | 10 | 500 | 100 | (50 - A) x 0,14 |
| 5-10 | 10 | 500 | 50 | (50 - A) x 0,28 |
| 10-15 | 7 | 500 | 50 | (50 - A) x 0,40 |
| 15-20 | 5 | 500 | 50 | (50 - A) x 0,56 |
| 20-40 | 7 | 500 | 20 | (50 - A) x 1,00 |

*Variant c*

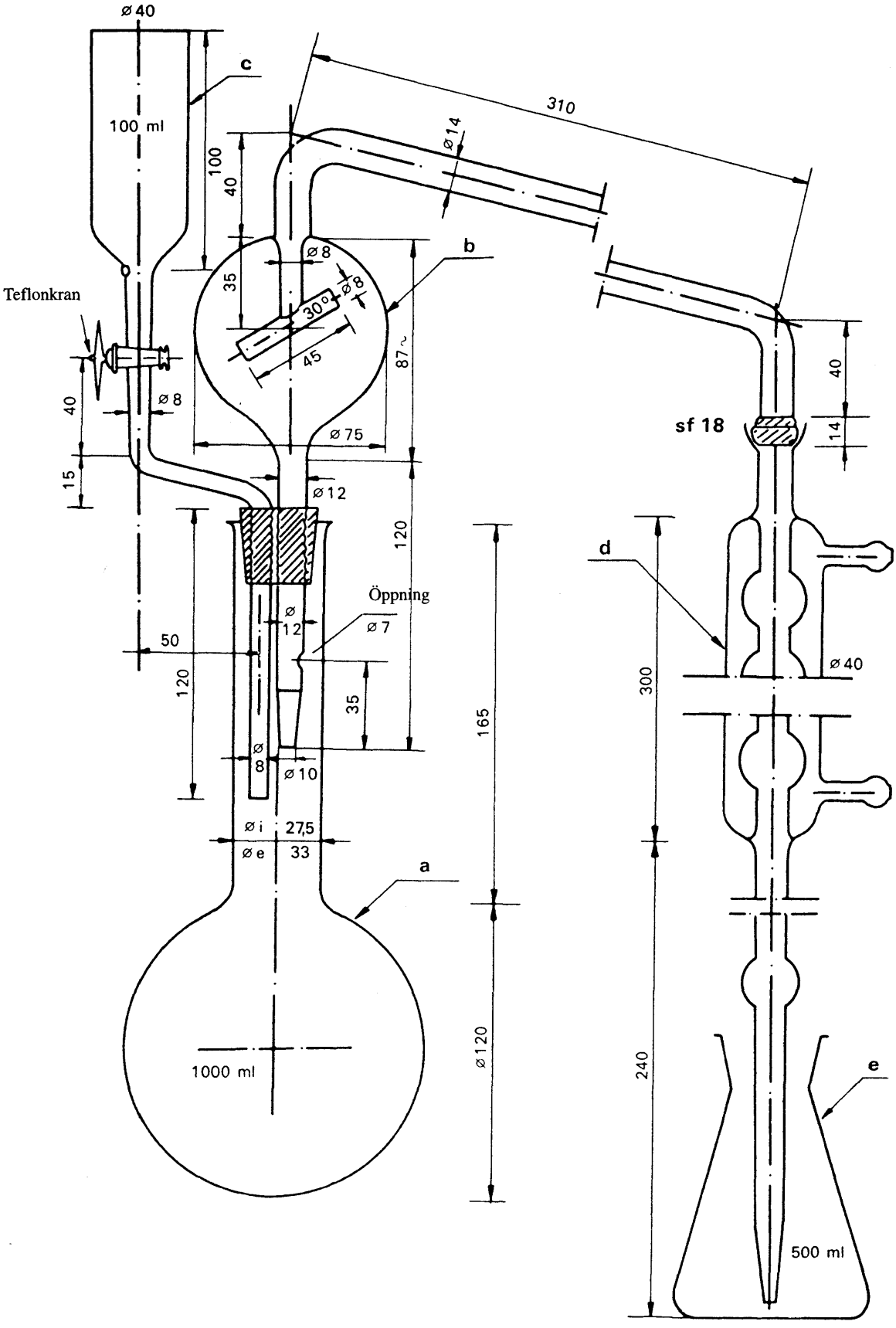
Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 200 mg

Svavelsyra 0,5 N som skall tillsättas förlaget: 35 ml

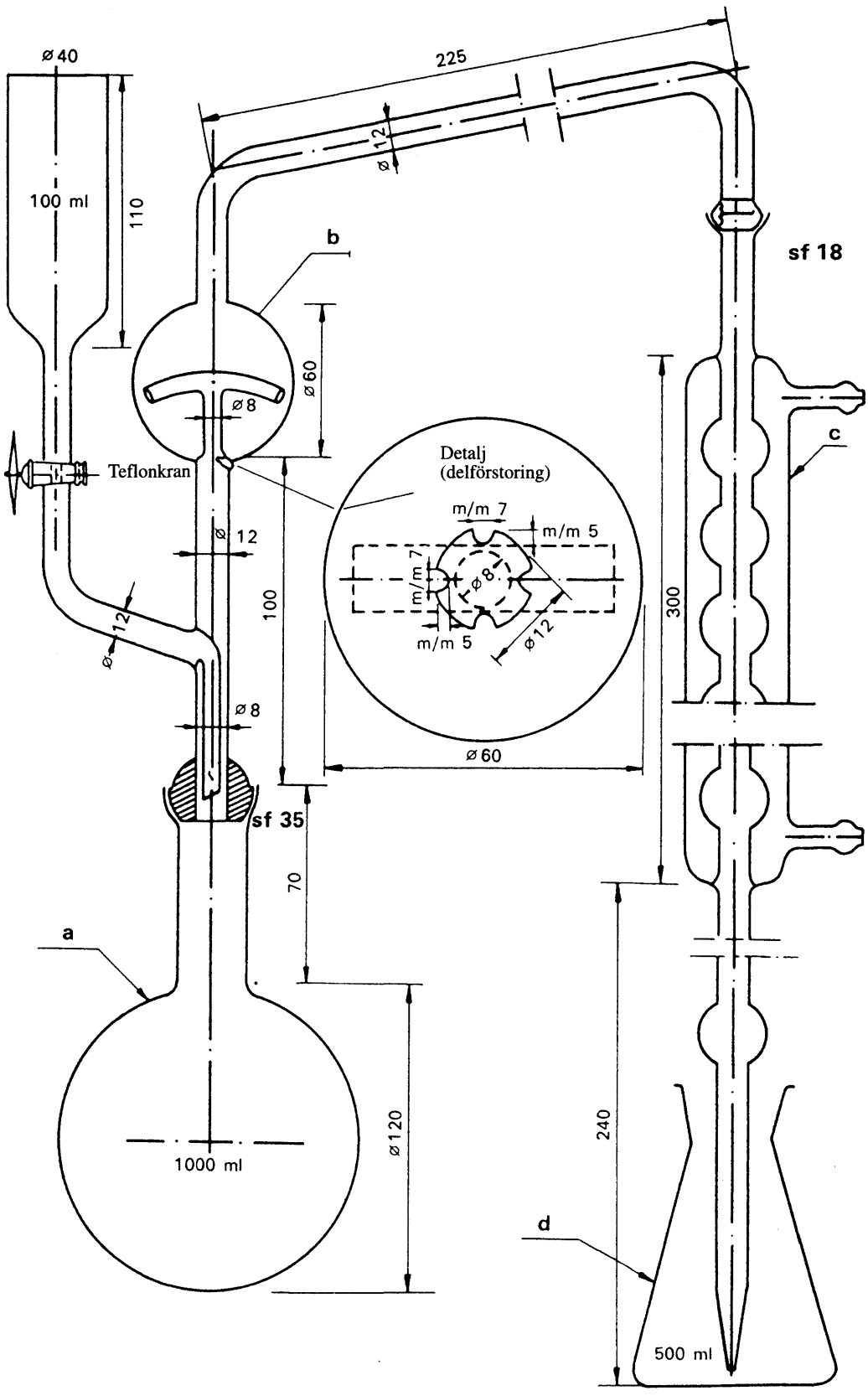
Återtitrering med NaOH eller KOH 0,5 N.

| Deklaration (% N) | Mängd som skall vägas in (g) | Utspädning (ml) | Lösning av prov som skall destilleras (ml) | Redovisning av resultat(1) (% N = (50 - A) x F) |
|---|---|---|---|---|
| 0- 5 | 10 | 500 | 200 | (35 - A) x 0,175 |
| 5-10 | 10 | 500 | 100 | (35 - A) x 0,350 |
| 10-15 | 7 | 500 | 100 | (35 - A) x 0,500 |
| 15-20 | 5 | 500 | 100 | (35 - A) x 0,700 |
| 20-40 | 5 | 500 | 50 | (35 - A) x 1,400 |

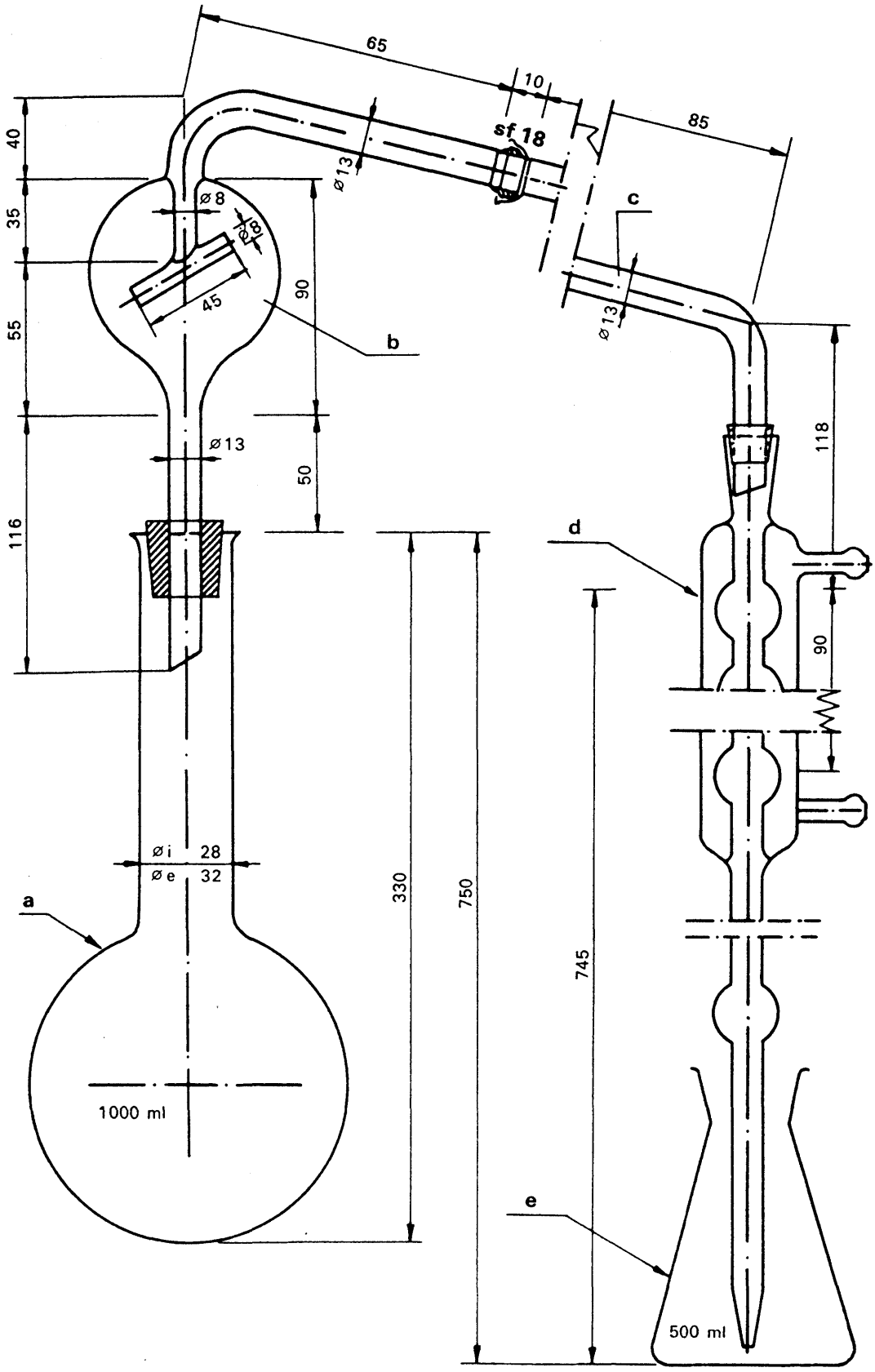
(1) För redovisningsformeln gäller:
50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;
A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtitreringen;
F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalenten.


ø 40
100 ml
c
310
ø 14
100
40
ø 8
b
35
ø 8
30°
45
87 ~
Teflonkran
40
ø 8
ø 75
15
ø 12
120
Öppning
ø 12
ø 7
50
120
35
165
ø 8
ø 10
ø i 27,5
ø e 33
a
1000 ml
ø 120
sf 18
40
14
d
300
ø 40
240
e
500 ml

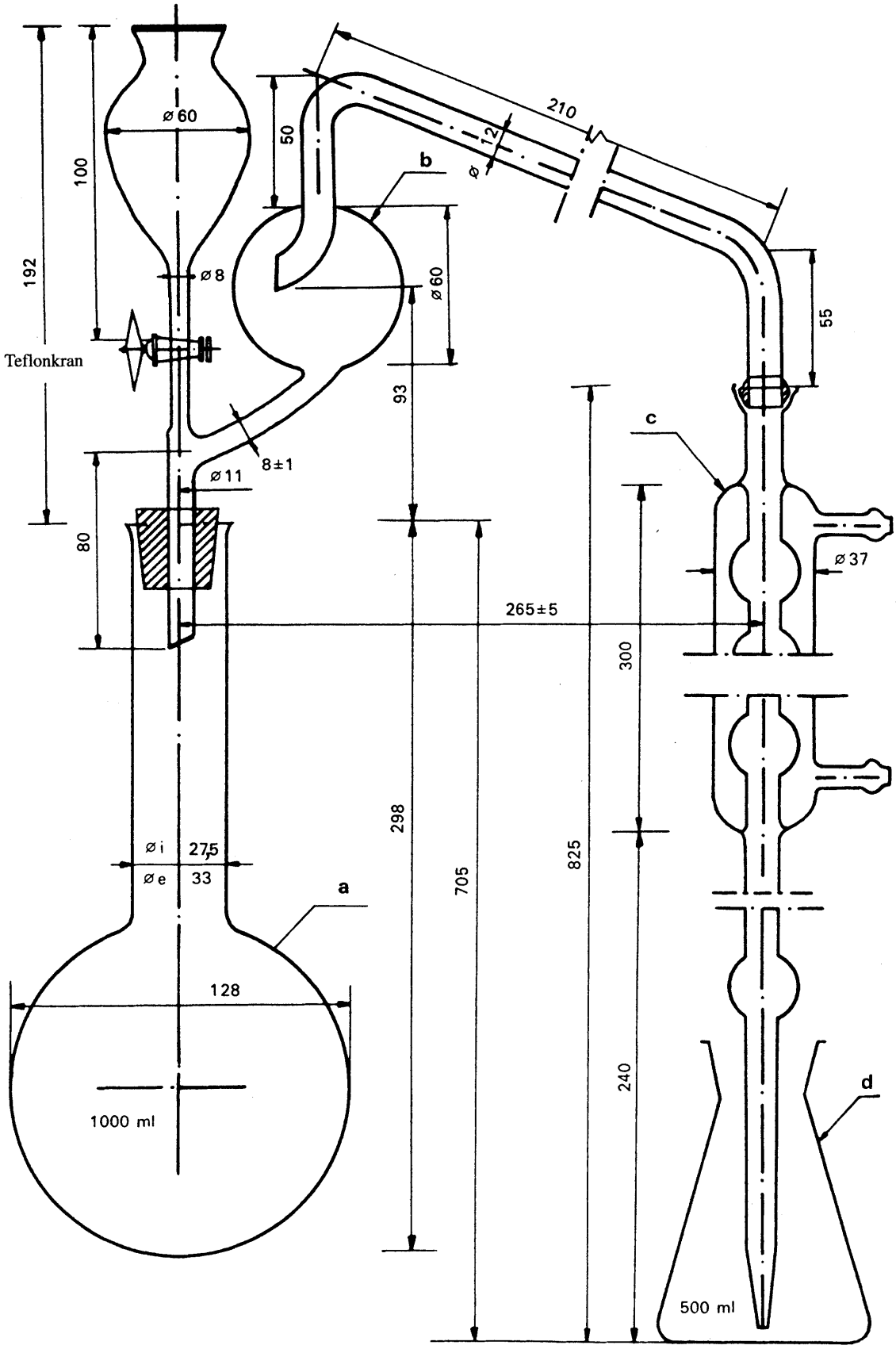
*Figur 1*


ø 40
225
12
ø
100 ml
110
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflonkran
Detalj
(delförstoring)
m/m 7
m/m 5
m/m 7
ø 8
m/m 5
ø 12
c
ø 12
100
300
ø 12
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
ø 120
1000 ml
240
d
500 ml

*Figur 2*


65
10
85
sf 18
ø13
c
ø8
ø8
45
90
b
ø13
40
35
55
116
ø13
50
118
d
90
ø i 28
ø e 32
a
330
750
745
1000 ml
e
500 ml

*Figur 3*


ø60
100
192
ø8
Teflonkran
50
b
ø12
210
ø60
93
55
c
8±1
ø11
80
ø37
265±5
300
298
705
825
øi 27,5
øe 33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

*Figur 4*

**Förklaringar till fig. 1, 2, 3 och 4**

*Figur 1*

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1000 ml.

b) Destillationsrör med droppfångare, anslutet till kylaren via en kulslipning (nr 18) (kulslipningen för anslutning till kylaren kan bytas mot en lämplig gummianslutning).

c) Tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid (kranen kan också bytas ut mot en gummianslutning med en klämma).

d) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan kulslipningen bytas ut mot en lämplig gummipropp).

e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

*Figur 2*

a) Rundkolv med kort hals, kapacitet 1000 ml, med kulslipning (nr 35).

b) Destillationsrör med droppfångare, försedd med kulslipning (nr 35) vid inloppet och en kulslipning (nr 18) vid utloppet, vid sidan ansluten till en tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid.

c) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och ansluten vid utloppet till ett förlängningsrör av glas med hjälp av en liten gummislang.

d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

*Figur 3*

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1000 ml, med utkragad mynning.

b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet.

c) Krökt rör med kulslipning (nr 18) vid inloppet och droppkon (anslutningen till destillationsröret kan göras med hjälp av en gummislang i stället för en kulslipning).

d) Allihnkylare (sex kulor) som vid utloppet ansluts till ett förlängningsrör av glas med hjälp av en liten gummislang.

e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

*Figur 4*

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1000 ml med utkragad mynning.

b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet, vid sidan ansluten till en tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid (en lämplig gummipropp kan användas i stället för kulslipningen, och kranen kan ersättas av en gummislang med lämplig klämma).

c) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och vid utloppet via en gummianslutning ansluten till ett förlängningsrör av glas (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan en lämplig gummipropp användas istället för kulslipningen).

d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

*Metod 2.2*

## BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK

*Metod 2.2.1*

### *BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT ULSCH*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av nitratkväve och ammoniakkväve med reduktion enligt Ulsch.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla kvävehaltiga gödselmedel, även sammansatta gödselmedel, som uteslutande innehåller kväve som nitrat eller som ammoniak och nitrat.

3. PRINCIP

Reduktion av nitrater och nitriter till ammoniak med hjälp av metalliskt järn i en sur lösning och utdrivning av bildad ammoniak genom tillsats av ett överskott av natriumhydroxid: destillation av ammoniak och bestämning av den bildade mängden ammoniak i en bestämd mängd ställd svavelsyralösning. Filtrering av svavelsyraöverskottet med hjälp av en ställd lösning av natrium- eller kaliumhydroxid.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Späd saltsyra: en del HCl (d = 1,18) samt en del vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N.

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N.

4.4 Svavelsyralösning, ca 30 %-ig $H_2SO_4$ (vikt/volym), ammoniakfri.

4.5 Pulveriserat järn reducerat i väte (den föreskrivna mängden järn måste kunna reducera minst 0,05 g kväve som nitrat).

4.6 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33) ammoniakfri.

4.7 Indikatorlösningar.

4.7.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml lösning av 0,1 N natriumhydroxid och fyll vatten till en liter.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll vatten till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.7.2 Lösning av metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll vatten till 100 ml och filtrera om så behövs.

Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.8 Koksten: pimpstenskorn, tvättade i saltsyra och kalcinerade.

4.9 Natriumnitrat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. PROVBEREDNING

Se metod 1 "Provberedning".

7. ANALYSMETOD

7.1 **Beredning av lösningen**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2 **Förfarande**

Häll en exakt uppmätt mängd ställd svavelsyra i förlaget enligt tabell 1 för metod 2.1 (variant a) och tillsätt en lämplig mängd indikatorlösning enl. 4.7.1 eller 4.7.2. Kylarens förlängningsrör måste nå ner under syrans yta i förlaget.

Överför med precisionspipett en lämplig alikvot av den klara lösningen enligt uppgifterna för metod 2.1 (variant a) i tabell 1 till apparatens destillationskolv. Tillsätt 350 ml vatten, 20 ml 30 % svavelsyra (4.4) rör om och tillsätt 5 g reducerat järn (4.5). Tvätta kolvens hals med flera ml vatten och för in en liten tratt med långt skaft i kolvhalsen. Värm upp i kokande vattenbad i en timme och tvätta sedan trattens skaft med några ml vatten.

Tillsätt 50 mg koncentrerad natriumhydroxid till destillationskärlet (4.6) försiktigt så att ingen ammoniak går förlorad, eller 60 ml koncentrerad natriumhydroxid (4.6), om 20 ml saltsyra (1+1) (4.1) har använts för upplösning av provet. Sätt ihop destillationsapparaten. Destillera ammoniaken enligt den procedur som beskrivs för metod 2.1.

7.3 **Blindtest**

Utför ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera före analysen att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används på rätt sätt genom att använda en nyberedd natriumnitratlösning (4.9) som innehåller 0,045–0,050 g kväve.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa analysresultatet som den procentuella andelen kväve som nitrat eller kväve som kombination av ammoniak och nitrat i det gödselmedel som har mottagits för analys.

*Metod 2.2.2*

*BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT ARND*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas för bestämning av kväve som nitrat och ammoniak med reduktion enligt Arnd (modifierad för var och en av varianterna a, b och c).

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Se metod 2.2.1.

3. PRINCIP

Reduktion av nitrater och nitriter till ammoniak i en neutral vattenlösning med en metallegering som innehåller 60 % Cu och 40 % Mg (Arnds legering) i närvaro av magnesiumklorid.

Destillation av ammoniak och bestämning av den bildade mängden i en känd mängd ställd svavelsyralösning. Titrering av svavelsyraöverskottet med en ställd lösning av natriumhydroxid eller kaliumhydroxid.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Späd saltsyra: en mängd HCl (d = 1,18) plus en mängd vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a.

4.4 Svavelsyra: 0,2 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.6 Svavelsyra: 0,5 N

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.8 Lösning av natriumhydroxid: ca 2 N.

4.9 Arnds legering för analys, pulveriserad så att den passerar genom en sikt med maskstorlek mindre än 1 mm.

4.10 20 %-ig lösning av magnesiumklorid.

Lös 200 g magnesiumklorid ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) i ca 600–700 ml vatten i en flatbottnad 1 liter-kolv. Tillsätt 15 g magnesiumsulfat ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) för att förhindra skumbildning.

Tillsätt 2 g magnesiumoxid och några pimpstenskorn som koksten efter upplösningen samt koncentrera suspensionen till 200 ml genom att koka den, så att varje spår av ammoniak försvinner från reagensen. Låt lösningen svalna, fyll till en liter med vatten och filtrera.

4.11 Indikatorlösningar

4.11.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml lösning av 0,1 N natriumhydroxid och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.11.2 Metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml av 95 %-ig etanol. Fyll till 100 ml med vatten och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.11.3 Indikatorlösning av kongorött

Lös 3 g kongorött i en liter varmt vatten och filtrera vid behov när lösningen har svalnat. Denna indikator kan användas i stället för de två ovan beskrivna vid neutralisering av syraextrakt före destillationen, varvid man använder 0,5 ml per 100 ml vätska som skall neutraliseras.

4.12 Koksten: pimpstenskorn, tvättade i saltsyra och kalcinerade.

4.13 Natriumnitrat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. ANALYSMETOD

7.1 **Beredning av lösningen för analys.**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2 **Analys av lösningen**

Beroende på vilken variant som valts placeras i förlaget en exakt uppmätt mängd ställd svavelsyra enligt uppgifterna för metod 2.1 (variant a) i tabell 1. Tillsätt en lämplig mängd av den indikatorlösning som valts (enl. 4.11.1 eller 4.11.2) och till sist så mycket vatten att totalmängden blir minst 50 ml. Kylarens förlängningsrör måste nå ner under lösningens yta.

Överför en lämplig alikvot av den klara lösningen enligt tabell 1 till destillationskärlet med en precisionspipett.

Tillsätt så mycket vatten att totalmängden blir ca 350 ml (se anmärkning 1), 10 g Arnds legering (4.9), 50 ml magnesiumkloridlösning (4.10) och några korn pimpsten (4.12). Anslut snabbt kolven till destillationsapparaten. Värm försiktigt i 30 minuter. Öka sedan uppvärmningen så att ammoniaken destilleras av. Fortsätt destillationen i ungefär en timme. Efter denna tid bör restmaterialet i kolven ha en sirapsliknande konsistens. När destillationen är avslutad titrerar man syraöverskottet i förlaget enligt den procedur som beskrivs för metod 2.1.

Anmärkning 1

När provlösningen är sur [tillsats av 20 ml HCl (1 + 1) (4.1) för att lösa upp provet] skall den alikvot som tas ut för analys neutraliseras på följande sätt: Tillsätt ungefär 250 ml vatten, och den mängd som behövs av en av indikatorerna (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) till destillationskolven som innehåller den uttagna delen och skaka omsorgsfullt.

Neutralisera med 2 N natriumhydroxidlösning (4.8) och syrsätt igen med en droppe saltsyra (1 + 1) (4.1). Fortsätt sedan enligt anvisningarna i 7.2 (andra raden).

7.3 **Blindtest**

Utför ett blindtest under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera före analysen att utrustningen fungerar riktigt och att rätt teknik används med hjälp av en nyligen beredd lösning av natriumnitrat (4.13) som innehåller 0,050–0,150 g kväve som nitrat, beroende på vilken variant som valts.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Se metod 2.2.1, enligt Ulsch

*Metod 2.2.3*

*BESTÄMNING AV KVÄVE SÅSOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT DEVARDA*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av kväve såsom nitrat och ammoniak med reduktion enligt Devarda (modifierad för var och en av varianterna a, b och c).

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Se metod 2.2.1.

3. PRINCIP

Reduktion av nitrater och nitriter till ammoniak i en starkt basisk lösning med hjälp av en metallegering som innehåller 45 % Al, 5 % Zn och 50 % Cu (Devardas legering). Destillation av ammoniak och bestämning av den bildade mängden i en känd mängd ställd svavelsyralösning. Titrering av svavelsyraöverskottet med en ställd lösning av natriumhydroxid eller kaliumhydroxid.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Utspädd saltsyra: En del HCl (d = 1,18) plus en del vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a.

4.4 Svavelsyra: 0,2 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.6 Svavelsyra: 0,5 N

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.8 Devardas legering pro analysi

Pulveriserad så att 90–100 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,25 och 50–75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,075.

Förförpackade flaskor med högst 100 g rekommenderas.

4.9 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33) ammoniakfri.

4.10 Indikatorlösningar

4.10.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.10.2 Metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll till 100 ml med vatten och filtrera om så behövs.

Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.11 Etanol, 95–96 %-ig.

4.12 Natriumnitrat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.1.

5.1 Destillationsutrustning bestående av en rundkolv av lämplig kapacitet ansluten till en kylare via ett destillationsrör med droppfångare, dessutom försedd med en bubbelfälla på förlaget för att förhindra varje förlust av ammoniak.

Den typ av apparat som godkänts för denna bestämning visas med alla konstruktionsdetaljer i fig. 5.

5.2 Pipetter på 10, 20, 25, 50, 100 och 200 ml.

5.3 En mätkolv på 500 ml.

5.4 En roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen för analys.**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak"

7.2 **Analys av lösningen**

Den mängd kväve som ammoniak som är närvarande i den uttagna alikvoten av lösningen får inte överskrida maximikvantiteten enligt tabell 1.

Placera, beroende på vilken variant som väljs, i förlaget en exakt uppmätt mängd ställd svavelsyra enligt tabell 1. Tillsätt en lämplig mängd av den valda indikatorlösningen (4.10.1 eller 4.10.2) och tillsätt till sist vatten så att volymen blir minst 50 ml. Kylarens förlängningsrör måste nå ner under lösningens yta. Fyll på destillerat vatten i bubbelfällan.

Tag med precisionspipett en alikvot av lösningen enligt tabell 1 för metod 2.1. Placera den i destillationskolven.

Tillsätt så mycket vatten i destillationskolven att det blir en total volym på 250 à 300 ml, 5 ml etanol (4.11) och 4 g Devardas legering (4.8). (Se anmärkning 2.)

Slutligen tillsätts ungefär 30 ml 30%-ig natriumhydroxidlösning (4.9) under iakttagande av de försiktighetsmått som krävs för att förhindra förlust av ammoniak och för syralösliga prov dessutom så mycket som behövs för att neutralisera den mängd saltsyra (4.1) som förekommer i den uttagna alikvoten. Anslut destillationskolven till utrustningen och se till att alla anslutningar är täta. Skaka kolven noga för att blanda innehållet.

Värm försiktigt, så att väteutvecklingen påtagligt minskar under ungefär en halvtimme och vätskan börjar koka. Fortsätt destilleringen med högre värme, så att minst 200 ml vätska destillerar på ungefär 30 min (låt inte destillationen pågå i mer än 45 min).

När destillationen är avslutad lossar man förlaget från destillationsapparaten, sköljer omsorgsfullt förlängningsröret och bubbelfällan och samlar sköljvätskan i titreringsflaskan. Titrera överskottet av syra enligt beskrivningen för metod 2.1.

Anmärkning 2

När det förekommer kalciumsalter såsom kalciumnitrat och kalciumammoniumnitrat, måste man förhindra bildning av Ca(OH)2 genom att före destillationen tillsätta 0,700 g natriumfosfat ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) för varje gram i den uttagna delen av provet.

7.3 **Blindtest**

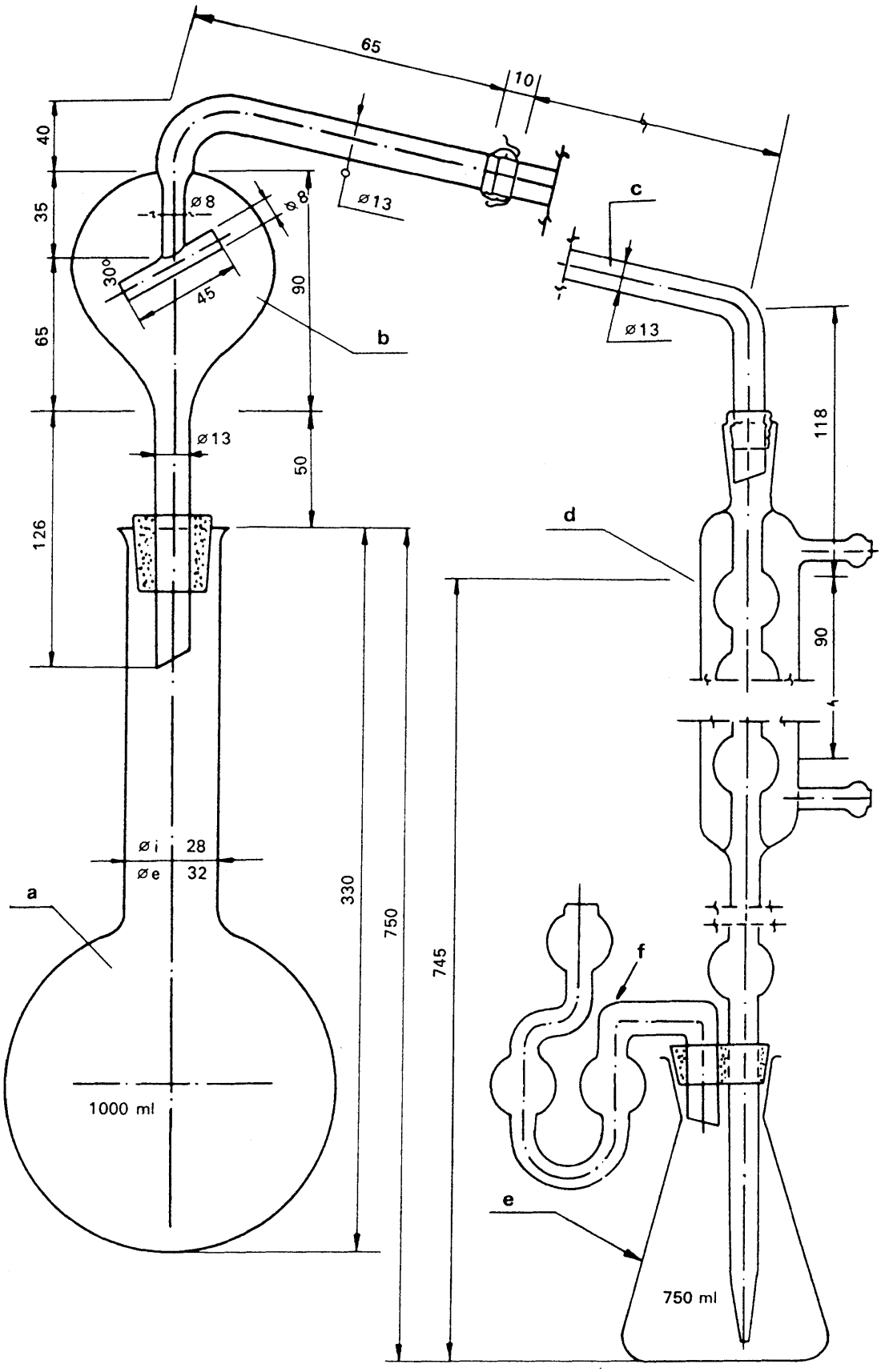
Gör ett blindtest under samma förutsättningar och ta hänsyn till detta vid beräkningen av de slutliga resultaten.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera innan analysen utförs att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används på rätt sätt och använd därvid en del av en nyligen beredd ammoniumsulfatlösning (4.12) som innehåller den maximala kvävehalt som föreskrivits för den valda varianten (0,050–0,150 g).

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Se metod 2.2.1.


65
10
40
35
65
126
ø8
ø8
ø13
30°
45
90
b
ø13
50
330
750
745
ø i 28
ø e 32
a
1000 ml
c
ø13
118
d
90
f
e
750 ml

*Figur 5*

**Förklaring till figur 5**

a) Långhalsad 750 ml-rundkolv (1000 ml) med utkragad mynning.

b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning, nr 18, vid utloppet.

c) Böjt rör med kulslipning, nr 18, vid inloppet och en droppkon vid utloppet (en lämplig gummianslutning kan användas i stället för kulslipningen).

d) Allihnkylare (sex kulor) och ett förlängningsrör monterat på en gummipropp som håller bubbelfällan.

e) 750 ml-kolv som förlag.

f) Bubbelfälla för att förhindra ammoniakförlust.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

*Metod 2.3*

BESTÄMNING AV KVÄVE TOTALT

*Metod 2.3.1*

*BESTÄMNING AV DEN TOTALA FÖREKOMSTEN AV KVÄVE I NITRATFRI KALCIUMCYANAMID*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av den totala förekomsten av kväve i nitratfri kalciumcyanamid.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Uteslutande för kalciumcyanamid (nitratfri).

3. PRINCIP

Efter uppslutning enligt Kjeldahl drivs bildat ammoniak-kväve ut med natriumhydroxid, samlas upp och analyseras i ställd svavelsyralösning.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Utspädd svavelsyra (d = 1,54): en del svavelsyra (d = 1,84) och en del vatten.

4.2 Kaliumsulfat, pro analysi.

4.3 Kopparoxid (CuO): 0,3 till 0,4 g för varje bestämning eller en motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, mellan 0,95 och 1,25 g för varje bestämning.

4.4 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33), ammoniakfri

4.5 Svavelsyra: 0,1 N

4.6 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a (metod 2.1).

4.7 Svavelsyra: 0,2 N

4.8 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.9 Svavelsyra: 0,5 N

4.10 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.11 Indikatorlösningar.

4.11.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll på så att det blir en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.11.2 Metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll till 100 ml med vatten. Filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.12 Koksten: pimpstenskorn som tvättas i saltsyra och kalcineras.

4.13 Kaliumtiocyanat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

5.2 Långhalsad Kjeldahlkolv av lämplig storlek.

5.3 Pipetter på 50, 100 och 200 ml.

5.4 En 250 ml-mätkolv.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen**

Väg 1 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i Kjeldahlkolven. Tillsätt 50 ml utspädd svavelsyra (4.1), 10 till 15 g kaliumsulfat (4.2) och den föreskrivna katalysatorn (4.3). Värm långsamt för att driva ut vattnet, koka försiktigt i två timmar, låt svalna och späd med 100–150 ml vatten. Låt åter svalna, överför suspensionen kvantitativt till en mätkolv på 250 ml, fyll på vatten så att den blir full, skaka och filtrera med ett torrt filter till en torr kolv.

7.2 **Analys av lösningen**

Överför med pipett 50, 100 eller 200 ml av den erhållna lösningen, beroende på vilken variant som har valts (se metod 2.1) och destillera ammoniaken enligt beskrivningen för metod 2.1 med tillsats av så mycket NaOH-lösning (4.4) att det blir ett ordentligt överskott.

7.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera innan analysen utförs att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används rätt genom att använda en alikvot av en ställd kaliumtiocyanatlösning (4.13) med ungefär samma kvävekoncentration som provet.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa resultatet som den procentuella andelen kväve (N) i det gödselmedel som mottagits för analys.

Variant a: % N = (50 – A) x 0,7

Variant b: % N = (50 – A) x 0,7

Variant c: % N = (35 – A) x 0,875

*Metod 2.3.2*

*BESTÄMNING AV TOTAL FÖREKOMST AV KVÄVE I KALCIUMCYANAMID SOM INNEHÅLLER NITRATER*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av den totala förekomsten av kväve i kalciumcyanamid som innehåller nitrat.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden är tillämplig på kalciumcyanamid som innehåller nitrater.

3. PRINCIP

Kjeldahls metod kan inte direkt tillämpas på kalciumcyanamider som innehåller nitrater. Av detta skäl reduceras kväve som nitrat till ammoniak med metalliskt järn och tenn(II)klorid före Kjeldahluppslutningen.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Svavelsyra (d = 1,84).

4.2 Pulveriserat järn, reducerat i väte.

4.3 Kaliumsulfat, finpulveriserat, pro analysi.

4.4 Svavelsyra: 0,1 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a (se metod 2.1).

4.6 Svavelsyra: 0,2 N

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.8 Svavelsyra: 0,5 N

4.9 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.10 Indikatorlösningar

4.10.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll på till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.10.2 Metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på till 100 ml med vatten och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.11 Lösning av tenn(II)klorid

Lös 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ i 400 ml koncentrerad saltsyra (d = 1,18) och fyll till en liter med vatten. Lösningen måste vara fullständigt klar och skall beredas omedelbart före användningen. Kom ihåg att kontrollera tenn(II)kloridens reduceringsförmåga.

Anmärkning

Lös 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ i 2 ml koncentrerad saltsyra (d = 1,18) och fyll till 50 ml med vatten. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och så mycket natriumbikarbonat som behövs för att lösningen skall reagera basiskt vid ett prov med lackmus.

Titrera med 0,1 N jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.

1 ml jodlösning 0,1 N motsvarar 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Minst 80 % av allt tenn i en lösning som beretts på detta sätt måste vara i tvåvärd form. För titreringen bör man använda minst 35 ml jodlösning 0,1 N.

4.12 En lösning av natriumhydroxid innehållande ungefär 30 % NaOH (d = 1,33), ammoniakfri.

4.13 En standardlösning av nitrat-ammoniak.

Väg in 2,5 g kaliumnitrat, pro analysi och 10,16 g ammoniumsulfat, pro analysi och placera dem i en 250 ml-mätkolv. Lös i vatten och fyll på till 250 ml. 1 ml av denna lösning innehåller 0,01 g kväve.

4.14 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.3.1.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen**

Väg 1 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till Kjeldahlkolven. Tillsätt 0,5 g pulvriserat järn (4.2) och 50 ml tenn(II)kloridlösning (4.11), rör om och låt stå i en halvtimme. Rör om igen efter 10 och 20 minuter under denna tid. Tillsätt sedan 10 g kaliumsulfat (4.3) och 30 ml svavelsyra (4.1). Koka och låt processen fortsätta i en timme efter det att vita ångor har börjat bildas. Låt svalna och späd med 100 à 150 ml vatten. Överför kvantitativt lösningen till en 250 ml-mätkolv, låt svalna och fyll på vatten, rör om och filtrera genom ett torrt filter till en torr behållare. I stället för att tappa av suspensionen med hävert för att tillämpa variant a, b eller c i metod 2.1 kan man också direkt destillera av det kväve som förekommer som ammoniak i denna lösning efter att ha tillsatt så mycket natriumhydroxid att det blir ett stort överskott (4.12).

7.2 **Analys av lösningen**

Överför med en pipett 50, 100 eller 200 ml av den erhållna lösningen enligt variant a, b eller c i metod 2.1. Destillera ammoniaken enligt den process som beskrivits för metod 2.1 och se till att destillationskolven innehåller så mycket natriumhydroxidlösning (4.12) att det blir ett ordentligt överskott.

7.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera innan analysen utförs att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används rätt med hjälp av en standardlösning innehållande kväve som ammoniak och nitrat i mängder som är jämförbara med de mängder cyanamid och nitrat som finns i den nitratinnehållande kalciumcyanamiden.

För detta ändamål placerar man 20 ml av standardlösningen (4.13) i Kjeldahlkolven.

Utför analysen enligt den metod som beskrivs i 7.1 och 7.2.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa resultatet som den procentuella andelen kväve (N) i det gödselmedel som mottagits för analys.

Variant a: % N = (50 – A) x 0,7

Variant b: % N = (50 – A) x 0,7

Variant c: % N = (35 – A) x 0,875

*Metod 2.3.3*

*BESTÄMNING AV TOTAL FÖREKOMST AV KVÄVE I UREA*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas för bestämning av allt kväve som totalt förekommer i urea.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden används uteslutande för nitratfria gödselmedel av urea.

3. PRINCIP

Urea omvandlas kvantitativt till ammoniak genom kokning i närvaro av svavelsyra. Den ammoniak som erhålls på detta sätt destilleras från en basisk lösning och destillatet samlas upp i ett överskott av ställd svavelsyra. Syraöverskottet titreras med en ställd basisk lösning.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Koncentrerad svavelsyra (d = 1,84).

4.2 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 % NaOH (d = 1,33), ammoniakfri

4.3 Svavelsyra: 0,1 N

4.4 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

} för variant a (se metod 2.1).

4.5 Svavelsyra: 0,2 N

4.6 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N

} för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.7 Svavelsyra: 0,5 N

4.8 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N

} för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.9 Indikatorlösningar.

4.9.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.9.2 Lösning av metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol och fyll till 100 ml med vatten. Filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.10 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

4.11 Urea pro analysi.

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

5.2 Mätkolv på 500 ml.

5.3 Pipetter på 25, 50 och 100 ml.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen**

Väg in 2,5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i en 300 ml-Kjeldahlkolv och fukta med 20 ml vatten. Tillsätt 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.1), och lägg i några glaspärlor för dämpning. För att förhindra stänk placeras en glastratt med långt skaft i kolvens hals. Värm upp, först långsamt, och öka sedan värmen tills vita ångor börjar utvecklas (efter 30–40 minuter).

Låt svalna och späd med 100–150 ml vatten. Överför kvantitativt till en 500 ml-mätkolv och häll bort eventuell bottensats. Låt svalna till rumstemperatur. Fyll på vatten så att kolven fylls och filtrera om så behövs genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.2 **Analys av lösningen**

Överför med en precisionspipett 25, 50 eller 100 ml av den erhållna vätskan till destillationskolven, beroende på vilken variant som har valts (se metod 2.1). Destillera ammoniak enligt beskrivningen i metod 2.1 och tillsätt så mycket NaOH (d = 1,33) (4.2) till destillationskolven som behövs för att ge ett ordentligt överskott.

7.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Kontrollera före analysen att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används rätt med hjälp av en lika stor andel nyberedd urealösning (4.11).

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa resultatet som procenthalt kväve (N) i det gödselmedel som har mottagits för analys.

Variant a: % N = (50 – A) x 1,12

Variant b: % N = (50 – A) x 1,12

Variant c: % N = (35 – A) x 1,40

*Metod 2.4*

*BESTÄMNING AV KVÄVE SOM CYANAMID*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av kväve som cyanamid.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Kalciumcyanamid och blandningar av kalciumcyanamid och nitrat.

3. PRINCIP

Kväve som förekommer som cyanamid fälls ut som ett silverkomplex och bestäms i fällningen med Kjeldahls metod.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och alla kvävehaltiga föreningar.

4.1 Ättiksyra.

4.2 Ammoniaklösning innehållande 10 % (viktprocent) ammoniakgas (d = 0,96).

4.3 Ammoniakalisk silverlösning (Tollens reagens).

Blanda 500 ml 10 %-ig silvernitratlösning ($AgNO_3$) och vatten med 500 ml 10 %-ig ammoniak (4.2).

Utsätt inte lösningen för ljus, värme eller luft i onödan. Lösningen håller sig vanligtvis i flera år. Så länge lösningen fortfarande är klar är reagenset av god kvalitet.

4.4 Koncentrerad svavelsyra (d = 1,84).

4.5 Kaliumsulfat, pro analysi.

4.6 Kopparoxid (CuO), 0,3–0,4 g för varje bestämning, eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, från 0,95 till 1,25 g för varje bestämning.

4.7 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33) ammoniakfri.

4.8 Svavelsyra: 0,1 N.

4.9 Lösning av natriumhydroxid eller kaliumhydroxid: 0,1 N.

4.10 Indikatorlösningar.

4.10.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.10.2 Lösning av metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml av 95 % etanol. Fyll till 100 ml med vatten och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.11 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

4.12 Kaliumtiocyanat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

5.2 En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

5.3 Långhalsad Kjeldahlkolv av lämplig kapacitet (300 till 500 ml).

5.4 En 50 ml-pipett.

5.5 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Säkerhetsåtgärder**

Vid arbete med ammoniakalisk silverlösning måste man använda skyddsglasögon. Så snart det börjar bildas en tunn hinna på ytan kan en explosion inträffa vid omrörning. Arbeta därför med största varsamhet.

7.2 **Beredning av lösningen för analys**

Väg in 2,5 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en liten glasmortel. Finfördela provet i vatten tre gånger efter varandra och häll varje gång av vattnet i en 500 ml-Stohmannkolv. Överför kvantitativt provet till Stohmannkolven, tvätta morteln, mortelstöten och tratten med vatten. Fyll på vatten så att det blir ungefär 400 ml. Tillsätt 15 ml ättiksyra (4.1) och låt skaka i den roterande skakapparaten (5.5) i två timmar 30–40 varv/minut.

Fyll till 500 ml med vatten, blanda och filtrera.

Analysen måste utföras så snabbt som möjligt.

7.3 **Analys av lösningen**

Överför 50 ml av filtratet till en 250 ml-bägare.

Tillsätt ammoniaklösning (4.2) tills blandningen är lätt alkalisk och tillsätt 30 ml uppvärmd ammoniakalisk silvernitratlösning (4.3) för att fälla ut cyanamidens gula silverförening.

Låt provet stå till nästa dag, filtrera och tvätta fällningen med kallt vatten tills den är helt fri från ammoniak.

Placera filtret och den alltjämt fuktiga fällningen i en Kjeldahlkolv, tillsätt 10–15 g kaliumsulfat (4.5), katalysator (4.6) i föreskriven mängd och därefter 50 ml vatten och 25 ml koncentrerad svavelsyra (4.4).

Värm långsamt upp kolven under varsam skakning tills innehållet börjar koka. Öka värmen och låt koka tills kolvens innehåll blir färglöst eller blekt grönt.

Fortsätt kokningen i en timme och låt sedan kolvens innehåll svalna.

Överför vätskan kvantitativt från Kjeldahlkolven till destillationskolven, tillsätt lite koksten i form av några pimpstenskorn (4.11) och fyll på vatten så att det blir totalt ca 350 ml. Blanda och låt svalna.

Destillera ammoniaken enligt metod 2.1, variant a och tillsätt så mycket NaOH-lösning (4.7), att det blir ett stort överskott.

7.4 **Blindtest**

Gör ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

7.5 **Kontrolltest**

Kontrollera innan analysen utförs, att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används rätt genom att använda en lika stor del ställd kaliumtiocyanatlösning (4.12), motsvarande 0,05 g kväve.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa resultatet som den procentuella andelen kväve som cyanamid i det gödselmedel som har mottagits för analys.

$\% N = (50 - A) \times 0{,}56$

*Metod 2.5*

*SPEKTROFOTOMETRISK BESTÄMNING AV BIURET I UREA*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av biuret i urea.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden gäller enbart för urea.

3. PRINCIP

I alkalisk lösning bildar biuret och tvåvärd koppar en violett kopparförening i närvaro av kaliumnatriumtartrat. Lösningens optiska täthet mäts vid en våglängd på ca 546 nm (nanometer).

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och ammoniak. Vattnets kvalitet är särskilt viktig för denna bestämning.

4.1 Metanol.

4.2 Svavelsyralösning, ca 0,1 N.

4.3 Natriumhydroxidlösning, ca 0,1 N.

4.4. Alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat.

Lös 40 g natriumhydroxid i 500 ml vatten i en enliters mätkolv och låt svalna. Tillsätt 50 g kaliumnatriumtartrat ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). Fyll på vatten till litermärket. Låt lösningen stå i ett dygn innan den används.

4.5 Kopparsulfatlösning

Lös 15 g kopparsulfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) i 500 ml vatten i en enliters mätkolv. Fyll på vatten till litermärket.

4.6 Standardlösning av biuret, som används direkt efter beredningen

Lös 0,25 g ren biuret(1) i vatten i en mätkolv på 250 ml. Fyll på så att det blir 250 ml. 1 ml av denna vätska innehåller 0,001 g biuret.

4.7 Indikatorlösning

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol i en mätkolv på 100 ml och fyll på vatten så att det blir 100 ml. Filtrera om något olöst material återstår.

5. UTRUSTNING

5.1 Spektrofotometer eller fotometer med filter med en känslighet och noggrannhet som reproducerar mätningar vid T mindre än 0,5 %(2).

5.2 Mätkolvar på 100, 250 och 1000 ml.

5.3 Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25 och 50 ml eller en 25 ml-byrett med 0,05 ml-gradering.

5.4 En 250 ml-bägare.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Uppritning av standardkurva**

Överför alikvoter av den ställda biuretlösningen (4.6) på 0, 2, 5, 10, 20, 25 och 50 ml till en serie på sju mätkolvar på 100 ml. Fyll på vatten så att det blir ungefär 50 ml, tillsätt 1 droppe indikatorlösning (4.7) och neutralisera om så behövs med svavelsyra 0,1 N (4.2). Rör i 20 ml alkalisk tartratlösning (4.4) och därefter 20 ml kopparsulfatlösning (4.5).

(1) Biuret kan renas i förväg genom tvättning med ammoniaklösning (10 %), därefter med aceton och torkning i vacuum.
(2) Se punkt 9 "Tillägg".

Anmärkning

Dessa lösningar måste doseras med två precisionsbyretter eller ännu hellre med pipetter.

Fyll på destillerat vatten, så att det blir 100 ml, blanda och låt stå i 15 minuter vid 30 ±2 °C.

Använd "0"-lösningen av biuret som referens och mät varje lösnings absorbans vid en våglängd på ca 546 nm med celler av lämplig tjocklek.

Rita upp kalibreringskurvan med absorbansvärdena på ordinatan(1) och motsvarande mängder biuret i mg på abskissan.

7.2 **Beredning av den lösning som skall analyseras**

Väg in 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g, lös i ca 150 ml vatten i en 250 ml-mätkolv och fyll till märket. Filtrera vid behov.

Anmärkning 1

Om det prov som skall analyseras innehåller mer än 0,015 g kväve som ammoniak, skall det lösas upp i 50 ml metanol (4.1) i en 250 ml-bägare. Reducera genom avdunstning till en volym på ca 25 ml. Överför kvantitativt till en 250 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten. Filtrera vid behov genom ett torrt veckat filter till en torr behållare.

Anmärkning 2

Eliminering av opalescensen: Om något kolloidalt ämne är närvarande kan det uppstå problem vid filtreringen. I så fall bereds analyslösningen på följande sätt: Lös analysprovet i 150 ml vatten, tillsätt 2 ml saltsyra (1 N) och filtrera lösningen genom två mycket fina filter till en 250 ml-mätkolv. Tvätta filtren med vatten och fyll kolven med vatten. Fortsätt processen enligt den metod som beskrivs i 7.3, "Analys".

7.3 **Analys**

Överför 25 eller 50 ml (beroende på antagen biurethalt) från den lösning som nämns i 7.2 med en pipett till en 100 ml-mätkolv, neutralisera vid behov med en 0,1 N reagens (4.2 eller 4.3) med metylrött som indikator och tillsätt 20 ml alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat (4.4) och 20 ml av kopparlösningen (4.5) med samma noggrannhet som när standardkurvan ritades upp. Fyll på vatten till full volym, blanda noga och låt stå i 15 minuter vid 30 ±2 °C.

Utför sedan de fotometriska mätningarna och beräkna mängden biuret i urean.

(1) Se punkt 9, "TILLÄGG".

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Avläs halten biuret från standardkurvan, där "C" är vikten i mg och "V" är den uttagna alikvotens volym:

$$\% \text{ biuret} = \frac{C \times 2{,}5}{V}$$

9. TILLÄGG

Om "Jo" är intensiteten i en monokromatisk stråle (vid en viss våglängd) innan den passerar genom en transparent kropp och "J" är strålens intensitet efter passagen, blir:

— transmissionsfaktorn: $T = \frac{J}{Jo}$

— graden av ogenomskinlighet, "opacitet": $O = \frac{Jo}{J}$

— optisk täthet: $E = \log C$

— optisk täthet per längdenhet i ljuspassagen $k = \frac{E}{s}$

— koefficient för specifik optisk täthet $K = \frac{E}{c \times s}$

då:

s = skiktets tjocklek i cm

c = koncentration i milligram per liter

k = specifik faktor för varje substans enligt Lambert-Beers lag

*Metod 2.6*

*BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE I SAMMA PROV*

*Metod 2.6.1*

*BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE I SAMMA PROV I GÖDSELMEDEL SOM INNEHÅLLER KVÄVE SOM NITRAT, AMMONIAK, UREA OCH CYANAMID*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av varje form av kväve i närvaro av varje annan form.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Varje gödselmedel enligt direktiv 76/116/EEG som innehåller kväve i olika former.

3. PRINCIP

3.1 **Totalt lösligt och olösligt kväve**

Enligt listan över standardgödselmedel (bilaga 1 till direktiv 76/116/EEG) gäller denna bestämning produkter som innehåller kalciumcyanamid.

3.1.1 Om inga nitrater förekommer, mineraliseras provet genom direkt Kjeldahluppslutning.

3.1.2 Om nitrater förekommer i provet, mineraliseras det genom Kjeldahluppslutning efter reduktion med hjälp av metalliskt järn och tenn(II)klorid.

I båda fallen bestäms ammoniaken enligt metod 2.1.

Anmärkning

Om analysen visar att halten av olösligt kväve är högre än 0,5 %, kan man dra slutsatsen att gödselmedlet innehåller andra former av olösligt kväve som inte finns med i listan i direktiv 76/116/EEG.

3.2 **Former av lösligt kväve**

Nedanstående bestäms ur olika alikvoter som tas från samma provlösning:

3.2.1 Totalt lösligt kväve

3.2.1.1 i frånvaro av nitrater genom direkt Kjeldahluppslutning

3.2.1.2 i närvaro av nitrater, genom Kjeldahluppslutning av en alikvot som tas från lösningen efter reduktion enligt Ulsch, varvid ammoniaken i båda fallen bestäms enligt metod 2.1.

3.2.2 Total mängd lösligt kväve utom kväve som nitrat genom Kjeldahluppslutning efter eliminering av kväve som nitrat i sur lösning med järnsulfat, varvid ammoniaken bestäms enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.2.3 Kväve som nitrat genom skillnadsbestämning:

3.2.3.1 i frånvaro av kalciumcyanamid mellan 3.2.1.2 och 3.2.2 eller mellan total mängd lösligt kväve (3.2.1.2) och summan av kväve som ammoniak och organiskt kväve som urea (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2 vid förekomst av kalciumcyanamid, mellan 3.2.1.2 och 3.2.2 eller mellan 3.2.1.2 och summan av 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6.

3.2.4 Kväve som ammoniak:

3.2.4.1 enbart vid förekomst av kväve som ammoniak eller ammoniak plus nitrat, genom att använda metod 1,

3.2.4.2 vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid genom kalldestillation efter lätt alkalisering, varvid ammoniaken absorberas i en standardlösning av svavelsyra enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.2.5 Kväve som urea:

3.2.5.1 genom omvandling med urea till ammoniak, som titreras med en ställd saltsyrelösning,

eller

3.2.5.2 gravimetriskt med xanthydrol: utfälld biuret kan räknas med kväve som urea utan större fel eftersom innehållet i allmänhet förblir lågt i absolut värde i sammansatta gödselmedel,

eller

3.2.5.3 genom skillnadsbestämning enligt följande tabell:

| Fall | Kväve som nitrat | Kväve som ammoniak | Kväve som cyanamid | Skillnad |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Saknas | Finns | Finns | (3.2.1.1) - (3.2.4.2+3.2.6) |
| 2 | Finns | Finns | Finns | (3.2.2) - (3.2.4.2+3.2.6) |
| 3 | Saknas | Finns | Saknas | (3.2.1.1) - (3.2.4.2) |
| 4 | Finns | Finns | Saknas | (3.2.2) - (3.2.4.2) |

3.2.6 Kväve som cyanamid genom fällning som silverförening varvid kvävet i fällningen bestäms med Kjeldahls metod.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Kaliumsulfat, pro analysi.

4.2 Pulvriserat järn, som reducerats med väte (föreskriven mängd järn måste kunna reducera minst 50 g kväve som nitrat).

4.3 Kaliumtiocyanat, pro analysi.

4.4 Kaliumnitrat, pro analysi.

4.5 Ammoniumsulfat, pro analysi.

4.6 Urea, pro analysi.

4.7 Utspädd svavelsyra i förhållandet 1:1 (volym).

4.8 Ställd svavelsyralösning: 0,2 N

4.9 Koncentrerad lösning av natriumhydroxid. Vattenhalt ca 30 % (vikt/volym) NaOH, ammoniakfri.

4.10 Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,2 N, karbonatfri.

4.11 Tenn(II)kloridlösning

Lös 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ i 400 ml koncentrerad saltsyra (d = 1,18) och fyll på vatten så att det blir en liter. Lösningen måste vara absolut klar och skall beredas omedelbart före användning.

Anmärkning

Det är viktigt att man kontrollerar tenn(II)kloridens reduceringsförmåga. Lös 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ i 2 ml koncentrerad saltsyra (d = 1,18) och fyll på vatten så att det blir 50 ml. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och därefter så mycket natriumbikarbonat som krävs för att lösningen skall ge alkaliskt utslag på lackmuspapper.

Titrera med en 0,1 N jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.

1 ml 0,1 N jodlösning motsvarar 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Minst 80 % av allt tenn i denna lösning måste vara i tvåvärd form. För titreringen måste man därför använda minst 35 ml av 0,1 N-jodlösningen.

4.12 Svavelsyra (d = 1,84).

4.13 Utspädd saltsyra 1:1 (volym).

4.14 Ättiksyra: 96 till 100 %.

4.15 Lösning av svavelsyra, innehållande ungefär 30 % $H_2SO_4$ (vikt/volym).

4.16 Järnsulfat i kristallin form: $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4.17 Ställd svavelsyralösning: 0,1 N.

4.18 Oktylalkohol.

4.19 Mättad kaliumkarbonatlösning.

4.20 Ställd lösning av natrium- eller kaliumhydroxid: 0,1 N (karbonatfri).

4.21 Mättad bariumhydroxidlösning.

4.22 Natriumkarbonatlösning: 10 % (vikt/volym).

4.23 Saltsyra: 2 N.

4.24 Ställd saltsyrelösning: 0,1 N.

4.25 Ureaslösning

Tillsätt 0,5 g aktiv ureas till 100 ml destillerat vatten. Justera pH-värdet till 5,4 med 0,1 N saltsyra (4,24), varvid värdet mäts med en pH-mätare.

4.26 Xanthydrol

Lösning på 5 % i etanol eller metanol (4.31) (använd inte produkter som ger en hög andel olösligt material). Lösningen kan förvaras i tre månader, väl ljusskyddad i en väl tillsluten flaska.

4.27 Kopparoxid (CuO): 0,3–0,4 g per bestämning eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, 0,95–1,25 g per bestämning.

4.28 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

4.29 Indikatorlösningar.

4.29.1 Blandindikatorlösning

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll på så att det blir en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar) av denna indikatorlösning.

4.29.2 Metylröttindikatorlösning

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på vatten så att det blir 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.30 Indikatorpapper

Lackmuspapper, bromtymolblått (eller andra papper som kan registrera pH mellan 6 och 8).

4.31 Etanol eller metanol: lösning 95 %.

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning

Se metod 2.1.

5.2 Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak enligt analysteknik 7.2.5.3 (se fig. 6).

Utrustningen består av ett specialformat kärl med hals av slipat glas, en sidohals, ett anslutningsrör med droppfångare och ett vinkelrätt böjt rör för luftinsläpp. Rören kan anslutas till kärlet med en enkel genomborrad gummipropp. Det är viktigt att ändarna på rören för luftinsläpp är utformade på lämpligt sätt, eftersom gasbubblorna måste bli jämnt fördelade i lösningarna i kärlet och absorptionskärlet. Det bästa arrangemanget är små, svampformade rörändar med en ytterdiameter på 20 mm och med sex 1-mm hål runt periferin.

5.3 Utrustning för bestämning av kväve som urea enligt ureastekniken (7.2.6.1)

Den består av en Erlenmeyerkolv på 300 ml med en separationstratt och ett litet absorptionskärl (se fig. 7).

5.4 Roterande skakapparat (35–40 varv i minuten).

5.5 En pH-mätare.

5.6 Justerbar ugn.

5.7 Utrustning av glas:

— Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25, 50 och 100 ml

— långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar

— mätkolvar på 100, 250, 500 och 1000 ml

— deglar av sintrat glas, pordiameter 5–15 μm

— mortlar.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. ANALYSTEKNIK

7.1 **Lösligt och olösligt kväve totalt**

7.1.1 *Utan nitrater*

7.1.1.1 **Uppslutning**

Väg in en mängd av provet som innehåller högst 100 mg kväve (noggrannhet 0,001 g). Placera den i destillationskolven (5.1.). Tillsätt 10 till 15 g kaliumsulfat (4.1), katalysatorn (4.27) och några pimpstenskorn (4.28). Tillsätt sedan 50 ml utspädd svavelsyra (4.7) och blanda omsorgsfullt. Värm först varsamt under långsam omrörning tills skumbildningen upphör. Värm sedan så att vätskan kommer i jämn kokning och håll den kokande i en timme efter det att lösningen har blivit klar och se till att ingen organisk substans fastnar längs kolvens sidor. Låt svalna. Tillsätt försiktigt ungefär 350 ml vatten under omrörning. Se till att upplösningen blir så fullständig som möjligt. Låt svalna och anslut kolven till destillationsapparaten (5.1).

7.1.1.2 **Destillation av ammoniak**

Överför med en precisionspipett 50 ml ställd 0,2 N svavelsyralösning (4.8) till förlaget. Tillsätt indikatorlösning (4.29.1 eller 4.29.2). Se till att kylarens spets är minst 1 cm under lösningens yta.

Vidta de försiktighetsåtgärder som behövs för att förhindra förlust av ammoniak och tillsätt försiktigt så mycket koncentrerad natriumhydroxidlösning (4.9) som behövs för att lösningen i destillationskolven skall bli starkt alkalisk (120 ml är vanligen tillräckligt), och gör en kontroll genom att tillsätta några droppar fenolftalein. Vid slutet av destillationen skall lösningen i kolven fortfarande vara klart alkalisk. Justera uppvärmningen av kolven, så att 150 ml destilleras på en halvtimme. Kontrollera med indikatorpapper (4.30) att destillationen är fullständig. Om så inte är fallet, destillera ytterligare 50 ml och upprepa provet tills det extra destillatet reagerar neutralt på indikatorpapperet (4.30). Sänk sedan förlaget, destillera ytterligare några ml och skölj av spetsen på kylaren. Titrera överskottet syra med en ställd 0,2 N kalium- eller natriumhydroxidlösning (4.10) tills indikatorn ändrar färg.

7.1.1.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest under samma betingelser och ta hänsyn till det vid beräkningen av slutresultatet.

7.1.1.4 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ N} = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxlösning för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) tillsätts förlaget med en pipett (5.1),

A = ml av en ställd natrium- eller kaliumhydroxidlösning 0,2 N, som används för analysen,

M = provets vikt i gram.

7.1.2 *Vid förekomst av nitrat*

7.1.2.1 **Prov**

Väg in en mängd av provet som inte innehåller mer än 40 mg kväve som nitrat (noggrannhet 0,001 g).

7.1.2.2 **Reduktion av nitratet**

Blanda provet med 50 ml vatten i en liten mortel. Överför det med en minimimängd destillerat vatten till en 500 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 5 g reducerat järn (4.2) och 50 ml tenn(II)kloridlösning (4.11). Skaka och låt stå i en halvtimme. Rör om efter 10 och efter 20 minuter.

7.1.2.3 **Kjeldahluppslutning**

Tillsätt 30 ml svavelsyra (4.12), 5 g kaliumsulfat (4.1), föreskriven mängd katalysator (4.27) och lite koksten (4.28). Värm försiktigt upp lösningen med kolven något lutande. Öka långsamt värmen och skaka lösningen ofta för att hålla blandningen suspenderad. Vätskan mörknar och klarnar sedan under bildning av en gulgrön, vattenfri suspension av järnsulfat. Fortsätt uppvärmningen i ytterligare 1 timme efter det att lösningen har klarnat. Låt den svalna. Ta försiktigt upp kolvens innehåll i lite vatten och tillsätt 100 ml vatten i små portioner. Blanda och överför kolvens innehåll till en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten upp till märket. Blanda. Filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.1.2.4 **Analys av lösningen**

Överför med pipett till destillationsapparatens kolv (5.1) en alikvot innehållande högst 100 mg kväve. Späd med destillerat vatten till ungefär 350 ml, tillsätt lite koksten (4.28), anslut flaskan till destillationsapparaten och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.1.2.5 **Blindtest**

Se 7.1.1.3

7.1.2.6 **Redovisning av resultatet**

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = antal ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.1.2.4.

## 7.2 Former av lösligt kväve

7.2.1 *Beredning av den lösning som skall analyseras*

Väg in 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och överför till en 500 ml-mätkolv.

7.2.1.1 **För gödselmedel som inte innehåller kväve som cyanamid**

Tillsätt 50 ml vatten i kolven och därefter 20 ml utspädd saltsyra (4.13). Skaka om och låt lösningen stå, tills utvecklingen av koldioxid har upphört. Tillsätt sedan 400 ml vatten och skaka i en halvtimme i en roterande skakapparat (5.4). Fyll på vatten till 500 ml, blanda och filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.2.1.2 **För gödselmedel som innehåller kväve som cyanamid**

Tillsätt 400 ml vatten i kolven och några droppar metylrött (4.29.2). Gör om så behövs lösningen sur med ättiksyra (4.14). Tillsätt 15 ml ättiksyra (4.14). Låt skaka i den roterande skakapparaten i två timmar (5.4). Upprepa om så behövs syrsättningen av lösningen genom att tillsätta mer ättiksyra (4.14) medan skakningen pågår. Fyll på vatten till 500 ml, blanda och filtrera omedelbart genom ett torrt filter till ett torrt kärl och bestäm omedelbart halten av kväve som cyanamid.

I båda fallen bestäms de olika lösliga formerna av kväve samma dag som lösningen bereds, först kväve som cyanamid och därefter kväve som urea om båda förekommer.

7.2.2 *Lösligt kväve totalt*

7.2.2.1 **Utan nitrat**

I en 300 ml-Kjeldahlkolv överförs med pipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 100 mg kväve. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.12), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.27) och några pimpstenskorn (4.28). Värm först upp långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor blir tydligt synliga. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.2 **Vid förekomst av nitrat**

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 40 mg kväve som nitrat till en 500 ml-Erlenmeyerkolv. I denna fas av analysen är totalmängden kväve inte väsentlig. Tillsätt 10 ml 30 %-ig svavelsyra (4.15), 5 g reducerat järn (4.2) och täck omedelbart över kolven med ett urglas. Värm försiktigt tills reaktionen kommer igång ordentligt utan att bli våldsam. Avsluta då uppvärmningen och låt kolven stå i minst tre timmar i rumstemperatur. Överför vätskan kvantitativt med vatten till en 250 ml-mätkolv, så att oupplöst järn blir kvar och fyll på vatten till märket. Blanda omsorgsfullt och överför med precisionspipett en alikvot innehållande högst 100 mg kväve till en 300 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.12), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.27) och några pimpstenskorn (4.28). Värm först upp långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.3 **Blindtest**

Se 7.1.1.3

7.2.2.4 **Redovisning av resultatet**

$$\% N = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet som utförs genom att 50 ml ställd 0,2 N svavelsyralösning (4.8) tillsätts i förlaget (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.2.2.1 eller 7.2.2.2.

7.2.3. *Totalt lösligt kväve med undantag av kväve som nitrat*

Överför med en precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) till en 300 ml-Kjeldahlkolv, varvid mängden ej får innehålla mer än 50 mg kväve som skall bestämmas. Späd med vatten till 100 ml, tillsätt 5 g järnsulfat (4.16), 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.1) och några pimpstenskorn (4.28). Värm först upp försiktigt och öka sedan värmen tills vita ångor kan skönjas. Fortsätt uppslutningen i 15 minuter. Avsluta då uppvärmningen, tillför kopparoxid (4.27) som katalysator och håll lösningen vid en sådan temperatur att vita ångor avges i ytterligare 10–15 minuter. Låt lösningen svalna och överför sedan kvantitativt innehållet i Kjeldahlkolven till apparatens destillationskolv (5.1). Späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.3.1 **Blindtest**

Se 7.1.1.3

7.2.3.2 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ N} = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) överförs till förlaget med en pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för bedömningen.

7.2.4 *Kväve som nitrat*

7.2.4.1 **Utan kalciumcyanamid**

Erhålls genom skillnaden mellan resultaten från 7.2.2.4 och 7.2.3.2 och mellan resultatet från 7.2.2.4 och summan som erhålls av resultaten från (7.2.5.2 eller 7.2.5.5) och (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6)

7.2.4.2 **Vid förekomst av kalciumcyanamid**

Erhålls genom skillnaden mellan resultaten från 7.2.2.4 och 7.2.3.2 och mellan resultatet från 7.2.2.4 och summan av resultaten från (7.2.5.5), (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6) och (7.2.7).

7.2.5 *Kväve som ammoniak*

7.2.5.1 **Endast närvaro av kväve som ammoniak och kväve som ammoniak plus nitrat**

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1) till destillationsapparatens kolv (5.1), innehållande högst 100 mg kväve som ammoniak. Tillsätt vatten så att det blir totalt ca 350 ml och några pimpstenskorn (4.28) för att underlätta kokningen. Anslut kolven till destillationsapparaten, tillsätt 20 ml natriumhydroxidlösning (4.9) och destillera enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.5.2 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ N (kväve som ammoniak)} = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) överförs till förlaget med en pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för bedömningen.

7.2.5.3 **Vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid**

Överför med precisionspipett till apparatens torra kolv (5.2) en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 20 mg kväve som ammoniak. Montera sedan upp utrustningen. Överför med pipett 50 ml ställd 0,1 N svavelsyralösning (4.17) till en 300 ml-Erlenmeyerkolv och så mycket destillerat vatten att vätskans yta kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets öppning. Häll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktylalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen.

Gör sedan lösningen alkalisk med 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.19) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. För detta erfordras en kraftig luftström (ca 3 liter per minut), som på förhand skall renas genom passering genom tvättflaskor som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man också arbeta i vacuum (vattensug), under förutsättning att inloppsröret är tillräckligt lufttätt anslutet till det kärl där ammoniaken samlas upp. Elimineringen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter tre timmar. Det är dock lämpligt att säkerställa detta genom att byta ut mottagarkolven. När detta är klart skiljer man kolven från utrustningen och sköljer spetsen på röret och kolvens sidor med lite destillerat vatten. Titrera överskottet syra med en ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.20) tills indikatorn gråfärgas (4.29.1).

7.2.5.4 **Blindtest**

Se 7.1.1.3

7.2.5.5 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ N (kväve som ammoniak)} = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{M}$$

där:

a = ml av en ställd 0,1 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom överföring av 50 ml ställd svavelsyralösning 0,1 N (4.17) med en pipett till apparatens Erlenmeyerkolv (5.2),

A = ml av en ställd 0,1 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

7.2.6 *Kväve som urea*

7.2.6.1 **Ureasmetoden**

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) till en 500 ml-mätkolv, varvid alikvoten inte får innehålla mer än 250 mg kväve som urea. För att fälla ut fosfaterna tillsätter man

mättad bariumhydroxidlösning (4.21) tills ingen ytterligare fällning sker. Eliminera sedan överskottet bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10%-ig natriumkarbonatlösning (4.22).

Låt lösningen sedimentera och kontrollera att utfällningen är fullständig. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera genom ett veckat filter. Överför 50 ml av filtratet med pipett till apparatens 300 ml-Erlenmeyerkolv (5.3). Gör filtratet surt med 2 N saltsyra (4.23) tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare (5.5). Öka sedan pH-värdet till 5,4 med 0,1 N natriumhydroxid (4.20).

För att undvika ammoniakförluster vid nedbrytningen med ureas tillsluter man Erlenmeyerkolven med en propp försedd med separertratt och en liten bubbelfälla, som innehåller exakt 2 ml ställd 0,1 N saltsyralösning (4.24). Tillsätt 20 ml av ureaslösningen (4.25) genom separertratten och låt den stå i en timme vid 20 till 25° C. Överför sedan 25 ml ställd 0,1 N svavelsyralösning (4.24) med pipett till separertratten och låt den rinna ner i lösningen och skölj med lite vatten. På samma sätt överför man kvantitativt innehållet i bubbelfällan till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titrera överskottet syra med ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.20) tills pH-mätaren ger pH-värdet 5,4.

7.2.6.2 **Blindtest**

Se 7.1.1.3

7.2.6.3 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{M}$$

där:

a = ml av en ställd natrium- eller 0,1 N kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, vilket utförs under exakt samma betingelser som analysen,

A = ml av en ställd natrium- eller 0,1 N kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

Kommentarer

1. Fyll vatten till märket efter fällning med lösningarna av bariumhydroxid och natriumkarbonat, filtrera och neutralisera så snabbt som möjligt.

2. Titreringsprovet kan också utföras med indikatorn (4.29.2) men då är slutpunkten svårare att uppfatta.

7.2.6.4 **Gravimetrisk analys med xanthydrol**

Överför med precisionspipett till en 250 ml-bägare en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som inte innehåller mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.14). Rör om med en glasstav i en minut och låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera på ett plant filter till en 100 ml-bägare, tvätta med flera milliliter ättiksyra (4.14) och tillsätt sedan 10 ml xanthydrol (4.26) till filtratet, droppe för droppe, under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då i ett par minuter till. Låt sedan lösningen stå i ytterligare en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel, som tidigare torkats och vägts, med lätt tryck, och tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.31) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Placera lösningen i ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt den svalna i en torkugn och väg den.

7.2.6.5 **Redovisning av resultatet**

$$\% \text{ urea N + biuret} = \frac{6{,}67 \times m_1}{M_2}$$

där:

$m_1$ = den erhållna fällningens vikt i gram

$M_2$ = provets vikt i gram närvarande i den alikvot som togs ut för bestämningen

Justera för blindtest. Biuret kan rent allmänt mätas tillsammans med urea utan större fel, eftersom dess halt i sammansatta gödselmedel är liten i absoluta tal.

7.2.6.6 **Genom skillnadsberäkning**

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

| Fall | Nitrat N | Ammoniak N | Cyanamid N | Urea N |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Saknas | Finns | Finns | (7.2.2.4) – (7.2.5.5+7.2.7) |
| 2 | Finns | Finns | Finns | (7.2.3.2) – (7.2.5.5+7.2.7) |
| 3 | Saknas | Finns | Saknas | (7.2.2.4) – (7.2.5.5) |
| 4 | Finns | Finns | Saknas | (7.2.3.2) – (7.2.5.5) |

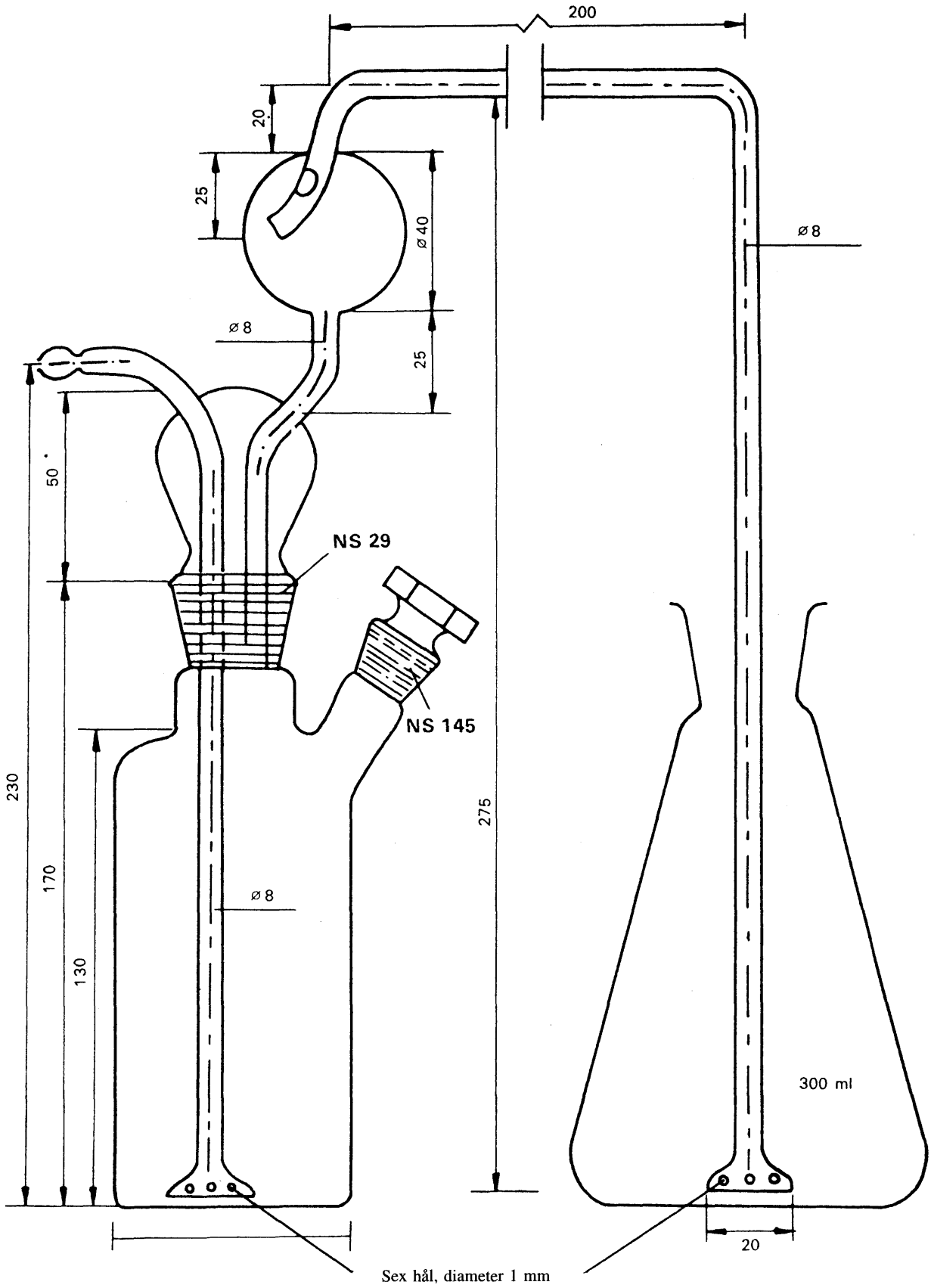
7.2.7 *Kväve som cyanamid*

Tag ut en alikvot av filtratet (7.2.1.2) innehållande 10 till 30 mg kväve som cyanamid och placera det i en bägare på 250 ml. Fortsätt analysen enligt metod 2.4.

8. VERIFIERING AV RESULTATEN

8.1 I vissa fall kan det finnas en skillnad mellan totalt kväve, erhållet direkt från ett invägt prov (7.1) och totalt lösligt kväve (7.2.2). Denna skillnad bör dock inte vara större än 0,5 %. Om så inte är fallet innehåller gödselmedlet olösligt kväve i former som inte finns med i förteckningen enligt direktiv 76/116/EEG.

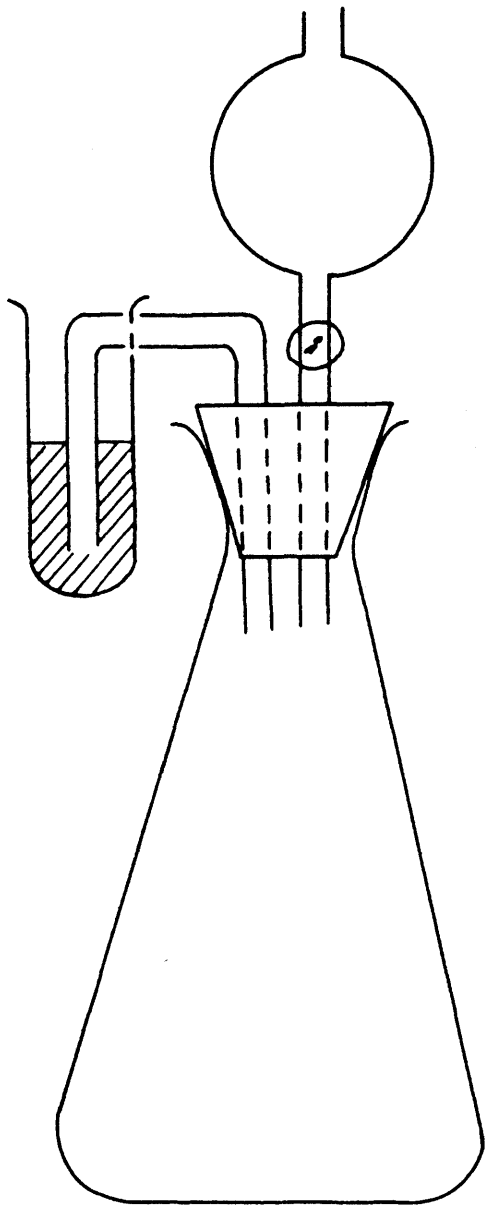
8.2 Kontrollera före varje analys att utrustningen fungerar korrekt och att metoden används på rätt sätt med hjälp av en standardlösning som innehåller de olika formerna av kväve i proportioner jämförbara med dem som finns i provet. Denna standardlösning bereds av standardlösningar av kaliumtiocyanat (4.3), kaliumnitrat (4.4), ammoniumsulfat (4.5) och urea (4.6).




*Figur 6*

**Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak**

(7.2.5.3)



*Figur 7*

**Utrustning för bestämning av kväve som urea**

(7.2.6.1)

*Metod 2.6.2*

*BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE I GÖDSELMEDEL INNEHÅLLANDE KVÄVE ENBART SOM NITRAT, AMMONIAK OCH UREA*

1. ÄNDAMÅL

Detta dokument är avsett att ange en förenklad metod för bestämning av olika former av kväve i gödselmedel som innehåller kväve endast i form av nitrat, ammoniak och urea.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod kan användas för alla gödselmedel som nämns i direktiv 76/116/EEG och som innehåller kväve endast som nitrat, ammoniak eller urea.

3. PRINCIP

Följande bestämningar skall göras på olika delar av samma provlösning:

3.1 Allt lösligt kväve.

3.1.1 Om nitrater inte förekommer: genom direkt Kjeldahluppslutning av lösningen.

3.1.2 Vid förekomst av nitrater: genom Kjeldahluppslutning av en del av lösningen efter reduktion enligt Ulsch. Ammoniak bestäms i båda fallen enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.2 Allt lösligt kväve utom kväve som nitrat genom Kjeldahluppslutning efter eliminering av kväve som nitrat i sur lösning med hjälp av järnsulfat. Ammoniak bestäms enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.3 Kväve som nitrat genom skillnadsberäkning mellan 3.1.2 och 3.2, eller mellan allt lösligt kväve (3.1.2) och summan av kväve som ammoniak och som urea (3.4 + 3.5).

3.4 Kväve som ammoniak genom kalldestillation efter alkalisering. Ammoniaken erhålls i en lösning av svavelsyra. Bestäms som i metod 2.1.

3.5 Kväve som urea, antingen

3.5.1 genom omvandling med ureas till ammoniak, som bestäms genom titrering med en ställd saltsyrelösning,

3.5.2 genom gravimetrisk analys med xanthydrol. Samtidigt utfällt biuret kan med en obetydlig felmarginal få ingå i kväve som urea, eftersom detta i sammansatta gödselmedel vanligen har låg halt i absoluta tal, eller

3.5.3 genom skillnadsberäkning enligt tabellen:

| Fall | Kväve som nitrat | Kväve som ammoniak | Skillnad |
|---|---|---|---|
| 1 | Saknas | Finns | (3.1.1) – (3.4) |
| 2 | Finns | Finns | (3.2) – (3.4) |

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Kaliumsulfat, pro analysi.

4.2 Järn, pro analysi, vätereducerat (angiven mängd järn måste kunna reducera minst 50 mg kväve som nitrat).

4.3 Kaliumnitrat, pro analysi.

4.4 Ammoniumsulfat, pro analysi.

4.5 Urea, pro analysi.

4.6 0,2 N svavelsyralösning.

4.7 Koncentrerad natriumhydroxidlösning: ca 30 % (vikt/volym) vattenhaltig lösning av NaOH, ammoniakfri.

4.8 Lösning av natrium- eller 0,2 N kaliumhydroxid: karbonatfri.

4.9 Svavelsyradensitet ($d_{20}$ = 1,84).

4.10 Utspädd saltsyra: 1:1 i volym.

4.11 Ättiksyra: 96 till 100 %.

4.12 Svavelsyralösning innehållande ca 30 % $H_2SO_4$ (vikt/volym) ammoniakfri.

4.13 Järnsulfat, kristallin $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4.14 Titrerad 0,1 N svavelsyralösning.

4.15 Oktylalkohol.

4.16 Mättad kaliumkarbonatlösning.

4.17 Lösning av 0,1 N natrium- eller kaliumhydroxid.

4.18 Mättad bariumhydroxidlösning.

4.19 Kaliumkarbonatlösning: 10 % (vikt/volym).

4.20 2 N saltsyra.

4.21 0,1 N saltsyrelösning.

4.22 Ureaslösning.

Gör en suspension av 0,5 g aktiv ureas i 100 ml destillerat vatten med 0,1 N saltsyra (4.21). Justera pH-värdet till 5,4 med hjälp av en pH-mätare (5.5).

4.23 Xanthydrol.

5-procentig lösning i etanol eller metanol (4.28) (använd inte produkter som ger en hög andel olösligt material). Lösningen håller sig i 3 månader om den förvaras mörkt i en väl tillsluten flaska.

4.24 Katalysator

Kopparoxid (CuO): 0,3–0,4 g per bestämning eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat av 0,95–1,25 g.

4.25 Pimpstenskorn, tvättade med saltsyra och kalcinerade.

4.26 Indikatorlösningar.

4.26.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll på så att det blir en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.26.2 Metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på vatten så att det blir 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4–5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

4.27 Indikatorpapper

Lackmuspapper, bromtymolblått (eller annat papper som reagerar på pH 6 till 8).

4.28 Etanol eller metanol: 95 %-ig (vikt/volym).

5. UTRUSTNING

5.1 Destillationsutrustning

Se metod 2.1.

5.2 Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.5.1)

Se metod 2.6.1 och fig. 6.

5.3 Utrustning för bestämning av kväve som urea med ureasmetoden (7.6.1)

Se metod 2.6.1 och fig. 7.

5.4 Roterande skakapparat (35 till 40 varv per minut).

5.5 En pH-mätare.

5.6 Glasutrustning:

— precisionspipetter på 2, 5, 10, 25, 50 och 100 ml.

— långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar,

— mätkolvar på 100, 250, 500 och 1000 ml,

— deglar av sintrat glas, pordiameter 5–15 μm,

— mortel.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. METODER

7.1 **Beredning av lösning som skall analyseras**

Väg in 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och överför andelen till en 500 ml-mätkolv. Tillsätt 50 ml vatten och därefter 20 ml utspädd saltsyra (4.10). Skaka. Låt lösningen stå tills eventuell $CO_2$-utveckling är avslutad. Tillsätt 400 ml vatten, skaka i en halvtimme (5.4), fyll på vatten till märket, homogenisera, filtrera genom ett torrt filter till en torr behållare.

7.2 **Kväve totalt**

7.2.1 *Utan nitrater*

I en 300 ml-Kjeldahlkolv införs med pipett en alikvot av filtratet (7.1) som innehåller högst 100 mg N. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.9), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.24) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.25). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.2.2 *Vid förekomst av nitrater*

Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) som inte innehåller mer än 40 mg kväve som nitrat, till en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Under denna fas av analysen är totalmängden kväve inte väsentlig. Tillsätt 10 ml 30 %-ig svavelsyra (4.12), 5 g reducerat järn (4.2) och täck omedelbart över kolven med ett urglas. Värm försiktigt tills reaktionen kommer igång ordentligt utan att bli våldsam. Sluta uppvärmningen och låt kolven stå i minst 3 timmar vid rumstemperatur. Överför vätskan kvantitativt till en 250 ml-mätkolv utan hänsyn till oupplöst järn. Fyll på vatten till märket. Blanda omsorgsfullt. Överför med pipett en alikvot innehållande högst 100 mg kväve till en 300 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.9), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.24) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först långsamt för att få igång reaktionen och därefter med högre temperatur tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor tydligt kan ses. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.25). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.2.3 *Blindtest*

Utför ett blindtest under samma betingelser och använd resultatet vid beräkningen av slutresultatet.

7.2.4 *Redovisning av resultatet*

$$\% \text{ N (totalt)} = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en titrerad 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,2 N svavelsyralösning placeras i utrustningens förlag (4.6),

A = ml av en titrerad 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.2.1 eller 7.2.2.

7.3 **Allt kväve utom kväve som nitrat**

7.3.1 *Analys*

Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) till en 300 ml-Kjeldahlkolv, varvid mängden inte får innehålla mer än 50 mg av det kväve som skall bestämmas. Späd med vatten till 100 ml, tillsätt E 5 g järnsulfat (4.13), 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.9) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först försiktigt och öka sedan värmen tills vita ångor kan skönjas. Fortsätt reaktionen i 15 minuter. Avsluta uppvärmningen och tillför 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.24) som katalysator. Påbörja uppvärmningen igen till en sådan temperatur att vita ångor avges och håll denna temperatur i ytterligare 10 till 15 minuter. Låt lösningen svalna och överför sedan kvantitativt innehållet i Kjeldahlkolven till destillationskärlet (5.1). Späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.2). Anslut kolven till destillationsapparaten och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.3.2 *Blindtest*

Se 7.2.3

7.3.3 *Redovisning av resultatet*

$$\text{Totalt - \% N} = \frac{(a - A) \times 0{,}28}{M}$$

där:

a = ml av en titrerad 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för blindtestet, vilket utförs genom att 50 ml titrerad 0,2 N svavelsyralösning (4.6) överförs med pipett till förlaget i apparaten (4.8),

A = ml av en titrerad 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som använts vid bedömningen.

7.4 **Kväve som nitrat**

Erhålls genom beräkning av skillnaden mellan

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

eller

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5)

eller

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6).

7.5 **Kväve som ammoniak**

7.5.1 *Analys*

Överför med pipett en del av filtratet (7.1) innehållande högst 20 mg kväve som ammoniak till utrustningens torra kolv (5.2). Montera upp utrustningen. Överför med pipett exakt 50 ml titrerad 0,1 N svavelsyralösning (4.14) till 300 ml-Erlenmeyerkolven och så mycket destillerat vatten att vätskans nivå kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets mynning. Häll i destillerat vatten genom reaktionskolvens sidoöppning så att volymen blir ca 50 ml. Skaka. För att undvika skumbildning när gasflödet släpps in till-

sätts några droppar oktylalkohol (4.15). Tillsätt 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.16) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. Det intensiva luftflöde som behövs för detta (ca 3 liter per minut) har tidigare renats genom passering genom tvättflaskor, som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man använda vakuum (vattensugpump), under förutsättning att anslutningarna mellan apparatens delar är lufttäta.

Utdrivningen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter 3 timmar. Detta bör man emellertid förvissa sig om genom att byta ut Erlenmeyerkolven. När processen är avslutad, lossar man Erlenmeyerkolven från utrustningen, sköljer inloppsrörets ände och kolvens väggar med lite destillerat vatten och titrerar överskottet syra mot en ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.17).

7.5.2 *Blindtest*

Se 7.2.3.

7.5.3 *Redovisning av resultatet*

$$\% \text{ N (ammoniak)} = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{M}$$

där:

a = ml av en titrerad natrium- eller kaliumhydroxidlösning 0,1 N (4.17), som används för blindtestet, utfört genom att 50 ml titrerad 0,1 N svavelsyralösning (4.14) med pipett överförs till apparatens Erlenmeyerkolv på 300 ml (5.2),

A = ml av en titrerad natrium- eller 0,1 N kaliumhydroxidlösning, som används för analysen (4.17),

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

7.6 **Kväve som urea**

7.6.1 *Ureasmetoden*

Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) innehållande högst 250 mg kväve som urea, till en 500 ml-mätkolv. Fäll ut fosfaterna genom att tillsätta en lämplig mängd mättad bariumhydroxidlösning (4.18) tills ytterligare tillsats inte leder till att mera fällning bildas. Eliminera sedan överflödiga bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10 %-ig natriumkarbonatlösning (4.19). Låt lösningen sedimentera och kontrollera att utfällningen är fullständig. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera genom ett veckat filter. Överför 50 ml av filtratet med pipett till utrustningens 300 ml-Erlenmeyerkolv (5.3). Gör filtratet surt med 2 N svavelsyra (4.20), tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare. Öka sedan pH-värdet till 5,4 med natriumhydroxid 0,1 N (4.17). För att undvika ammoniakförluster vid hydrolysen med ureas stänger man Erlenmeyerkolven med en propp som sitter i en dropptratt och en liten skyddsbehållare som innehåller exakt 2 ml ställd saltsyrelösning 0,1 N (4.21). För in 20 ml av ureaslösningen (4.22) genom dropptratten. Låt stå i en timme vid 20 till 25 °C. Överför sedan 25 ml ställd 0,1 N saltsyrelösning (4.2) med pipett till dropptratten, låt saltsyrelösningen rinna ner i lösningen och skölj sedan med lite vatten. Överför också kvantitativt innehållet i skyddskärlet till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titrera överskottet syra med 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.17), tills pH-värdet 5,4 kan avläsas på pH-mätaren.

Kommentarer

1. Efter fällning av bariumhydroxid- och natriumkarbonatlösningarna fyller man på vatten till märket, filtrerar och neutraliserar så snabbt som möjligt.

2. Titreringen kan också utföras med indikatorn (4.26), men då är färgändringen svårare att uppfatta.

7.6.2 *Blindtest*

Se 7.2.3.

7.6.3 *Redovisning av resultatet*

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{m}$$

där:

a = ml av en titrerad 0,1 N natrium- eller kaliumhydroxidlösnlng (4.17), som används för blindtestet, vilket utförs på exakt samma villkor som analysen,

A = ml av en 0,l N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.17), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

7.6.4 *Gravimetrisk analys med xanthydrol*

Överför med pipett till en 100 ml-bägare en del av filtratet (7.1) som inte får innehålla mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.11). Rör om med en glasstav i en minut. Låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera, tvätta med några ml ättiksyra (4.11) och tillsätt 10 ml xanthydrol till filtratet, droppe för droppe (4.23), under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då på nytt i ett par minuter. Låt sedan lösningen stå i en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel som tidigare torkats och vägts, med ett lätt undertryck, och tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.28) utan att försöka eliminera all ättiksyra. Överför till ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt degeln svalna i en torkugn och väg den.

7.6.5 *Redovisning av resultatet*

$$\% \text{ N (urea)} = \frac{6{,}67 \times m}{M}$$

där:

m = fällningens vikt i gram,

M = provets vikt i gram i den alikvot som togs ut för bestämningen.

Justera för blindtestet. Biuret kan rent allmänt mätas tillsammans med urea utan större fel, eftersom dess halt i sammansatta gödselmedel är förehållandevis liten i absoluta värden.

7.6.6 *Med skillnadsberäkning*

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

| Fall | Nitrat N | Ammoniak N | Urea N |
|---|---|---|---|
| 1 | Saknas | Finns | (7.2.4) – (7.5.3) |
| 2 | Finns | Finns | (7.3.3) – (7.5.3) |

8. VERIFIERING AV RESULTATET

Kontrollera före varje analys att utrustningen fungerar rätt och att metoderna tillämpas på rätt sätt, med hjälp av en standardlösning som innehåller de olika formerna av kväve i proportioner som är jämförbara med de i provet. Denna standardlösning bereds av titrerade lösningar av kaliumnitrat (4.3), ammoniumsulfat (4.4) och urea (4.5).

*Metod 3*

**FOSFOR**

*Metod 3.1*

EXTRAKTIONER

*Metod 3.1.1*

*EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I MINERALSYROR*

1. RÄCKVIDD

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är löslig i mineralsyror.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Gäller enbart fosfathaltiga gödselmedel enligt bilaga 1 till direktiv 76/116/EEG.

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor i gödselmedel med en blandning av salpetersyra och svavelsyra.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Svavelsyra ($d_{20}$ = 1,84).

4.2 Salpetersyra ($d_{20}$ = 1,40).

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

5.1 En Kjeldahlkolv med en kapacitet på minst 500 ml eller en 250 ml-rundbottnad kolv med ett glasrör som bildar en återloppskylare.

5.2 En 500 ml-mätkolv.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 2,5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en torr Kjeldahlkolv (5.1).

7.2 **Extraktion**

Tillsätt 15 ml vatten och rör om så att provet suspenderas. Tillsätt 20 ml salpetersyra (4.2) och tillsätt försiktigt 30 ml svavelsyra (4.1).

När den första våldsamma reaktionen har upphört kokar man långsamt upp kolvens innehåll och låter det sjuda i 30 minuter. Låt kolven svalna och tillsätt försiktigt ungfär 150 ml vatten under omrörning. Fortsätt kokningen i 15 minuter.

Låt lösningen svalna helt och hållet och överför den kvantitativt till en 500 ml-mätkolv och fyll på vatten till märket. Blanda och filtrera genom ett torrt, veckat och fosfatfritt filter och kasta den första delen av filtratet.

7.3 **Bestämning**

Fosforbestämningen utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt.

*Metod 3.1.2*

*EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I 2-PROCENTIG MYRSYRA (20 g per liter)*

1. RÄCKVIDD

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är löslig i 2-procentig myrsyra (20 g per liter).

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Enbart mjuka råfosfater.

3. PRINCIP

För att skilja mellan hårda råfosfater och mjuka råfosfater extraheras sådan fosfor som är löslig i myrsyra under vissa betingelser.

4. REAGENS

4.1 Myrsyra 2-procentig (20 g per liter).

Anmärkning

Blanda 82 ml myrsyra (koncentration 98 till 100 %; $d_{20} = 1,22$) till en volym på 5 liter destillerat vatten.

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

5.1 En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

5.2 En roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en torr, bredhalsad Stohmannkolv.

7.2 **Extraktion**

Rotera kontinuerligt kolven för hand medan myrsyra tlllsätts vid 20 ± 1 °C (4.1) tills den är ca 1 cm under graderingen och fyll på med vatten upp till strecket. Tillslut kolven med en gummipropp och låt skaka i 30 minuter vid 20 ± 2 °C på en roterande skakapparat (5.2).

Filtrera lösningen genom ett torrt, veckat fosfatfritt filter till ett torrt glaskärl. Kasta den första delen av filtratet.

7.3 **Bestämning**

Bestäm fosforhalten enligt metod 3.2 i en alikvot av det helt klara filtratet.

*Metod 3.1.3*

*EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I 2-PROCENTIG CITRONSYRA (20 g per liter)*

1. RÄCKVIDD

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är löslig i 2-procentig citronsyra (20 g per liter).

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Gäller endast slagg (se bilaga 1 A till direktivet).

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor från gödselmedel med en 2-procentig citronsyrelösning (20 g per liter) under givna betingelser.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 2-procentig citronsyrelösning (20 g per liter), beredd av kristalliserad citronsyra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$).

Anmärkning

Verifiera citronsyrelösningens koncentration genom att titrera 10 ml av lösningen med en ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning med fenolftalein som indikator.

Om lösningen är korrekt skall 28,55 ml av standardlösningen gå åt.

5. UTRUSTNING

5.1 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Analysen utförs på produkten i det skick den mottagits i efter omsorgsfull blandning av det ursprungliga provet för att säkerställa att det är homogent (se metod 1).

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en torr kolv, med tillräckligt vid hals, och en volym på 600 ml, så att vätskan kan skakas om ordentligt.

7.2 **Extraktion**

Tillsätt 500 ± 1 ml citronsyrelösning vid 20 ± 1 °C. Skaka kolven kraftigt för hand när de första millilitrarna reagenslösning tillsätts, så att det inte bildas klumpar och för att förhindra att ämnet fastnar längs kolvens sidor. Tillslut kolven med en gummipropp och låt skaka i den roterande skakapparaten (5.1) i exakt 30 minuter vid en temperatur på 20 ± 2 °C.

Filtrera omedelbart genom ett torrt, veckat fosfatfritt filter till ett torrt glaskärl och kasta de första 20 ml av filtratet. Fortsätt filtreringen tills det erhållna filtratet räcker för att bestämma fosforhalten.

7.3 **Bestämning**

Fosforextrakt bestäms enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhålls på detta sätt.

*Metod 3.1.4*

*EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I NEUTRALT AMMONIUMCITRAT*

1. RÄCKVIDD

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är lösligt i neutralt ammoniumcitrat.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla gödselmedel som enligt bestämmelserna skall vara lösliga i neutralt ammoniumcitrat (se bilaga 1 till direktiv 76/116/EEG).

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor vid en temperatur på 65 °C med en lösning av neutralt ammoniumcitrat (pH 7) under givna betingelser.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Neutral lösning av ammoniumcitrat (pH 7)

Varje liter av denna lösning skall innehålla 185 g kristalliserad citronsyra och ha en specifik vikt av 1,09 vid 20 °C och pH-värdet 7.

Reagenset bereds på följande sätt:

Lös 370 g kristalliserad citronsyra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) i ungefär 1,5 liter vatten och gör en i det närmaste neutral lösning genom att tillsätta 345 ml ammoniumhydroxidlösning (28–29 % $NH_3$). Om $NH_3$-koncentrationen är lägre än 28 %, tillsätts motsvarande större mängd ammoniumhydroxidlösning och citronsyran späds ut med en i motsvarande grad mindre vattenmängd.

Låt svalna och gör lösningen exakt neutral genom att hålla elektroderna på en pH-mätare neddoppade i lösningen. Tillsätt ammoniaken vid 28–29 % $NH_3$ droppe för droppe under ständig omrörning (med mekanisk omrörare) tills pH-värdet blivit exakt 7 vid en temperatur av 20° C. Fyll då på vatten så att det blir totalt två liter och kontrollera åter pH-värdet. Förvara reagenset i ett tillslutet kärl och kontrollera pH-värdet regelbundet.

5. UTRUSTNING

5.1 En 2 000 ml-bägare.

5.2 En pH-mätare.

5.3 En 200 ml- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv.

5.4 Mätkolvar på 500 ml och en på 2 000 ml.

5.5 Vattenbad som kan ställas in på 65 °C med termostat, försett med lämplig mekanisk omrörare (se fig. 8).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Provtagning**

Överför 1 eller 3 g av det gödselmedel som skall analyseras (se bilaga I A och B till direktivet) till en 200- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv, innehållande 100 ml ammoniumcitratlösning som redan har värmts upp till 65 °C.

7.2 **Analys av lösningen**

Sätt en propp i Erlenmeyerkolven och skaka den så att gödselmedlet sprids i lösningen utan att det bildas klumpar. Tag bort proppen ett ögonblick för att balansera trycket och tillslut åter kolven. Placera kolven i ett vattenbad med en temperatur som håller kolvens innehåll vid exakt 65° C och anslut den till omröraren (fig. 8). Under omrörningen måste suspensionen i kolven ständigt vara under vattennivån i vattenbadet(1). Reglera omrörningen så att suspensionen blir fullständig.

Lyft upp Erlenmeyerkolven ur vattenbadet sedan omrörningen pågått i exakt en timme.

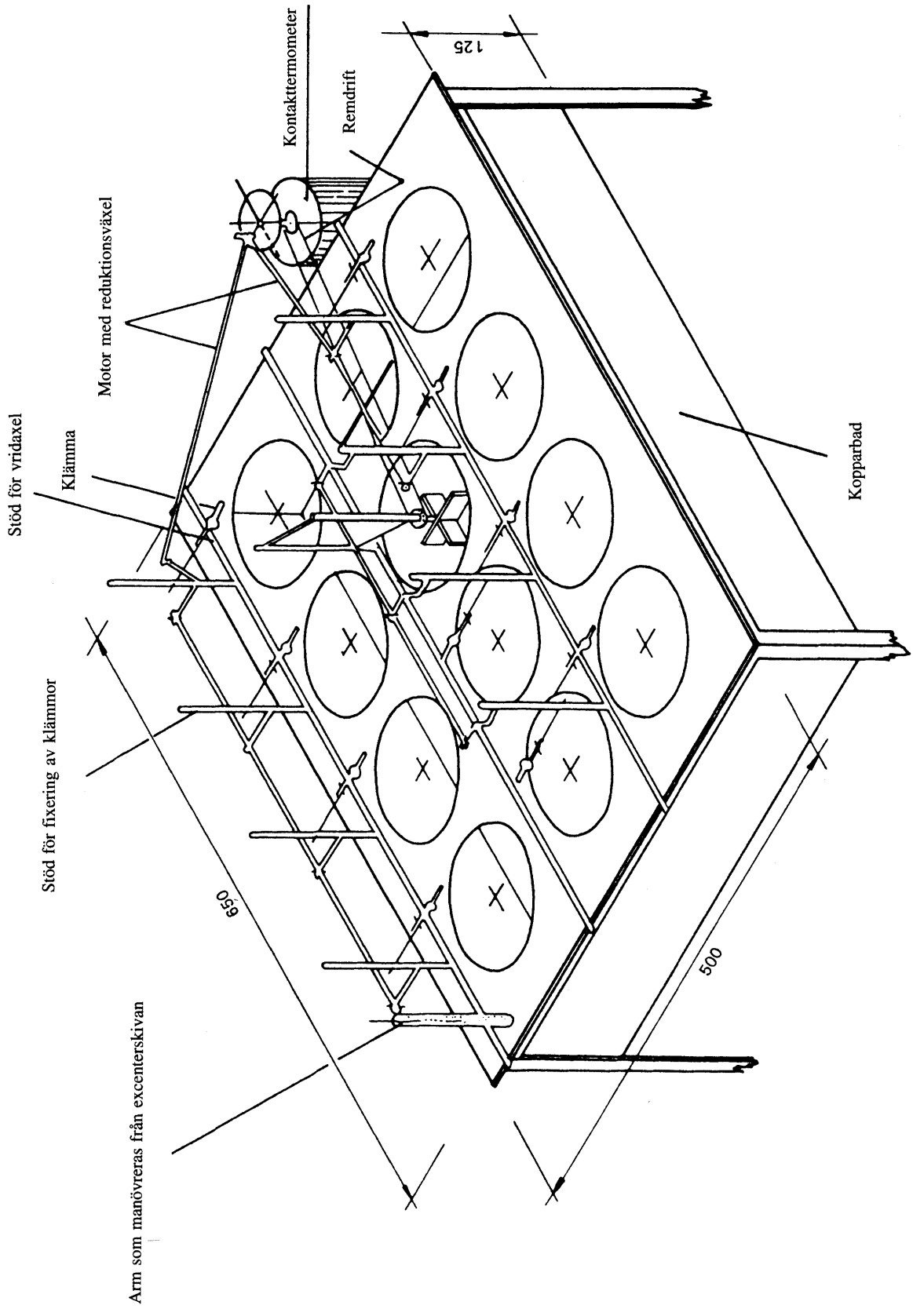
Kyl omedelbart lösningen till rumstemperatur under rinnande vatten och överför sedan kvantitativt innehållet i Erlenmeyerkolven till en 500 ml-mätkolv med en vattenstråle (sprutflaska). Fyll på vatten upp till märket. Blanda omsorgsfullt. Filtrera genom ett torrt veckat filter (medelsnabbt och fosfatfritt) till en torr behållare och kasta den första delen av filtratet (ca 50 ml).

Ungefär 100 ml klart filtrat kommer att samlas upp.

7.3 **Bestämning**

Bestäm fosforhalten i det på så sätt erhållna extraktet enligt metod 3.2.

(1) Om ingen mekanisk omrörare finns tillgänglig kan kolven skakas för hand var femte minut.


Kontaktthermometer
Remdrift
125
Motor med reduktionsväxel
Stöd för vridaxel
Klämma
Stöd för fixering av klämmor
650
500
Arm som manövreras från excenterskivan
Kopparbad

*Figur 8*

*Metod 3.1.5*

*EXTRAKTION MED ALKALISKT AMMONIUMCITRAT*

*Metod 3.1.5.1*

**Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid 65° C**

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av löslig fosfor i alkaliskt ammoniumcitrat.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Uteslutande för utfällt dikalciumfosfatdihydrat ($CaHPO_4 \cdot 2H_20$).

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor vid en temperatur av 65 °C med en alkalisk lösning av ammoniumcitrat (Petermann) under särskilda betingelser.

4. REAGENS

Destillerat vatten eller demineraliserat vatten som har samma egenskaper som destillerat vatten.

4.1 Petermanns lösning.

4.2 Egenskaper

Citronsyra ($C_6H_80_7 \cdot H_20$): 173 g per liter.

Ammoniak: 42 g kväve som ammoniak per liter, pH mellan 9,4 och 9,7.

Beredning av diammoniumcitrat

Lös 931 g diammoniumcitrat (molekylvikt 226,19) i ungefär 3 500 ml vatten i en 5 liters mätkolv. Placera kolven i ett bad med rinnande vatten, blanda och låt svalna och tillsätt små mängder ammoniak. För t. ex. $d^{20}/_4$ = 0,906, motsvarande en nivå på 20,81 viktprocent kväve som ammoniak, måste man använda 502 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20 °C och fyll på destillerat vatten så att kolven blir fylld. Blanda.

Beredning från citronsyra och ammoniak

Lös 865 g citronsyremonohydrat i ungefär 2 500 ml vatten i ett femliters kärl. Placera kärlet i ett isbad och tillsätt små mängder ammoniaklösning under ständigt skakande, med hjälp av en tratt, vars skaft är nedsänkt i citronsyrelösningen. För t.ex. $d^{20}/_4$ = 0,906, motsvarande en nivå på 20,81 viktprocent kväve som ammoniak, måste man använda 1 114 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20 °C, häll över i en 5-liters mätkolv, fyll på destillerat vatten så att kolven blir fylld och blanda.

Kontrollera halten av kväve som ammoniak på följande sätt:

Överför 25 ml av lösningen till en mätkolv på 250 ml och fyll på destillerat vatten till märket. Blanda. Bestäm halten kväve som ammoniak i 25 ml av denna lösning enligt metod 2.1. Om lösningen är korrekt måste man använda 15 ml 0,5 N $H_2S0_4$.

Om halten kväve som ammoniak är större än 42 g per liter, kan man driva ut NH3 med ett ädelgasflöde eller genom uppvärmning som återställer pH till 9.7. Utför en ny bestämning.

Om halten av kväve som ammoniak är lägre än 42 g per liter skall ammoniaklösning tillsättas enligt följande formler:

$$P = (42 - n \times 2{,}8) \times \frac{500}{20{,}81} \text{ g}$$

eller en mängd $V = \frac{M}{0{,}906}$ vid 20 °C

Om V är mindre än 25 ml, görs tillsatsen direkt till femliterskolven tillsammans med V × 0,173 pulveriserad citronsyra.

Om V är större än 25 ml, kan det vara lämpligt att bereda ytterligare en liter reagenslösning på följande sätt:

Väg in 173 g citronsyra. Lös den i 500 ml vatten. Vidta de angivna försiktighetsåtgärderna och tillsätt inte mer än 225 + V × 1 206 ml av den ammoniaklösning som användes för beredning av fem liter reagensmedel. Fyll på vatten till märket. Blanda.

Blanda denna liter med de 4975 ml som redan har beretts.

## 5. UTRUSTNING

5.1 Vattenbad som kan hållas vid en temperatur på 65 ± 1 °C.

5.2 En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

## 6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

## 7. FÖRFARANDE

### 7.1 **Provtagning**

Väg in 1 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och överför det till 500 ml-mätkolven (5.2).

### 7.2 **Extraktion**

Tillsätt 200 ml alkalisk ammoniumcitratlösning (4.1). Tillslut kolven och skaka den kraftigt för hand, så att det inte bildas klumpar, och för att förhindra att något av materialet fastnar längs sidorna.

Placera kolven i vattenbad vid 65 °C och skaka var femte minut under den första halvtimmen. Tag tillfälligt ut proppen efter varje omskakning för att jämna ut trycket. Vattenbadets nivå bör vara över vätskenivån i kolven. Låt kolven vara kvar i vattenbadet i ytterligare en timme vid 65 °C och skaka var tionde minut. Tag ur kolven och låt den svalna till en temperatur på ca 20 °C. Fyll på vatten till 500 ml. Blanda och filtrera genom ett torrt veckat filter som är fosfatfritt. Kasta den första delen av filtratet.

### 7.3 **Bestämning**

Bestämning av det extraherade fosfatet utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt.

*Metod 3.1.5.2*

**Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid rumstemperatur**

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor som är löslig i kallt alkaliskt ammoniumcitrat.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Enbart söndervittrade fosfater.

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor vid en temperatur på ca 20 °C med alkalisk lösning av ammoniumcitrat (Petermanns lösning) under givna betingelser.

4. REAGENS

Se metod 3.1.5.1.

5. UTRUSTNING

5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en 250 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

5.2 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Provtagning**

Väg in 2,5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en 250 ml-mätkolv (5.1).

7.2 **Extraktion**

Tillsätt lite Petermanns lösning vid 20 °C, skaka mycket kraftigt så att det inte bildas klumpar och för att förhindra att något av vätskan fastnar längs kolvens sidor. Fyll på Petermanns lösning upp till märket och tillslut kolven med en gummipropp.

Låt skaka i två timmar med den roterande skakapparaten (5.2). Filtrera omedelbart genom ett torrt, veckat, fosfatfritt filter till en torr behållare och kasta den första delen av filtratet.

7.3 **Bestämning**

Fosforbestämningen utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt.

*Metod 3.1.5.3*

**Extraktion av fosfor som är löslig i Joulies alkaliska ammoniumcitrat**

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor som är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat enl. Joulie.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla enkla och sammansatta fosfathaltiga gödselmedel, i vilka fosfatet förekommer som aluminium-kalciumfosfat.

3. PRINCIP

Extraktion genom kraftig skakning med en alkalisk lösning av ammoniumcitrat av en definierad sammansättning (i närvaro av oxin där så är lämpligt) vid ca 20 °C.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat.

Denna lösning innehåller 400 g citronsyra och 153 g $NH_3$ per liter. Dess halt av fri ammoniak är ungefär 55 g per liter. Den kan beredas med någon av nedanstående metoder.

4.1.1 Lös 400 g citronsyra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) i ca 600 ml ammoniak ($d_{20}$ = 0,925, d.v.s. 200 g $NH_3$ per liter) i en enliters mätkolv. Denna citronsyra tillsätts efterhand i mängder på 50–80 g, medan temperaturen hålls under 50 °C. Fyll på ammoniak till en liter.

4.1.2 Lös 432 g dibasiskt ammoniumcitrat ($C_6H_{14}N_2O_7$) i 300 ml vatten i en enliters mätkolv. Tillsätt 440 ml ammoniak ($d_{20}$ = 0,925). Fyll på vatten upp till en liter.

Anmärkning

Verifiering av total ammoniakhalt

Tag ett 10 ml-prov av citratlösningen och placera det i en 250 ml-kolv. Fyll på destillerat vatten tills kolven är fylld. Bestäm halten av kväve som ammoniak för 25 ml av denna lösning enligt metod 2.1.

1 ml $H_2SO_4$ 0,5 N = 0,008516 g $NH_3$.

Under dessa betingelser anses reagensen vara korrekt när antalet millilitrar efter titrering ligger mellan 17,7 och 18 ml.

Om så inte är fallet, tillsätts 4,25 ml ammoniak ($d_{20}$ = 0,925) per 0,1 ml under 18 ml enligt ovan.

4.2 Pulveriserad 8-hydroxykinolin (oxin).

5. UTRUSTNING

5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en liten mortel av glas eller porslin med mortelstöt.

5.2 500 ml-mätkolvar.

5.3 En 1 000 ml-mätkolv.

5.4 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 1 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,0005 g och placera det i en liten mortel. Tillsätt ungefär 10 droppar citrat (4.1) för att fukta det och krossa det varsamt med mortelstöten.

7.2 **Extraktion**

Tillsätt 20 ml ammoniumcitrat (4.1), blanda till en pasta och låt den sätta sig i ungefär en minut.

Häll upp vätskan i en 500 ml-mätkolv och sila samtidigt ifrån de partiklar, som eventuellt inte krossats i pastan. Tillsätt 20 ml citratlösning (4.1) till återstoden, bearbeta den till en pasta enligt ovan och häll upp vätskan i mätkolven. Upprepa detta fyra gånger, så att allt material kan hällas ned i kolven vid slutet av den femte bearbetningen. Hela mängden citrat som används för detta måste vara ca 100 ml.

Skölj mortelstöten och morteln ovanför mätkolven med 40 ml destillerat vatten.

Sätt en propp i kolven och låt den skaka i tre timmar på den roterande skakapparaten (5.4).

Låt kolven stå i 15–16 timmar och skaka den återigen under samma betingelser i tre timmar. Under hela detta arbete skall temperaturen hållas vid 20 ± 2 °C.

Fyll på destillerat vatten upp till märket. Filtrera genom ett torrt filter, kasta den första delen av filtratet och samla upp det klara filtratet i en torr kolv.

7.3 **Bestämning**

Bestämningen av extraherad fosfor utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av en lösning som erhållits på detta sätt.

8. TILLÄGG

Användningen av oxin gör att man kan tillämpa denna metod på gödselmedel som innehåller magnesium. Detta rekommenderas när förhållandet mellan magnesium och fosforpentoxid är högre än 0,03 ($Mg/P_2O_5 > 0,03$). Om så är fallet, tillsätts 3 g oxin till det fuktiga provet för analys. Användningen av oxin där det inte förekommer magnesium torde för övrigt inte störa den efterföljande bestämningen. Men om man är säker på att magnesium inte förekommer behöver man inte använda oxin.

*Metod 3.1.6*

*EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIG FOSFOR*

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av vattenlöslig fosfor.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla gödselmedel, inklusive sammansatta gödselmedel, vilkas halt av vattenlöslig fosfor skall bestämmas.

3. PRINCIP

Extraktion i vatten genom skakning under givna betingelser.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

5. UTRUSTNING

5.1 En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

5.2 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en 500 ml-mätkolv (5.1).

7.2 **Extraktion**

Tllsätt 450 ml vatten, vars temperatur måste vara mellan 20 och 25 °C.

Skaka i en roterande skakapparat (5.2) i 30 minuter.

Fyll på vatten upp till märket, blanda omsorgsfullt genom att skaka och filtrera genom ett torrt, veckat, fosfatfritt filter till en torr behållare.

7.3 **Bestämning**

Fosforhalten bestäms på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt enligt metod 3.2.

*Metod 3.2*

## BESTÄMNING AV EXTRAHERAD FOSFOR

(Gravimetrisk metod med användning av kinolinmolybdofosfat)

### 1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor i extrakt av gödselmedel.

### 2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden kan användas på alla extrakt av gödselmedel(1) för bestämning av olika former av fosfor.

### 3. PRINCIP

Efter eventuell hydrolys fälls fosfor(1) ut i sur lösning som kinolinmolybdofosfat.

Efter filtrering och tvättning torkas fällningen vid 250 °C och vägs.

Under ovannämnda betingelser störs inte bestämningen av de föreningar som sannolikt förekommer i lösningen (mineraliska och organiska syror, ammoniumjoner, lösliga silikat etc.) om man för fällningen använder ett reagens, som är baserat på natriummolybdat eller ammoniummolybdat.

### 4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Koncentrerad salpetersyra ($d_{20}$ = 1,40).

4.2 Beredning av reagens.

4.2.1 Beredning av reagens baserad på natriummolybdat.

Lösning A: Lös 70 g natriummolybdatdihydrat i 100 ml destillerat vatten.

Lösning B: Lös 60 g citronsyremonohydrat i 100 ml destillerat vatten och tillsätt 85 ml koncentrerad salpetersyra (4.1).

Lösning C: Rör ihop lösning A med lösning B för att få lösning C.

Lösning D: Tillsätt 35 ml koncentrerad salpetersyra (4.1) till 50 ml destillerat vatten och tillsätt sedan 5 ml nydestillerat kinolin. Häll denna lösning i lösning C, blanda omsorgsfullt och låt lösningen stå i mörker över natten. Fyll sedan på vatten upp till 500 ml-märket, blanda igen och filtrera genom en sintrad glastratt (5.6).

4.2.2 Beredning av reagens baserad på ammoniummolybdat.

Lösning A: Lös 100 g ammoniummolybdat i 300 ml destillerat vatten under försiktig uppvärmning och omrörning.

Lösning B: Lös 120 g citronsyremonohydrat i 200 ml destillerat vatten och tillsätt 170 ml koncentrerad salpetersyra (4.1).

(1) Fosfor löslig i mineralsyror, vattenlöslig fosfor, fosfor löslig i ammoniumcitratlösningar, fosfor löslig i 2-procentig citronsyra och fosfor löslig i 2-procentig myrsyra.

Lösning C: Tillsätt 10 ml nydestillerat kinolin till 70 ml koncentrerad salpetersyra (4.1)

Lösning D: Häll långsamt lösning A i lösning B under ständig omrörning. Tillsätt lösning C när de båda första lösningarna har blandats ordentligt och fyll på upp till en liter. Låt lösningen stå i mörker i två dagar och filtrera genom en sintrad glastratt (5.6).

Reagenserna 4.2.1 och 4.2.2 kan användas på samma sätt. Båda måste förvaras i mörker i väl tillslutna kärl av polyetylen.

5. UTRUSTNING

5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en bredhalsad 500 ml-Erlenmeyerkolv.

5.2 Pipetter på 10, 25 och 50 ml.

5.3 En filterdegel med porstorlek 5 till 20 µ.

5.4 En Büchnerkolv.

5.5 Torkugn, inställd på 250 ± 10° C.

5.6 Sintrad glastratt med porstorlek 5 till 20 µ.

6. FÖRFARANDE

6.1 **Behandling av lösningen**

Tag med en pipett en alikvot av gödselmedelsextraktet (se tabell 2) som innehåller ungefär 0,01 g $P_2O_5$ och placera den i en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad salpetersyra(1) (4.1) och späd med vatten upp till ungefär 100 ml.

*Tabell 2*

**Bestämning av alikvoter av fosfatlösningarna**

| % $P_2O_5$ i gödsel-medlet | % P i gödsel-medlet | Analys-prov (g) | Spädning (till ml) | Prov (ml) | Spädning (till ml) | Prov som skall fällas ut (ml) | Kinolinmolyb-dofosfat omvandlings-faktor (F), i % $P_2O_5$ | Kinolinmolyb-dofosfat omvandlings-faktor (F') i % P |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 5–10 | 2,2–4,4 | 1 | 500 | — | — | 50 | 32,074 | 13,984 |
| | | 5 | 500 | — | — | 10 | 32,074 | 13,984 |
| 10–25 | 4,4–11,0 | 1 | 500 | — | — | 25 | 64,148 | 27,968 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 50 | 64,148 | 27,968 |
| + 25 | + 11 | 1 | 500 | — | — | 10 | 160,370 | 69,921 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 25 | 128,296 | 55,937 |

(1) 21 ml när den lösning som skall fällas ut innehåller mer än 15 ml citratlösning (neutralt citrat enligt Petermann, alkaliskt citrat enligt Joulie).

6.2 **Hydrolys**

Om man misstänker att det förekommer metafosfater, pyrofosfater eller polyfosfater i lösningen skall hydrolys utföras enligt följande:

Öka försiktigt temperaturen, så att innehållet i Erlenmeyerkolven långsamt börjar koka och håll den vid denna temperatur, tills hydrolysen är avslutad (det brukar ta en timme). Var försiktig och montera en återloppskylare för att undvika förluster genom stänk och överdriven avdunstning, som skulle kunna medföra att ursprungsvolymen minskas med mer än hälften. Efter hydrolysen fyller man på med destillerat vatten så att den ursprungliga mängden återställs.

6.3 **Vägning av degeln**

Torka filtreringsdegeln (5.3) i minst 15 minuter i torkugnen (5.5), som skall vara inställd på 250 ± 10 °C. Väg den när den har svalnat i en exsickator.

6.4 **Fällning**

Syralösningen i Erlenmeyerkolven värms upp tills den börjar koka, varefter fällningen av kinolinmolybdofosfat påbörjas genom tillsats av 40 ml fällning (reagens 4.2.1 eller 4.2.2)(1) droppe för droppe under ständig omrörning. Placera Erlenmeyerkolven i kokande vattenbad och lämna den där i 15 minuter, under vilken tid den skall skakas flera gånger. Lösningen kan filtreras omedelbart eller när den har svalnat.

6.5 **Filtrering och tvättning**

Filtrera lösningen under vakuum genom dekantering. Tvätta fällningen i Erlenmeyerkolven med 30 ml vatten. Dekantera och filtrera lösningen. Upprepa detta fem gånger. Överför återstoden av fällningen kvantitativt till degeln med vatten. Tvätta fyra gånger med 20 ml vatten och låt vätskan rinna genom degeln innan nästa omgång vatten tillsätts. Torka fällningen omsorgsfullt.

6.6 **Torkning och vägning**

Torka av degelns utsida med filterpapper. Placera den i en torkugn och håll den vid en temperatur på 250 °C (5.5), till konstant vikt (vanligen 15 minuter), låt den svalna till rumstemperatur i en exsickator och väg snabbt.

6.7 **Blindtest**

För varje serie bestämningar utför man ett blindtest med endast reagens och lösningsmedel i de proportioner som används vid extraktionen (citratlösning, etc.) och beaktar dessa test vid beräkningen av slutresultatet.

6.8 **Verifiering**

Utför bestämningen på en alikvot av kaliumdivätefosfatlösningen innehållande 0,01 g $P_2O_5$.

(1) Använd 80 ml av fällningsmedlet för att få en fällning av fosfatlösningar som innehåller mer än 15 ml citratlösning(neutral, Petermann eller Joulie), som surgjorts med 21 ml koncentrerad salpetersyra (se not till 6.1).

7. REDOVISNING AV RESULTATET

Om analysprov och spädningar enligt tabell 2 används gäller följande formler:

% $P_2O_5$ i gödselmedlet = (A - a) x F

eller

% P i gödselmedlet = (A - a) x F'

där:

A = vikten kinolinmolybdofosfat i gram,

a = vikten kinolinmolybdofosfat i blindtestet, i gram,

F och F' = faktorer i de sista två spalterna i tabell 2.

För prov för analys och utspädning som skiljer sig från dem i tabell 2 gäller följande formel:

$$\% \ P_2O_5 \text{ i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eller

$$\% \ PO \text{ i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

där:

f och f' = omvandlingsfaktorer för kinolinmolybdofosfat till $P_2O_5$ = 0,032074, (f) eller till P = 0,013984 (f')

D = spädningsfaktor

M = analysprovets vikt i gram.

*Metod 4*

**KALIUM**

*Metod 4.1*

BESTÄMNING AV HALTEN VATTENLÖSLIGT KALIUM

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av vattenlösligt kalium.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla kaliumhaltiga gödselmedel som anges i bilaga 1 till direktiv 76/116/EEG.

3. PRINCIP

Det kalium som finns i det prov som skall analyseras löses upp i vatten. När man har eliminerat eller fixerat de ämnen som kan påverka den kvantitativa bestämningen fälls kalium ut i någon alkalisk lösning i form av kaliumtetrafenylborat.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Formaldehyd.

Klar formaldehydlösning på 25 till 35 %.

4.2 Kaliumklorid, pro analysi.

4.3 10 N natriumhydroxidlösning.

Kontrollera omsorgsfullt att natriumhydroxiden inte innehåller kalium.

4.4 Indikatorlösning

Lös 0,5 g fenolftalein i 90 %-ig etanol och fyll på vatten till 100 ml.

4.5 EDTA-lösning

Lös 4 g av dihydratet av etylendiamintetraättiksyrans dinatriumsalt i vatten i en 100 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.

Förvara detta reagens i plastflaska.

4.6 STPB-lösning

Lös 32,5 g natriumtetrafenylborat i 480 ml vatten och tillsätt 2 ml av natriumhydroxidlösningen (4.3) samt 20 ml magnesiumkloridlösning (100 g $MgCl_2 \cdot 6\ H_20$ per liter).

Rör om i 15 minuter och filtrera genom ett fint, askfritt filter.

Förvara detta reagens i plastflaska.

4.7 Tvättvätska

Blanda 20 ml av STPB-lösningen (4.6) med 1 000 ml vatten.

4.8 Bromvatten

Mättad lösning av brom i vatten.

5. UTRUSTNING

5.1 1 000 ml-mätkolvar.

5.2 En 250 ml-bägare.

5.3 Filterdeglar med porstorlek 5 till 20 µ.

5.4 Ugn inställd på 120 ± 10 °C.

5.5 Exsickator.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

För kaliumsalter skall provet vara så finmalet att man kan få ett representativt prov för analysen. För dessa produkter skall metod 1 (6) (a) användas.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g (5 g för kaliumsalter innehållande mer än 50 % kaliumoxid). Placera detta prov med ca 400 ml vatten i en 600 ml-bägare. Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket, blanda och filtrera till ett torrt kärl. Kasta de första 50 ml av filtratet (se 7.6, anmärkning om förfarandet).

7.2 **Beredning av alikvot för fällning**

Överför med pipett en alikvot av filtratet innehållande 25 till 50 mg kalium (se tabell 3) och placera det i en 250 ml-bägare. Fyll på vatten till 50 ml, om så behövs.

Eliminera eventuella störningar genom att tillsätta 10 ml EDTA-lösning (4.5), några droppar av fenolftaleinlösningen (4.4) och rör i natriumhydroxidlösning (4.3) droppe för droppe tills provet rödfärgas och tillsätt till sist ytterligare några droppar natriumhydroxid för att säkerställa ett överskott (vanligtvis räcker 1 ml natriumhydroxid för att neutralisera provet och säkerställa ett överskott).

Koka varsamt i 15 minuter för att eliminera den största delen av ammoniaken (se 7.6.b, anmärkning om förfarandet).

Tillsätt vid behov vatten så att volymen blir 60 ml.

Koka upp lösningen och tag bort bägaren från värmen och tillsätt 10 ml formaldehyd (4.1). Tillsätt flera droppar fenolftalein och vid behov eventuellt ytterligare natriumhydroxid tills en klart röd färg uppstår. Täck över bägaren med ett urglas och låt den stå i kokande vattenbad i 15 minuter.

7.3 **Vägning av degeln**

Torka filterdegeln (se 5.3 "Utrustning") tills konstant vikt uppnås (ca 15 minuter) i ugnen vid 120 °C (5.4).

Låt degeln svalna i en exsickator och väg den.

7.4 **Fällning**

Tag bort bägaren från ångbadet, rör i 10 ml STPB-lösning (4.6) droppe för droppe. Detta tar ungefär 2 minuter. Vänta minst 10 minuter innan lösningen filtreras.

7.5 **Filtrering och tvättning**

Filtrera under vakuum till den vägda degeln, skölj ur bägaren med tvättvätskan (4.7), tvätta fällningen tre gånger med tvättvätskan (totalt 60 ml i all tvättvätska) och två gånger med 5 till 10 ml vatten.

Låt fällningen torka ordentligt.

7.6 **Torkning och vägning**

Torka av degelns utsida med ett filterpapper. Placera degeln med innehåll i ugnen och låt den stå där i en och en halv timme vid 120° C. Låt den svalna till rumstemperatur i en exsickator och väg den snabbt.

Anmärkning om förfarande

a) Om filtratet har en mörk färg, överför med pipett en alikvot som innehåller högst 100 mg $K_2O$ till en 100 ml-mätkolv, tillsätt bromvatten och koka upp för att eliminera eventuellt bromöverskott. Låt svalna och fyll på vatten, filtrera och bestäm kvantitativt kaliumhalten i en del av filtratet.

b) Om lite eller inget ammoniak-kväve förekommer, behöver man inte koka i 15 minuter.

7.7 **Provmängder och omvandlingsfaktorer**

*Tabell 3*

**För metod 4**

| % $K_2O$ i gödselmedlet | % K i gödselmedlet | Analysprov (g) | Prov av extraktionslösningen för spädning (ml) | Spädning (till ml) | Alikvot tas som prov för fällning (ml) | Omvandlingsfaktor (F), % $K_2O$ g TPBK | Omvandlingsfaktor (F), % K g TPBK |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 5–10 | 4,2– 8,3 | 10 | — | — | 50 | 26,280 | 21,812 |
| 10–20 | 8,3–16,6 | 10 | — | — | 25 | 52,560 | 43,624 |
| 20–50 | 16,6–41,5 | 10 | antingen — | — | 10 | 131,400 | 109,060 |
| | | | eller 50 | 250 | 50 | 131,400 | 109,060 |
| mer än 50 | mer än 41,5 | 5 | antingen — | — | 10 | 262,800 | 218,120 |
| | | | eller 50 | 250 | 50 | 262,800 | 218,120 |

7.8 **Blindtest**

Utför ett blindtest för varje bestämningsserie med enbart reagens under samma betingelser som används i analysen och ta hänsyn till detta vid beräkning av slutresultatet.

7.9 **Kontrolltest**

För att få en kontroll på analysmetoden utför man en bestämning på en alikvot av kaliumkloridlösningen som innehåller högst 40 mg $K_2O$.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Om man använder prov för analys och utspädning enligt tabell 3, gäller följande formel:

% $K_2O$ i gödselmedlet = (A – a) × F

eller

K i gödselmedlet = (A – a) x F'

där:

A = vikten av fällningen från provet i gram

a = vikten av fällningen från blindprovet i gram

F och F' = faktor (se tabell 3)

Med analysprov och spädningar som skiljer sig från dem i tabell 3 gäller följande formel:

$$\frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eller

$$\frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

där:

f = omvandlingsfaktor TPBK till $K_20$ = 0,1314

f' = omvandlingsfaktor TPBK till K = 0,109

F = spädningsfaktor

M = analysprovets vikt i gram

*Metod 5*

**MAGNESIUM**

*Metod 5.1*

BESTÄMNING AV VATTENLÖSLIGT MAGNESIUM

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av vattenlösligt magnesium.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Gäller enbart enkla gödselmedel som enligt bilaga 1 A till direktiv 76/116/EEG kan antas innehålla vattenlösligt magnesium.

3. PRINCIP

Upplösning av magnesium genom kokning i ett vattenprov.

Första titrering med EDTA av Ca + Mg i närvaro av eriokromsvart-T. Andra titrering med EDTA av Ca i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra. Bestäm magnesiumhalten genom skillnadsberäkning.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Ställd 0,05 magnesiumlösning i molär koncentration.

Väg in 2,016 g magnesiumoxid som tidigare kalcinerats vid 600 °C i två timmar. Lägg den i en bägare med 100 ml vatten. Rör i 120 ml saltsyra på ca 1 N. Låt oxiden lösas upp och överför den kvantitativt till en enliters mätkolv, fyll på vatten och blanda.

Kontrollera lösningens koncentration genom gravimetrisk analys av fosfatet.

1 ml av lösningen skall innehålla 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

4.2 0,05 EDTA-lösning

Väg in 18,61 g dihydratiserat dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) och placera det i en 1-literskolv och lös i 600–800 ml vatten. Överför lösningen kvantitativt till en enliters mätkolv. Fyll på vatten och blanda. Kontrollera lösningen gentemot den ställda lösningen (4.1) genom att ta ett prov på 20 ml från den senare och titrera enligt den analytiska proceduren (7.4.1).

1 ml av EDTA-lösningen bör motsvara 1,216 mg Mg eller 2,016 mg MgO och 2,004 mg Ca eller 2,804 mg CaO (se i 9.1 och 9.6).

4.3 0,05-mol standardlösning av kalcium

Väg in 5,004 g torrt kalciumkarbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten. Rör efter hand i 120 ml saltsyra på ca 1 N.

Koka upp för att driva ut koldioxiden, låt svalna och överför kvantitativt till en enliters mätkolv och fyll på vatten och blanda. Kontrollera lösningen gentemot EDTA-lösningen (4.2) enligt den analytiska proceduren 7.4.2. 1 ml av lösningen bör innehålla 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) och bör motsvara 1 ml av den 0,05-molara EDTA-lösningen.

4.4 Calceinindikator

Blanda omsorgsfullt 1 g calcein med 100 g natriumklorid i en mortel. Använd 10 mg av denna blandning. Indikatorn ändras från grönt till orange. Titrering måste utföras tills man får en orange färg som är fri från gröna färgtoner.

4.5 Calconkarboxylsyreindikator

Lös 400 mg calconkarboxylsyra i 100 ml metanol. Använd 3 droppar av denna lösning. Indikatorn ändras från rött till blått. Titrering måste utföras tills man får en blå färg helt fri från röda färgtoner.

4.6 Eriokromsvart-T

Lös 300 mg eriokromsvart-T i en blandning av 25 ml propylalkohol och 15 ml trietanolamin. Använd 3 droppar av denna lösning. Indikatorn ändras från rött till blått. Titreringen måste utföras tills man får en blå färg helt fri från röda nyanser. Den ändras enbart när magnesium är närvarande. Tillsätt 0,1 ml av standardlösningen om så behövs (4.1).

När både kalcium och magnesium förekommer bildar EDTA först en förening med kalcium och därefter med magnesium. I så fall bestäms summan av båda elementen.

4.7 Kaliumcyanid

Vattenlösning av KCN på 2 %.

4.8 Lösning av kaliumhydroxid och kaliumcyanid

Lös 280 g KOH och 66 g KCN i vatten, fyll på så att det blir en liter och blanda.

4.9 Buffertlösning, pH 10

Lös 33 g ammoniumklorid i 200 ml vatten, tillsätt 250 ml ammoniak (d = 0,91) och fyll på vatten till 500 ml och blanda. Kontrollera lösningens pH-värde regelbundet.

5. UTRUSTNING

5.1 Magnetomrörare eller mekanisk omrörare

5.2 pH-mätare.

5.3 Mätkolvar på 500 ml.

5.4 300 ml-bägare.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Placera 5 g av det beredda provet, uppvägt med en noggrannhet på 1 mg, i en 500 ml-mätkolv.

7.2 **Lösning**

Tillsätt ungefär 300 ml vatten och koka i en halvtimme. Låt svalna. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera.

7.3 **Kontrolltest**

Utför en bestämning på alikvoter av lösningarna (4.1) och (4.3), så att förhållandet Ca/Mg motsvarar det som kan förväntas från provet.

För detta tar man (a) milliliter av standardlösningen (4.3) och (b-a) milliliter av standardlösningen (4.1).

(a) och (b) är det antal millilitrar EDTA-lösning som används vid de två titreringarna vid analysen. Denna procedur stämmer endast om standardlösningarna av EDTA, kalcium och magnesium har samma molaritet. Om så inte är fallet måste man göra nödvändiga justeringar.

7.4 **Bestämning**

7.4.1 *Titrering i närvaro av eriokromsvart-T*

Överför en alikvot av den lösning som skall analyseras (7.5) med pipett till en 300 ml-bägare och späd med vatten till ungefär 100 ml. Tillsätt 5 ml av lösningen (4.9). pH-värdet skall uppmätas till 10,5 ± 0,1. Tillsätt 2 ml av kaliumcyanidlösningen (4.7) och 3 droppar eriokromsvart-T (4.6). Rör om försiktigt och titrera med EDTA-lösningen (4.2) (9.2, 9.3 och 9.4). Sätt "b" till antalet milliliter av den 0,05-molara EDTA-lösningen.

7.4.2 *Titrering i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra*

Överför en alikvot av lösningen motsvarande den som tas för titrering enligt ovan med pipett till en 300 ml-bägare och späd med vatten till ungefär 100 ml. Tillsätt 10 ml av KOH/KCN-lösningen (4.8) och indikatorn (4.4 eller 4.5). Rör försiktigt och titrera med EDTA-lösningen (9.2, 9.3 och 9.4). Sätt "a" till antalet milliliter av den 0,05-molara EDTA-lösningen.

7.5 **Alikvoter som tas som prov för titrering**

| Typ av gödselmedel | Alikvot som tas som prov för varje titrering (ml) | Mängd av provet som förekommer i en alikvot (g) |
|---|---|---|
| Kalciumnitrat och magnesiumnitrat | 20 | 0,200 |
| Magnesiumammonium-sulfatnitrat | 50 | 0,500 |
| Råa kaliumsalter | 25 | 0,250 |
| Kaliummagnesiumklorid | 25 | 0,250 |
| Kaliumsulfat och magnesiumsulfat | 25 | 0,250 |

Anmärkning

1. För alla dessa gödselmedel skall provet vara 5 g och totalmängden av den lösning som skall analyseras 500 ml.

2. Vid titrering med eriokromsvart-T får titreringen inte väsentligt överskrida EDTA-lösningens 25 ml. I annat fall skall alikvotens storlek reduceras.

Däremot kan man öka den senare.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

$$\% \text{ MgO i gödselmedlet} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

eller

$$\% \text{ Mg i gödselmedlet} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

där:

T = EDTA-lösningens styrka

T' = EDTA-lösningens styrka

Om den är exakt 0,05 M, är T lika med 0,2016 g MgO eller T' lika med 0,1216 g Mg.

M = Antal gram av provet närvarande i den alikvot som tas ut för analys (7.5).

9. KOMMENTARER

9.1 Den stökiometriska relationen för EDTA-metaller i komplexometriska analyser är alltid 1:1 oberoende av metallens valens, fastän EDTA är kvadrivalent. Titreringslösningen av EDTA och standardlösningarna kommer därför att vara molära och ej normala.

9.2 Komplexometriska indikatorer är oftast känsliga för luftpåverkan, och lösningarna kan blekna under titreringen. Man måste då tillsätta en eller två droppar av indikatorn. Denna effekt kan noteras när eriokromsvart och calconkarboxylsyra används.

9.3 Metallindikatorkomplexen är ibland ganska stabila och färgförändringen kan ta en viss tid.

De sista dropparna EDTA skall därför tillsättas långsamt, och man måste säkerställa varje passerad färgförändringspunkt genom att tillsätta en droppe 0,05 % magnesiumlösning (4.1) eller kalciumlösning (4.3).

Detta gäller framför allt eriokrommagnesiumkomplexet.

9.4 Indikatorns färgförändring får inte iakttas uppifrån utan skall ses horisontellt genom lösningen, och bägaren skall placeras väl belyst mot vit bakgrund.

Färgförändringen är också lätt att iaktta, om man placerar bägaren på en matterad glasskiva som belyses underifrån (25-wattlampa).

9.5 Analysen kräver en viss erfarenhet hos kemisten. Denne bör bl.a. anstränga sig för att iaktta färgförändringarna med standardlösningarna (4.1 och 4.3).

Det är lämpligt att alltid låta samma kemist utföra bestämningarna.

9.6 Genom att använda EDTA-lösning av garanterad koncentration (t.ex. Titrisol eller Normex) kan man förenkla provning av standardlösningarnas ekvivalens (4.1, 4.2 eller 4.3).

*Metod 6*

## KLOR

*Metod 6.1*

### BESTÄMNING AV KLORIDER NÄR ORGANISKA MATERIAL SAKNAS

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av klorid när organiska material saknas.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla gödselmedel fria från organiska material.

3. PRINCIP

Kloriderna, som skall vara upplösta i vatten, fälls ut i sur lösning av ett överskott av ställd silvernitratlösning. Överskottet titreras med en lösning av ammoniumtiocyanat i närvaro av järnhaltigt ammoniumsulfat (Volhards metod).

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från klorider.

4.1 Nitrobensen eller dietyleter.

4.2 10 N salpetersyra.

4.3 Indikatorlösning

Lös 40 g järnhaltigt ammoniumsulfat [$Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$] i vatten och fyll på så att det blir en liter.

4.4 Ställd 0,1 N silvernitratlösning.

4.5 Ställd lösning av 0,1 N ammoniumtiocyanat.

Beredning

Eftersom saltet är hygroskopiskt och inte kan torkas utan risk för nedbrytning är det lämpligt att väga in ca 9 g, lösa det i vatten och fylla på till en liter. Justera till koncentration 0,1 N genom titrering med 0,1 N $AgNO_3$.

5. UTRUSTNING

5.1 Roterande skakapparat (35–40 varv per minut).

5.2 Byretter.

5.3 En 500 ml-mätkolv.

5.4 En 250 ml-Erlenmeyerkolv.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov och beredning av lösningen**

Placera 5 g av provet invägt till närmaste 0,001 g i en 500 ml-mätkolv och tillsätt 450 ml vatten. Blanda i en halvtimme med hjälp av skakapparaten, fyll på destillerat vatten upp till 500 ml, blanda och filtrera till en bägare.

7.2 **Bestämning**

Tag en alikvot av filtratet som innehåller högst 0,150 g klorid, t.ex 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) eller 100 ml (1 g). Om de prov som tas är mindre än 50 ml måste man fylla på destillerat vatten upp till 50 ml.

Tillsätt 5 ml 10 N salpetersyra (4.2), 20 ml indikatorlösning (4.3) och 2 droppar ställd lösning av ammoniumtiocyanat (prov på den sistnämnda reagenslösningen tas med byrett justerad till noll för detta ändamål).

Tillsätt silvernitratlösningen (4.4) med en byrett tills det blir ett överskott på 2 till 5 ml. Tillsätt 5 ml nitrobensen eller 5 ml dietyleter (4.1) och skaka ordentligt så att fällningen klumpar ihop. Titrera överskottet av silvernitratet med 0,1 N ammoniumtiocyanat (4.5) tills en rödbrun färg kan skönjas när man skakar kolven lätt.

Anmärkning

Nitrobensen eller dietyleter (men framför allt nitrobensen) hindrar silverkloriden från att reagera med tiocyanatjonerna. Därför får man en klar färgförändring.

7.3 **Blindtest**

Gör ett blindtest under samma betingelser och ta hänsyn till det vid beräkningen av slutresultatet.

7.4 **Kontrolltest**

Innan bestämningarna utförs skall man kontrollera metodens noggrannhet genom att använda en alikvot av en nyligen beredd lösning av kaliumklorid, som skall innehålla en känd mängd i storleksordningen 100 mg av kloriden.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa analysresultatet som procent av den klorid i provet som mottogs för analys.

Beräkna procenten klor (Cl) enligt formeln:

$$\% \text{ klor} = 0{,}003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

där:

$V_z$ = antalet milliliter 0,1 N silvernitrat,

$V_{cz}$ = antalet milliliter 0,1 N silvernitrat i blindtestet,

$V_a$ = antalet milliliter 0,1 N ammoniumtiocyanatet,

$V_{ca}$ = antalet milliliter 0,1 N ammoniumtiocyanatet i blindtestet,

M = provets vikt i gram (7.2).

*Metod 7*

## MALNINGSFINHET

*Metod 7.1*

### BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET (TORRMETOD)

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs det torra förfarande som skall användas för bestämning av malningsfinhet.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla EEG-gödselmedel som berörs av krav på malningsfinhet vid användning av siktar på 0,63 och 0,16 mm.

3. PRINCIP

Med mekanisk siktning bestäms produktmängderna med en kornstorlek större än 0,63 mm och produktmängderna med en kornstorlek mellan 0,16 och 0,63 mm och den procentuella malningsfinheten beräknas.

4. UTRUSTNING

4.1 Mekanisk sikt

4.2 Sikt med maskstorlekarna 0,16 och 0,63 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm).

5. FÖRFARANDE

Väg in 50 g av ämnet med en noggrannhet på 0,05 g. Montera de båda siktarna och uppsamlingsbehållaren på skakapparaten (4.1) varvid sikten med den största maskstorleken placeras överst. Lägg analysprovet på denna. Sikta i 10 minuter och ta bort den del som samlats upp nedtill. Starta åter utrustningen och kontrollera efter en minut att inte mer än 250 mg har samlats upp på botten. Upprepa detta (1 minut varje gång) tills den uppsamlade mängden är mindre än 250 mg. Väg restmaterialet i de båda siktarna separat.

6. REDOVISNING AV RESULTATET

% finhet av provet i sikten med maskstorlek 0,63 mm = $(50 - M_1) \times 2$

% finhet av provet i sikten med maskstorlek 0,16 mm = $[50 - (M_1 + M_2)] \times 2$

där:

$M_1$ = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,63 mm, uttryckt i gram

$M_2$ = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,16 mm, uttryckt i gram

Rejektmaterial från sikten med maskstorlek 0,63 mm har redan eliminerats.

Resultatet av dessa beräkningar avrundas till närmast högre heltal.

*Metod 7.2*

## BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET HOS MJUKA RÅFOSFATER

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av mjuka råfosfaters malningsfinhet.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Mjuka råfosfater.

3. PRINCIP

Prov av liten partikelstorlek kan tendera att klumpa ihop, vilket försvårar torrsiktning. Därför används vanligtvis våt siktning.

4. REAGENS

Natriumhexametafosfatlösning: 1 %.

5. UTRUSTNING

5.1 Siktar med maskstorlek 0,063 och 0,125 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm), uppsamlingsbehållare.

5.2 Glastratt, diameter 20 cm, monterad på ett stativ.

5.3 250 ml-bägare.

5.4 Torkugn.

6. ANALYSMETOD

6.1 **Provtagning**

Väg in 50 g av ämnet, med en noggrannhet på 0,05 g. Tvätta båda sidor av sikten med vatten och placera sikten med maskstorlek 0,125 mm ovanför den med maskstorlek 0,063 mm.

6.2 **Procedur**

Placera analysprovet på den övre sikten. Håll sikten under en stråle kallt vatten (vanligt kranvatten) tills vattnet är praktiskt taget klart när det passerar igenom. Se omsorgsfullt till att vattenflödet inte är så starkt att den nedre sikten fylls med vatten.

När restmaterialet på den övre sikten tycks mer eller mindre konstant, tas denna sikt bort och placeras tillfälligt på en uppsamlingsbehållare.

Fortsätt våtsiktningen genom den nedre sikten några minuter tills det vatten som passerar igenom är nästan helt klart.

Sätt tillbaka sikten med maskstorlek 0,125 mm ovanför den med 0,063 mm. Överför det material som eventuellt samlats upp i behållaren till den övre sikten och börja sikta med en liten vattenstråle tills vattnet som passerar återigen är nästan klart.

Överför kvantitativt restmaterial från var och en av siktarna till en annan bägare med hjälp av en tratt. Gör en suspension av restmaterialet genom att fylla bägarna med vatten. Låt stå i ungefär en minut. Dekantera så mycket vatten som möjligt.

Placera bägarna i torkugnen vid en temperatur på 150°C i ungefär två timmar.

Låt dem svalna, lossa restmaterialet med en borste och väg det.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATET

Avrunda beräkningarna av resultatet till närmaste högre enhet.

% finhet ur restmaterialet på sikten med maskstorlek 0,125 mm = $(50 - M_1) \times 2$

% finhet ur restmaterialet på sikten med maskstorlek 0,063 mm = $[50 - (M_1 + M_2)] \times 2$

där:

$M_1$ = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,125 mm, uttryckt i gram

$M_2$ = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,063 mm, uttryckt i gram

## 8. KOMMENTARER

Om man hittar klumpar efter siktningen bör analysen upprepas på följande sätt.

Häll långsamt 50 g av provet i en enliterskolv med 500 ml natriumhexametafosfatlösning under ständig omrörning. Proppa igen kolven och skaka kraftigt för hand så att klumparna bryts sönder. Överför hela suspensionen till den övre sikten och tvätta kolven omsorgsfullt. Fortsätt analysen enligt beskrivningen i 6.2.