31977L0535

1977.8.22. *AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA* L 213/1

A BIZOTTSÁG IRÁNYELVE

1977. június 22.

a műtrágyák mintavételi és vizsgálati módszereire vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről

(77/535/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a műtrágyára vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1975. december 18-i 76/116/EGK tanácsi irányelvre [1] és különösen annak 9. cikke (2) bekezdésére,

mivel az irányelv elrendeli az EGK-műtrágyák hatósági vizsgálatát a műtrágyák minőségére és összetételére vonatkozó közösségi rendelkezésekben foglalt követelményeknek való megfelelés ellenőrzése céljából;

mivel az ezen irányelv által elrendelt intézkedések összhangban vannak a műtrágya-kereskedelem technikai akadályainak felszámolásáról szóló irányelveknek a műszaki fejlődéshez történő hozzáigazításával foglalkozó bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok megteszik a szükséges intézkedéseket annak biztosítására, hogy az 1975. december 18-i 76/116/EGK tanácsi irányelv 8. cikkének (1) és (2) bekezdése szerinti EGK-műtrágyák hatósági vizsgálatához szükséges mintavétel és vizsgálatok lefolytatása ezen irányelv mellékletben előírt módszereknek megfelelően történjék.

2. cikk

(1) A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1977. december 19-ig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

(2) A tagállamok közlik a Bizottsággal nemzeti joguknak azokat a főbb rendelkezéseit, amelyeket az ezen irányelv által szabályozott területen fogadnak el.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1977. június 22-én.

a Bizottság részéről
Étienne DAVIGNON
a Bizottság tagja

[1] HL L 24., 1976.1.30., 21. o.

I. MELLÉKLET

MINTAVÉTELI MÓDSZER MŰTRÁGYÁK VIZSGÁLATÁRA

BEVEZETÉS

A helyes mintavétel bonyolult művelet, amely a legnagyobb körültekintést igényli. Éppen ezért nem lehet eléggé hangsúlyozni, hogy mennyire fontos megfelelően reprezentatív mintát nyerni a műtrágyák hatósági vizsgálatához.

Az alábbiakban ismertetett mintavételi módszer pontos alkalmazást követel meg azon szakemberektől, akik rendelkeznek a hagyományos mintavételi eljárással kapcsolatos tapasztalatokkal.

1. CÉL ÉS HATÁLY

A műtrágyák minőség és összetétel szerinti hatósági vizsgálatára szánt mintákat a következőkben előírt módszerek szerint kell vételezni. Az így nyert mintákat a vizsgálati mintákra nézve reprezentatívnak kell tekinteni.

2. MINTAVÉTELT VÉGZŐ TISZTSÉGVISELŐK

A mintavételt a tagállamok által ilyen célból meghatalmazott szakértőknek kell végezniük.

3. MEGHATÁROZÁSOK

Tétel: a termék olyan mennyisége, amely egy egységet alkot, és jellemzőit is egységesnek vélelmezzük.

Elem minta: a tétel egyetlen pontján vett mennyiség.

Összesített minta: az azonos vizsgálati mintából vett részletminták összessége.

Redukált minta: az összesített minta olyan reprezentatív része, amelyet az utóbbiból redukálással nyertünk.

Végső minta: a redukált minta reprezentatív része.

4. ESZKÖZÖK

4.1. A mintavételező eszközök olyan anyagokból készüljenek, amelyek nem befolyásolhatják a mintavételezett termékek jellemzőit. Az ilyen eszközöket a tagállamok hatóságilag jóváhagyhatják.

4.2. **Szilárd műtrágyák mintavételéhez ajánlott eszközök**

4.2.1. *Kézi mintavétel*

4.2.1.1. Merőleges szélű, lapos aljú lapát.

4.2.1.2. Hosszú horonnyal ellátott vagy részekre osztott mintavételező dárda. A mintavételező dárda méretei feleljenek meg a tétel jellemzőinek (a tárolóedény mélysége, a zsák mérete stb.), valamint a műtrágya részecskenagyságának.

4.2.2. *Mechanikus mintavétel*

Mozgó műtrágyák mintavételéhez jóváhagyott mechanikus berendezéseket lehet használni.

4.2.3. *Mintaosztó*

A mintát egyenlő részekre osztó eszközöket lehet használni a vizsgálati minták vételéhez, valamint redukált és végső minták elkészítéséhez.

5. MENNYISÉGI KÖVETELMÉNYEK

5.1. **Tétel**

A tétel mérete olyan legyen, hogy minden egyes alkotórészét vizsgálat alá lehessen vetni.

5.2. **Részletminták**

5.2.1.	*Ömlesztett műtrágyák*	*A részletminták minimális száma*
5.2.1.1.	2,5 tonnánál nem nagyobb vizsgálati minták:	hét
5.2.1.2.	2,5 tonnánál nagyobb, max. 80 tonnás vizsgálati minták:	$\sqrt{\text{A viszgálati mintát alkotó tonnák számának 20-szorosa (1).}}$
5.2.1.3.	80 tonnánál nagyobb vizsgálati minták:	40
5.2.2.	*Csomagolt műtrágyák*	*A mintavételi csomagok legkisebb száma* (2)
5.2.2.1.	**1 kg-nál nagyobb csomagok**	
5.2.2.1.1.	Kevesebb mint 5 csomagból álló vizsgálati minták:	az összes csomag.
5.2.2.1.2.	5–16 csomagból álló vizsgálati mintáknál:	négy
5.2.2.1.3.	17–400 csomagból álló vizsgálati mintáknál:	$\sqrt{\text{a vizsgálati mintát alkotó csomagok száma (1).}}$
5.2.2.1.4.	400 csomagnál nagyobb vizsgálati minták:	20
5.2.2.2.	**1 kg-nál kisebb csomagok**	négy

5.3. **Összesített minta**

Vizsgálati mintánként egyetlen összesített minta szükséges. Az összesített mintát alkotó részletminták összes tömege nem lehet kisebb, mint a következők:

5.3.1.	*Ömlesztett műtrágyák:*	4 kg
5.3.2.	*Csomagolt műtrágyák:*	
5.3.2.1.	1 kg-nál nagyobb csomagok	4 kg
5.3.2.2.	1 kg-t meg nem haladó csomagok:	négy eredeti csomag tartalmának a tömege

5.4. **Végső minták**

Az összesített minta adja a végső mintákat, szükség esetén redukcióval. Követelmény, hogy legalább egy végső mintának az elemzését el kell végezni. Az elemzésre kerülő minta tömege nem lehet kisebb, mint 500 g.

(1) Ha a kapott érték törtszám, a következő egész számra kell kerekíteni

(2) Olyan csomagok esetén, amelyek tartalma kevesebb mint 1 kg, a tétel mennyisége egy eredeti csomag tartalma legyen.

6. MINTAVÉTELI, KÉSZÍTÉSI ÉS CSOMAGOLÁSI UTASÍTÁSOK

6.1. **Általános**

A minták vételét és elkészítését a lehető leggyorsabban kell végrehajtani, szem előtt tartva azokat a figyelmeztetéseket, hogy a mintavételezett műtrágyák reprezentatívak maradjanak. A mintavételhez, illetve minták befogadására használt eszközöknek, valamint a felületeknek és tárolóedényeknek tisztáknak és szárazaknak kell lenniük.

6.2. **Részletminták**

A teljes vizsgálati mintából hozzávetőlegesen azonos méretű részletmintákat kell venni, véletlenszerűen.

6.2.1. *Ömlesztett műtrágyák*

A vizsgálati mintát képletesen néhány, hozzávetőlegesen egyenlő részre kell osztani. Az 5.2. szerinti elemi minta számának megfelelő részeket véletlenszerűen kell kiválasztani, és minden egyes ilyen részből legalább 1 mintát kell venni. Ha az 5.1. pont követelményeit nem lehet betartani az ömlesztett műtrágyákból történő mintavételkor, a mintavételt a tétel mozgatása közben (berakás vagy kirakás) kell végrehajtani. Ilyenkor mozgás közben kell mintát venni a fentiek szerint meghatározott, véletlenszerűen kiválasztott képzeletbeli részekből.

6.2.2. *Csomagolt műtrágyák*

Miután az 5.2. pont szerint a mintavételhez kiválasztottuk a kívánt számú csomagot, mindegyik csomagból a tartalom egy részét el kell távolítani. Ahol szükséges, a mintavételt a csomagok külön-külön történő kiürítése után kell elvégezni.

6.3. **Összesített minta készítése**

A részletmintákat össze kell keverni úgy, hogy egyetlen összesített mintát alkossanak.

6.4. **Végső minta készítése**

Az összesített mintában lévő anyagokat gondosan össze kell keverni ([1]).

Ha szükséges, az összesített mintát először csökkenteni kell úgy, hogy legalább 2 kg legyen (redukált minta) akár gépi osztógéppel, akár negyedeléssel.

Ezután legalább 3, kb. azonos mennyiségű végső mintát kell készíteni, melyek megfelelnek az 5.4. pontban írt mennyiségbeli követelményeknek. Mindegyik mintát megfelelő légmentes tartóedénybe kell tenni. Minden szükséges intézkedést meg kell tenni annak érdekében, hogy a minták jellemzői ne változzanak.

7. A VÉGSŐ MINTA CSOMAGOLÁSA

A tárolóedényt vagy a csomagot le kell pecsételni, és címkével kell ellátni (a teljes címkének a pecsétben kell lennie) oly módon, hogy a csomagot a pecsét sérülése nélkül ne lehessen kinyitni.

8. MINTAVÉTELI JEGYZŐKÖNYV

Mindegyik mintavételről jegyzőkönyvet kell vezetni oly módon, hogy minden egyes vizsgálati mintát egyértelműen azonosítani lehessen.

9. A MINTÁK CÉLÁLLOMÁSA

Mindegyik mintarész esetében legalább 1 végső mintát a lehető leggyorsabban el kell küldeni egy erre a célra jóváhagyott laboratóriumba, a vegyelemző számára szükséges információkkal együtt.

([1]) A darabos részeket össze kell törni (ha szükséges, akkor külön kell választani őket, és visszatenni a mintába).

II. MELLÉKLET

MŰTRÁGYÁK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

Tartalomjegyzék

ÁLTALÁNOS MEGZEGYZÉSEK		57
1.	VIZSGÁLATI MINTA KÉSZÍTÉSE	57
2.	NITROGÉN	59
2.1.	Az ammónium-nitrogén meghatározása	59
2.2.	A nitrát- és ammónium-nitrogén meghatározása	69
2.2.1.	Ulsch-módszer szerint	69
2.2.2.	Arnd-módszer szerint	71
2.2.3.	Devarda-módszer szerint	73
2.3.	Az összes nitrogén meghatározása	78
2.3.1.	Nitrátmentes kalcium-ciánamidban	78
2.3.2.	Nitrátot tartalmazó kalcium-ciánamidban	80
2.3.3.	Karbamidban	83
2.4.	Ciánamid-nitrogén meghatározása	85
2.5.	Biuret meghatározása karbamidban	88
2.6.	Az azonos mintában található nitrogén különböző alakjainak a meghatározása	91
2.6.1.	A nitrátot, ammóniát, karbamidot és ciánamidot nitrogén alakban tartalmazó műtrágyákban	91
2.6.2.	A nitrogént csak nitrát, ammónia és karbamid formájában tartalmazó műtrágyákban	105
3.	FOSZFOR	112
3.1.	Kivonás	112
3.1.1.	Ásványi savakkal	112
3.1.2.	2 %-os hangyasavval	113
3.1.3.	2 %-os citromsavval	114
3.1.4.	Semleges ammónium-citráttal	115
3.1.5	Lúgos ammónium-citráttal	118
3.1.5.1.	Petermann-módszer szerint, 65 °C-on	118
3.1.5.2.	Petermann-módszer szerint, szobahőmérsékleten	120
3.1.5.3.	Joulie-módszer szerint	121
3.1.6	Vízzel	123
3.2.	A kivont foszfor meghatározása	124
4.	KÁLIUM	127
4.1.	Vízben oldható kálium meghatározása	127

5.	MAGNÉZIUM	131
5.1.	A vízben oldható magnézium meghatározása	131
6.	KLÓR	135
6.1.	Kloridok meghatározása szerves anyagok nélkül	135
7.	AZ ŐRLÉS FINOMSÁGA	138
7.1.	A száraz őrlés finomságának meghatározása	138
7.2.	Puha nyersfoszfátok őrlési finomságának meghatározása	139

ÁLTALÁNOS MEGJEGYZÉSEK

Laboratóriumi felszerelések

A módszerek ismertetésében az általános laboratóriumi felszerelések nincsenek pontosan meghatározva, csupán a lombikok és a pipetták mérete adott. A laboratóriumi felszerelést minden esetben jól meg kell tisztítani, különösen akkor, amikor kis elemi mennyiségeket kell meghatározni.

Ellenőrző vizsgálatok

Az elemzés előtt győződjünk meg arról, hogy az összes eszköz jól működik-e és a vizsgálati módszert helyesen alkalmazzuk-e, valamint, szükség szerint, ismert összetételű vegyszereket (pl. ammónium-szulfát, kálium-dihidrogén-foszfát stb.) alkalmazzunk. Ennek ellenére a műtrágyák vizsgálati eredményei helytelen vegyi összetételt mutathatnak, amennyiben a vizsgálati eljárást nem tartjuk be szigorúan. Másrészt, bizonyos számú meghatározás szigorúan egyezményes, és komplex kémiai összetételű termékekre vonatkozik. Ajánlatos, hogy – amennyiben rendelkezésre áll –, a laboratóriumok jól meghatározott, standard összetételű műtrágyát használjanak.

1. módszer

VIZSGÁLATI MINTA KÉSZÍTÉSE

1. CÉL

Ezen dokumentum célja, hogy meghatározza a végmintából vett vizsgálati minta készítési módszerét.

2. ALAPELV

A laboratóriumban kapott végső minta készítése műveletek sorozatából áll, rendszerint szitálásból, őrlésből és keverésből, amelyeket oly módon kell végezni, hogy:

– egyrészt a vizsgálati módszerek által előírt, legkisebb lemért mennyiség reprezentatív legyen a laboratóriumi mintára nézve,

– másrészt a műtrágya finomsága a készítés során ne változzon meg olyan mértékben, hogy az jelentősen befolyásolja a különböző kivonószerekben való oldhatóságát.

3. ESZKÖZÖK

Mintaosztó (igény szerint)

0,2 mm, illetve 0,5 mm lyukú szita

250 ml-es lombikok, dugaszolva

porcelánmozsár és dörzscsésze vagy őrlő

4. AZ ALKALMAZANDÓ KEZELÉSEK MEGVÁLASZTÁSA

Előzetes megjegyzés

Ha a termék megfelelő, akkor csupán a végső mintának egy reprezentatív részét kell megőrizni.

4.1. **Végső minták, amelyeket nem szabad őrölni**

Kalcium-nitrát, kalcium-magnézium-nitrát, nátrium-nitrát, chilei salétrom, kalcium-ciánamid, nitrogéntartalmú kalcium-ciánamid, ammónium-szulfát, több mint 30 % N-t tartalmazó ammónium-nitrátok, karbamid, foszformentes salak, részben oldhatóvá tett nyers foszfát, kicsapatott dikalcium-foszfát-dihidrát, kalcinált-foszfát, alumínium-kalcium-foszfát, puha őrölt nyersfoszfát.

4.2. **Végső minták, amelyeket meg kell osztani, és amelyek egy részét meg kell őrölni**

Ezek olyan termékek, amelyek vonatkozásában bizonyos meghatározásokat előzetes őrlés nélkül (pl. az őrlés finomsága), más meghatározásokat őrlés után végzünk. Ide tartozik a foszfát alkotórészeket tartalmazó összes összetett műtrágya: Thomas-salak, alumínium-kalcium-foszfát, kalcinált-foszfát, puha őrölt nyersfoszfát és részben oldhatóvá tett nyersfoszfát. E célból a végső mintát mintaosztó segítségével vagy negyedeléssel osszuk két részre úgy, hogy a részek a lehető legjobban hasonlítsanak egymásra,.

4.3. **Végső minták, amelyek vonatkozásában az összes meghatározást őrölt terméken kell végrehajtani**

A végső mintának csupán reprezentatív részét kell őrölni. Ide tartozik a listán szereplő összes többi olyan műtrágya, amely nem szerepel a 4.1. és a 4.2. pontban.

5. MÓDSZER

A 4.2. és a 4.3. pontban említett végminta egy részét gyorsan átszitáljuk egy 0,5 mm lyukú szitán. A maradékot durván megőröljük, hogy olyan terméket nyerjünk, amelyben a lehető legkevesebb finom részecske található, majd átszitáljuk. Az őrlést olyan körülmények között kell végezni, hogy az anyag jelentősebben ne melegedjék fel. A műveletet annyiszor ismételjük, ahányszor szükséges, amíg az összes maradék eltűnik. A lehető leggyorsabban el kell végezni, nehogy az alkotórészek (víz, ammónia) megszaporodjanak vagy elvesszenek. A megőrölt és átszitált terméket teljes egészében egy tiszta, dugaszolható lombikba tesszük.

Mielőtt az elemzéshez szükséges tömegmérést elvégeznénk, az egész mintát alaposan össze kell keverni.

6. KÜLÖNLEGES ESETEK

a) **Több kristálykategória keverékéből álló műtrágyák**

Ebben az esetben gyakran előfordul a szétválás. Ezért elengedhetetlenül fontos a mintát összetörni és 0,200 mm lyukú szitán átszitálni. Például: ammónium-foszfát és kálium-nitrát keverékek. Ezeknek a termékeknek az esetében ajánlatos teljes egészében megőrölni a végső mintát.

b) **Maradék, amelyet nehéz őrölni, és amely nem tartalmaz műtrágyaanyagot**

Mérjük meg a maradékot, és vegyük figyelembe a tömegét a végeredmény számításakor.

c) **Termékek, amelyek melegítéskor bomlanak**

Az őrlést úgy kell végezni, hogy melegedés egyáltalán ne következzék be. Ilyenkor ajánlatos dörzscsészét használni az őrléshez. Például: kalcium-ciánamidot és karbamidot tartalmazó összetett műtrágyák.

d) **Termékek, amelyek rendellenesen nedvesek, vagy őrléskor pépessé válnak**

A homogenitás biztosítása érdekében olyan szitát kell választani, amelynek a legkisebb lyukmérete összemérhetők a darabok kézzel vagy mozsárral történő darabolása során kapott anyaggal. Ez érvényes keverékekre, bizonyos adalékokra, amelyek egyes alkotórészei kristályvizet tartalmaznak.

2. módszerek

NITROGÉN

2.1. módszer

AZ AMMÓNIUM-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja az ammónium-nitrogén meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes nitrogéntartalmú műtrágya, beleértve az összetett műtrágyákat, amelyekben a nitrogén kizárólagosan ammóniumsók, vagy ammóniumsók és nitrátok alakjában található meg.

Karbamidot, ciánamidot vagy egyéb szerves nitrogénvegyületet tartalmazó műtrágyák esetében nem alkalmazható.

3. ALAPELV

Az ammónia kivonása nátrium-hidroxid felesleggel; desztillálás; az ammónium-hozam meghatározása kénsav mérőoldat adott mennyiségében és a fölös mennyiségű sav titrálása nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1·18), valamint egy térfogatrész víz

4.2. Kénsav: 0,1 N

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,1 N } az a. változathoz.

4.4. Kénsav: 0,2 N

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N } a b. változathoz (lásd 2. megjegyzés)

4.6. Kénsav: 0,5 N

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N } a c. változathoz (lásd 2. megjegyzés)

4.8. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % NaOH (d = 1 33), ammóniamentes.

4.9. Indikátoroldatok

4.9.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk ebből az indikátoroldatból.

4.9.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel, és szükség esetén szűrjük meg. Ezt az indikátort (4–5 cseppet) is lehet használni az előző helyett.

4.10. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

4.11. Analitikai ammónium-szulfát

5. ESZKÖZÖK

5.1. Desztillálókészülék, amely áll egy megfelelő űrtartalmú, gömbölyű fenekű lombikból, amely cseppfogóval felszerelt lepárlóval csatlakozik egy hűtőhöz (kondenzátor).

1. megjegyzés

Az ezen meghatározáshoz jóváhagyott és ajánlott különböző berendezésfajtákat az 1., 2., 3. és 4. ábra mutatja, ahol a szerkezeti kialakítás összes jellemzője látható.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es pipetták.

5.3. 500 ml-es mérőlombik.

5.4. Rotációs rázógép (35–40 fordulat/perc)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. **Oldatkészítés**

A mintán végezzünk oldhatósági vizsgálatot vízben szobahőmérsékleten, 2 % -os arányban. Mérjünk le 0,001 g pontossággal, az 1. táblázatban megadott adatok szerint, 5 vagy 7 vagy 10 g mennyiséget az előkészített mintából, és tegyük 500 ml-es mérőlombikba. Az oldhatósági próba eredményének megfelelően a következőképpen járjunk el:

a) *A vízben teljesen oldható termékek*

Öntsünk a lombikba annyi vizet, amely a minta feloldásához szükséges; rázzuk össze, majd amikor teljesen feloldódott, töltsük a jelig vízzel, és jól keverjük össze.

b) *Vízben nem teljesen oldható termékek*

Öntsünk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml sósavat (4.1.). Rázzuk össze, tegyük félre, és várjuk meg, amíg a széndioxid-fejlődés megszűnik. Öntsünk hozzá 400 ml vizet, és rázassuk fél órán keresztül rotációs rázógéppel (5.4.). Töltsük a jelig vízzel, keverjük össze, és száraz szűrőn keresztül szűrjük bele száraz gyűjtőedénybe.

7.2. **Az oldat elemzése**

A választott változattól függően, öntsünk a gyűjtőedényben kimért mennyiségű kénsav mérőoldatot az 1. táblázatnak megfelelően. Adjuk hozzá a megfelelő mennyiségű választott indikátoroldatot (4.9.1. vagy 4.9.2.) és szükség esetén vizet, hogy a térfogat legalább 50 ml legyen. A kondenzátor hűtőcsövének a vége az oldat felszíne alá kell, hogy érjen.

A táblázatban megadott részletek szerint vigyünk át precíziós pipettával *aliquot* résznyi adagot ([1]) a tiszta oldatból a készülék desztillálólombikjába. Öntsünk hozzá vizet, hogy a teljes térfogat kb. 350 ml legyen, és adjunk hozzá néhány horzsakő szemcsét a forrás szabályozása végett.

Szereljük össze a desztilláló berendezést. Ügyelve arra, hogy ne képződjék ammóniaveszteség, a desztilláló lombik tartalmához adjunk hozzá 10 ml tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.8.) vagy 20 ml oldatot abban az esetben, ha 20 ml sósavat (4.1.) használtunk a tétel feloldására. Fokozatosan melegítsük a lombikot az erőteljes forrás elkerülése végett. A forrás kezdetekor végezzünk desztillálást 10-15 percenként kb. 100 ml-es adagokban; a párlat teljes mennyisége kb. 250 ml legyen ([2]). Amikor már nem valószínű, hogy az ammóniafejlődés tovább folytatódik, süllyesszük le a gyűjtőedényt úgy, hogy a kondenzátor hűtőcsövének a vége a folyadékfelszín fölé emelkedjék.

Hogy megbizonyosodjunk afelől, hogy az összes ammónia teljesen lepárlódott, megfelelő reagenssel vizsgáljuk meg a keletkező párlatot. Mossuk ki a kondenzátor kivezető csövét egy kevés vízzel, és titráljuk a savfelesleget a választott változathoz előírt nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal (lásd 2. megjegyzés).

2. megjegyzés

Különböző erősségű mérőoldatokat lehet használni a visszatitráláshoz, feltéve hogy a titráláshoz használt mennyiségek lehetőleg nem haladják meg a 40-45 ml-t.

7.3. **Vakpróba**

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát, és ezt vegyük viszonyítási alapnak a végeredmény kiszámításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzések elvégzése előtt nézzük meg a választott változatra előírt maximális nitrogén-mennyiséget tartalmazó, frissen készített ammónium-szulfát (4.11.) oldat *aliquot* részét használva, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy a módszert helyesen alkalmazzuk-e.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Fejezzük ki a vizsgálat eredményét az elemzésre kapott műtrágya ammónium-nitrogén tartalmának a százalékában.

9. MELLÉKLETEK

Ahogy az 5.1. „ESZKÖZÖK” című pont 1. megjegyzésében az 1., 2., 3. és 4. ábra mutatja be az e dokumentumban használt különféle berendezésfajták konstrukciós jellemzőit.

([1]) Az 1. táblázat szerint vett, az aliquot részben található ammónium-nitrogén mennyisége kb. a következő lesz:
– 0,05 g az a változat
– 0,10 g a b változat
– 0,20 g a c változat esetén.

([2]) A kondenzátort úgy kell szabályozni, hogy a párlat folyamatos áramlása biztosított legyen. A desztillációnak 30–40 perc alatt be kell fejeződnie.

1. táblázat

A műtrágyákban található ammónium-nitrogén, valamint ammónium- és nitrát-nitrogén meghatározása

A módszer a, b és c változataira külön-külön végrehajtandó tömegmérés, hígítás és számítás táblázata

a. változat

A desztillálandó nitrogén hozzávetőleges maximális mennyisége: 50 mg

A gyűjtőedénybe öntendő 0,1 N kénsav mennyisége 50 ml.

Visszatitrálás 0,1 N NaOH-dal vagy KOH-dal

Bejelentés (N %)	Mérni kívánt mennyiség (g)	Hígítás (ml)	A desztillálandó minta oldata (ml)	Az eredmény megadása [1] (N % = (50–A) F)
0– 5	10	500	50	(50–A) × 0,14
5–10	10	500	25	(50–A) × 0,28
10–15	7	500	25	(50–A) × 0,40
15–20	5	500	25	(50–A) × 0,56
20–40	7	500	10	(50–A) × 1,00

b. változat

A desztillálandó nitrogén hozzávetőleges maximális mennyisége: 100 mg

A gyűjtőedénybe öntendő 0,2 N kénsav mennyisége: 50 ml.

Visszatitrálás 0,2 N NaOH-dal vagy KOH-dal

Bejelentés (N %)	Mérni kívánt mennyiség (g)	Hígítás (ml)	A desztillálandó mintaoldat (ml)	Az eredmény megadása [1] (N % = (50–A) F)
0– 5	10	500	100	(50–A) × 0,14
5–10	10	500	50	(50–A) × 0,28
10–15	7	500	50	(50–A) × 0,40
15–20	5	500	50	(50–A) × 0,56
20–40	7	500	20	(50–A) × 1,00

c. változat

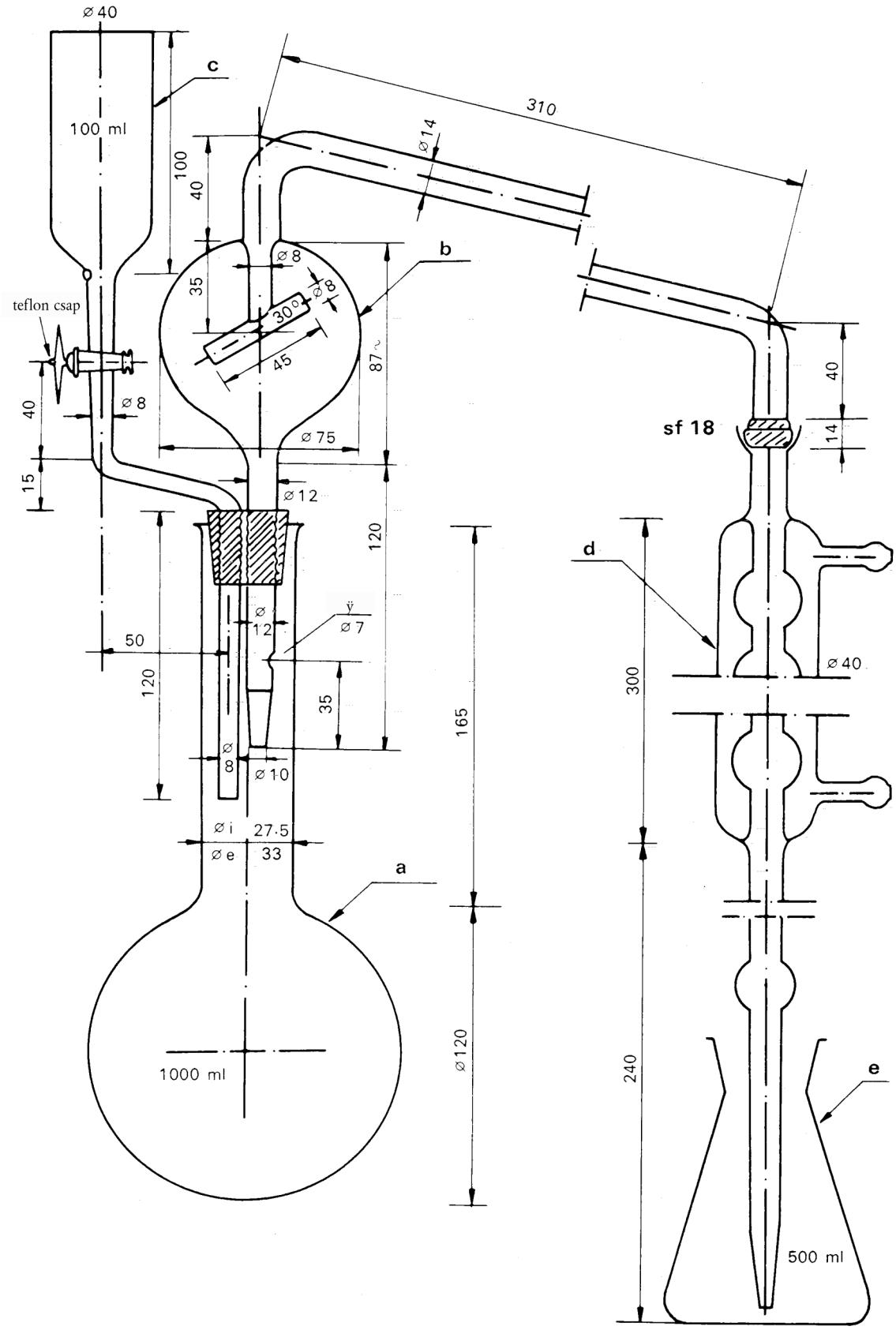
A desztillálandó nitrogén hozzávetőleges maximális mennyisége: 200 mg

A gyűjtőedénybe öntendő 0,5 N kénsav mennyisége 35 ml.

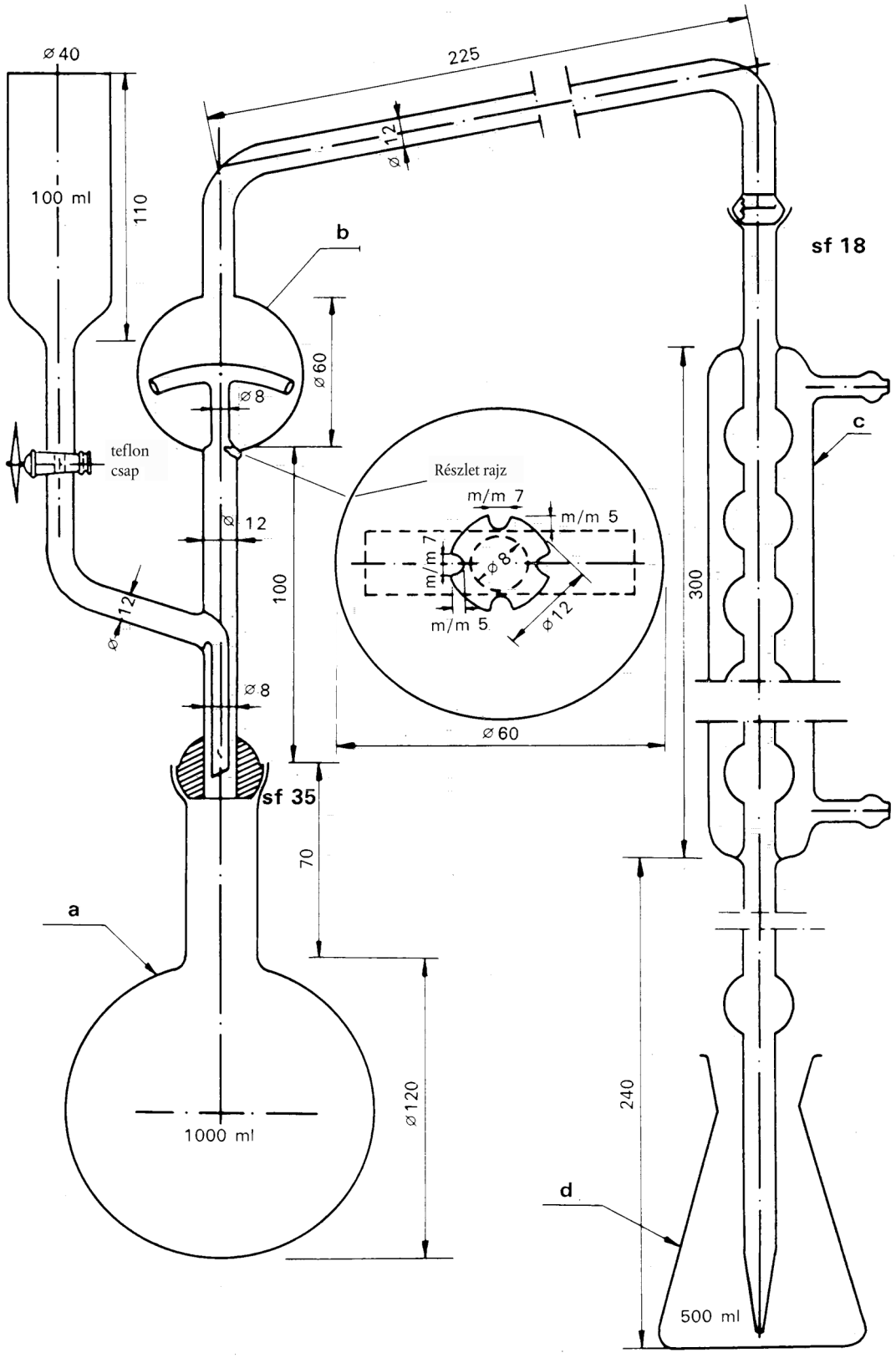
Visszatitrálás 0,5 N NaOH-dal vagy KOH-dal

Bejelentés (N %)	Mérni kívánt mennyiség (g)	Hígítás (ml)	A desztillálandó mintaoldat (ml)	Az eredmény megadása [1] (N % = (50–A) F)
0– 5	10	500	200	(35–A) × 0,175
5–10	10	500	100	(35–A) × 0,350
10–15	7	500	100	(35–A) × 0,500
15–20	5	500	100	(35–A) × 0,700
20–40	5	500	50	(35–A) × 1,400

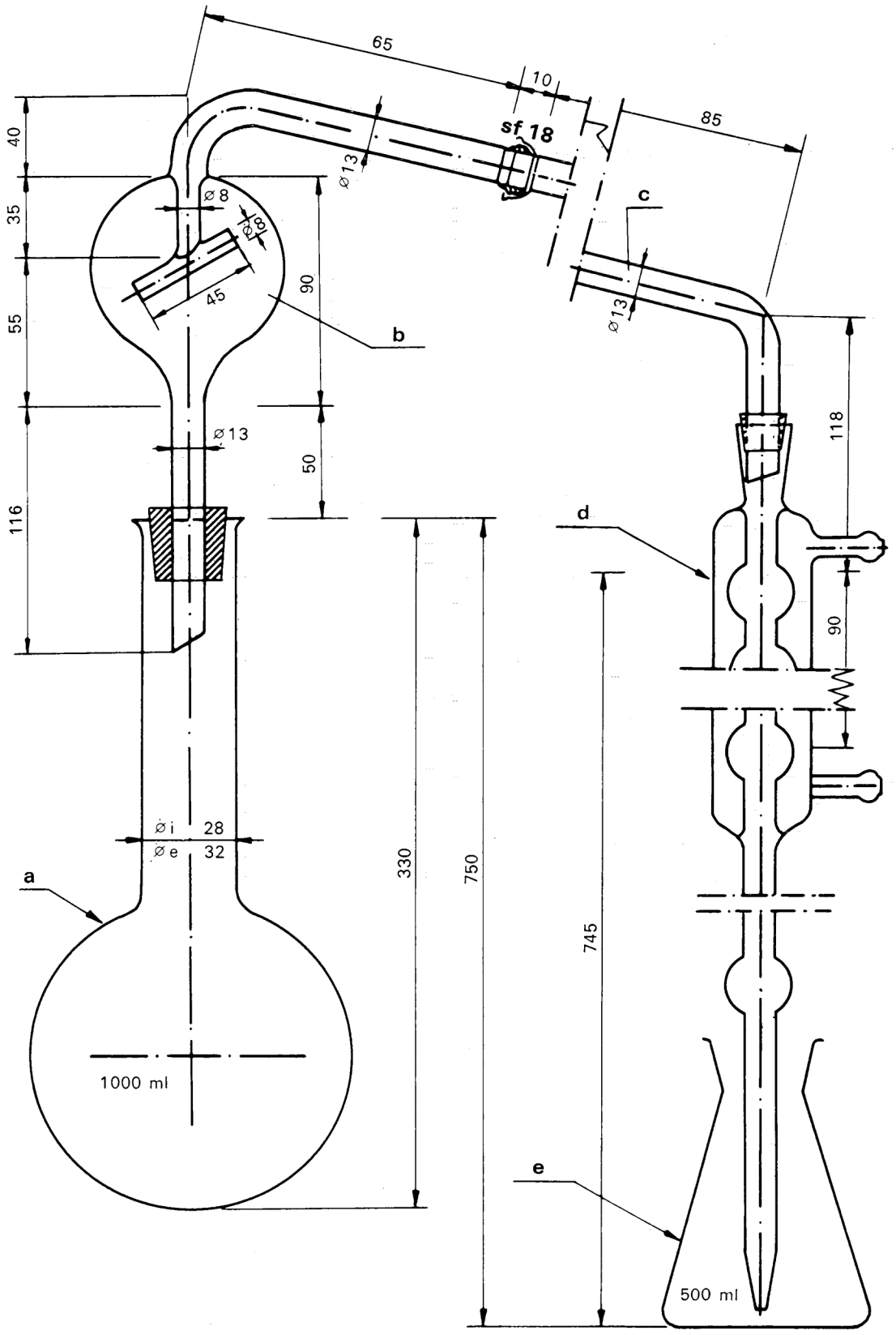
[1] Az eredmény megadásához szükséges képlet alkalmazásában:
50 vagy 35 = milliliter, a gyűjtőedénybe öntendő kénsav mérőoldat.
A = milliliter, a visszatitráláshoz használt nátrium- vagy kálium-hidroxid.
F = tényező, amelynek alkotói a lepárlandó mintaoldat mért mennyisége, hígítása, aliquot része, valamint a térfogati egyenérték.


⌀40
c
100 ml
100
40
310
⌀14
b
⌀8
35
⌀8
30°
45
87
teflon csap
40
⌀8
⌀75
15
⌀12
120
d
⌀12
⌀7
50
120
35
165
⌀8
⌀10
⌀i 27.5
⌀e 33
a
1000 ml
⌀120
sf 18
40
14
300
⌀40
240
e
500 ml

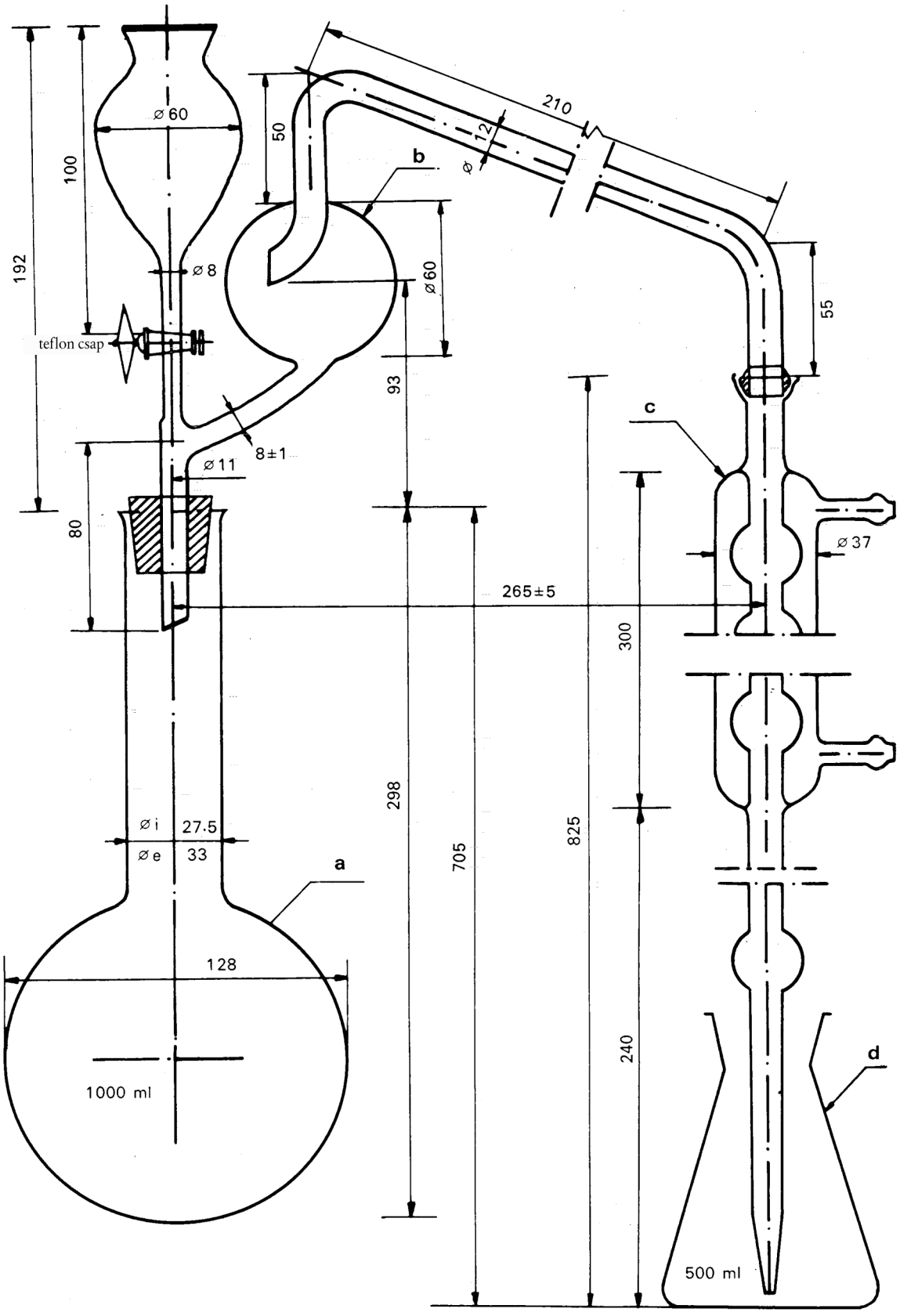
1. ábra


ø40
225
ø12
100 ml
110
b
sf 18
ø60
ø8
teflon
csap
Részlet rajz
m/m 7
m/m 5
ø12
100
300
c
ø8
sf 35
ø60
70
a
ø120
1000 ml
240
d
500 ml

2. ábra


65
10
85
sf 18
40
35
55
116
Ø 13
Ø 8
Ø 8
45
90
b
Ø 13
50
330
750
Ø i 28
Ø e 32
a
1000 ml
c
Ø 13
118
d
90
745
e
500 ml

3. ábra


ø 60
100
192
ø 8
teflon csap
50
b
210
ø 12
ø 60
93
55
c
8±1
ø 11
80
ø 37
265±5
300
298
705
825
ø i
27.5
ø e
33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

4. ábra

Az 1., 2., 3. és 4. ábra magyarázata

1. ábra

a) Gömbölyű fenekű, hosszúnyakú, 1000 ml űrtartalmú lombik.

b) Lepárlócső cseppfogóval, amely gömbcsuklóval (18. szám) csatlakozik a kondenzátorra (a kondenzátorhoz történő csatlakoztatásra szolgáló gömbcsukló megfelelő gumicsatlakozóval is helyettesíthető).

c) Tölcsér tefloncsappal, nátrium-hidroxid hozzáadásához (a csapot szintén lehet szorítóval ellátott gumicsatlakozóval helyettesíteni).

d) 6 gömbös kondenzátor, a bemenetnél gömbcsuklóval (18. szám), amely az üveg csőtoldatba torkolló kimenetnél kis méretű gumicsatlakozóval van összekötve (amikor a lepárlócső csatlakoztatása gumicsővel történik, a gömbcsukló megfelelő gumidugóval helyettesíthető).

e) 500 ml-es edény, amely a párlat gyűjtésére szolgál.

A készülék üvegből készül, amely használat során állja a lúgos hatású, desztillált anyagokat.

2. ábra

a) Gömbölyű fenekű, rövidnyakú, 1000 ml-es lombik, gömbcsuklóval (35. szám).

b) Cseppfogós lepárlócső, a bemenetnél (35. szám) és a kimenetnél (18. szám) gömbcsuklóval felszerelve, amely oldalt tefloncsappal csatlakozik egy, a nátrium-hidroxid hozzáadására szolgáló tölcsérhez.

c) 6 gömbös kondenzátor, a bemenetnél gömbcsuklóval (18. szám), amely az üveg csőtoldatba torkolló kimenetnél kis méretű gumicsatlakozóval van összekötve.

(d) 500 ml-es edény, amely a párlat gyűjtésére szolgál.

A készülék üvegből készül, amely használat során állja a lúgos hatású desztillált anyagokat.

3. ábra

a) Gömbölyű fenekű, hosszúnyakú, 750 vagy 1000 ml-es tölcséres szájú lombik.

b) Lepárlócső cseppfogóval és gömbcsuklóval (18. szám) felszerelve a kimenetnél.

c) Könyökcső, gömbcsuklóval (18. szám) a bemenetnél és cseppfogó kúppal (a lepárlócsőhöz való csatlakoztatáshoz gumicső is használható a gömbcsukló helyett).

d) 6 gömbös kondenzátor, amely a kimenetnél kis méretű gumicsatlakozóval csatlakozik egy üveg csőtoldathoz.

e) 500 ml-es edény, amely a párlat gyűjtésére szolgál.

A készülék üvegből készül, amely használat során állja a lúgos hatású desztillált anyagokat.

4. ábra

a) Gömbölyű fenekű, hosszúnyakú, 1000 ml-es tölcséres szájú lombik.

b) Lepárlócső cseppfogóval és gömbcsuklóval (18. számú) felszerelve a kimenetnél, amely oldalt a nátrium-hidroxid hozzáadására szolgáló tefloncsappal ellátott tölcsérhez csatlakozik, (a gömbcsukló helyett megfelelő gumidugó használható; a csap megfelelő szorítóval ellátott gumicsatlakozóval helyettesíthető).

c) 6 gömbös kondenzátor, a bemenetnél gömbcsuklóval (18. szám), amely a üveg csőtoldatba torkolló kimenetnél kis méretű gumicsatlakozóval van összekötve (amikor a lepárlócső csatlakoztatása gumicsővel történik, a gömbcsukló megfelelő gumidugóval helyettesíthető).

d) 500 ml-es edény, amely a párlat gyűjtésére szolgál.

A készülék üvegből készül, amely használat során állja a lúgos hatású desztillált anyagokat.

2.2. módszerek

A NITRÁT- ÉS AMMÓNIUM-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

2.2.1. módszer

A NITRÁT-NITROGÉN ÉS AZ AMMÓNIUM-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA ULSCH-MÓDSZERREL

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a nitrát- és az ammónium-nitrogén Ulsch- módszer szerinti redukciós meghatározását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes nitrogénműtrágya, beleértve az összetett műtrágyákat is, amelyekben a nitrogén kizárólag nitrát-nitrogén vagy ammónium-nitrogén és nitrát-nitrogén alakban fordul elő.

3. ALALPELV

Nitrátok és nitritek ammóniává redukálása fémvassal savas közegben történik, az így keletkezett ammónia kiűzése pedig nátrium-hidroxid felesleg hozzáadásával; az ammónia lepárlása és az ammónia-hozam meghatározása kénsav mérőoldat segítségével, ismert térfogatban. A kénsavfelesleg titrálását nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal kell végrehajtani.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1,18) + egy térfogatrész víz.

4.2. Kénsav: 0,1 N

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N

4.4. Kénsav oldat, kb. 30 % -os H_2SO_4, ammóniamentes.

4.5. Hidrogénben redukált vaspor (az előírt vasmennyiségnek képesnek kell lennie legalább 0,05 g nitrát-nitrogén redukálására).

4.6. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % NaOH (d = 1,33), ammóniamentes.

4.7. Indikátoroldatok

4.7.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke, és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.7.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 % -os etanolban. Töltsük fel vízzel 100 ml-re, és szükség esetén szűrjük le.

Az előző helyett lehet ezt az indikátort használni (négy-öt csepp).

4.8. Sósavval mosott és kalcinált horzsakőszemcsék.

4.9. Analitikai nátrium-nitrát

5. ESZKÖZÖK

Lásd 2.1. módszer

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Lásd 2.1. módszer.

7.2. **Az oldat elemzése**

Öntsünk a gyűjtőedénybe pontosan kimért mennyiségű kénsav mérőoldatot a 2.1. módszer a. változat 1. táblázata szerint, és adjunk hozzá megfelelő mennyiségű 4.7.1. vagy 4.7.2. indikátoroldatot. A kondenzátor hűtőcsövének a vége a gyűjtőedényben lévő sav-mérőoldat felszíne alatt legyen.

Precíziós pipettával vigyünk át a 2.1. módszer (a változat) 1. táblázata szerinti tiszta oldatból egy *aliquot* részt a készülék desztilláló lombikjába. Adjunk hozzá 350 ml vizet, 20 ml 30 % -os kénsavoldatot (4.4.), keverjük össze, és adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.5.). Mossuk ki a lombik nyakát néhány ml vízzel, majd helyezzünk a lombik nyakába kisméretű, hosszú szárú tölcsért. Melegítsük forróvizes fürdőben 1 órán keresztül, majd mossuk ki a tölcsér szárát néhány ml vízzel.

Ügyelve arra, hogy elkerüljük az ammóniaveszteséget, adjunk a lepárló lombik tartalmához 50 ml tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.6.), vagy azokban az esetekben, ha 20 ml sósavat (1+1) (4.1.) használtunk a minta feloldására, adjunk hozzá 60 ml tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.6.). Szereljük össze a desztillálókészüléket. Desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszerben leírt eljárás szerint.

7.3. **Vakpróba**

Végezzünk vakpróbát ugyanilyen körülmények között, és ezt vegyük alapul a végeredmény kiszámításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük 0,045–0,050 g nitrogént tartalmazó, frissen készített nátrium-nitrát oldatból (4.9.) vett *aliquot* résszel, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágyában található nitrát-nitrogén vagy ammónium-nitrogén és nitrát-nitrogén százalékaként adjuk meg.

2.2.2. módszer

A NITRÁT-NITROGÉN ÉS AZ AMMÓNIUM-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA ARND-MÓDSZERREL

1. CÉL

Ezen dokumentum célja, hogy meghatározza a nitrát- és az ammónium-nitrogén Arnd-módszer szerinti redukcióját. (A három a., b. és c. változathoz módosítva.)

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Lásd 2.2.1. módszer

3. ALAPELV

Nitrátok és nitritek ammóniává redukálása közömbös vizes oldatban 60 % Cu-ből és 40 % Mg-ból (Arnd-ötvözet) álló fémötvözettel, magnézium-klorid jelenlétében.

Az ammónia lepárlása és a hozam meghatározása kénsav mérőoldat ismert térfogatában. A kénsavfelesleg titrálása nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1,18) + egy térfogatrész víz.

4.2. Kénsav: 0,1 N

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N } a. változat esetén

4.4. Kénsav: 0,2 N

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N } b. változat esetén (lásd 2.1. módszer 2. megjegyzés)

4.6. Kénsav: 0,5 N

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N } c. változat esetén (lásd 2.1. módszer, 2. megjegyzés)

4.8. Nátrium-hidroxid oldat: kb. 2 N

4.9. Analitikai Arnd-ötvözet: porítva úgy, hogy átszűrődjön 1 mm^2-nél kisebb lyukú szitán.

4.10. 20 % magnézium-klorid oldat

Oldjunk fel 200 g magnézium-kloridot ($MgCl_2 \times 6H_2O$) kb. 600–700 ml vízben, 1 literes lapos aljú lombikban. A habképződés megelőzése végett adjunk hozzá 15 g magnézium-szulfátot ($MgSO_4 \times 7H_2O$).

Amikor feloldódott, adjunk hozzá 2 g magnézium-oxidot és egy kevés horzsakőszemcsét, majd forralással koncentráljuk a szuszpenziót 200 ml-re, kiűzve ezáltal minden ammónianyomot a reagensekből. Hűtsük le, töltsük fel 1 literre az oldatot, és szűrjük le.

4.11. Indikátoroldatok

4.11.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel vízzel 1 literre.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.11.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 % -os etanolban. Töltsük fel vízzel 100 ml-re, és szükség esetén szűrjük le. Ezt az indikátort az előző helyett lehet használni (négy-öt cseppet).

4.11.3 Kongóvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 3 g kongóvöröst 1 liter meleg vízben, és lehűlés után szűrjük le, ha szükséges. Ez az indikátor használható a fenti kettő helyett savas kivonatok desztillálás előtti közömbösítéséhez, 0,5 ml-t használva a közömbösítendő folyadék minden 100 ml-jéhez.

4.12. Sósavval mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

4.13. Analitikai nátrium-nitrát

5. ESZKÖZÖK

Lásd 2.1. módszer.

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer.

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Lásd 2.1. módszer.

7.2. **Az oldat elemzése**

A választott változatnak megfelelően tegyük a gyűjtőedénybe a 2.1. módszer 1. táblázatában feltüntetett, pontosan lemért mennyiségű kénsav mérőoldatot. Adjuk hozzá a megfelelő mennyiségű választott indikátoroldatot (4.11.1. vagy 4.11.2.), és végül annyi vizet, hogy a térfogata legalább 50 ml legyen. A kondenzátor hűtőcsövének a vége az oldat felszíne alatt kell, hogy legyen.

Precíziós pipettával az 1. táblázat szerint vegyünk megfelelő mennyiségű *aliquot* részt a tiszta oldatból. Öntsük a készülék lepárlólombikjába.

Töltsük fel megfelelő mennyiségű vízzel kb. 350 ml teljes térfogatra (lásd 1. megjegyzés), adjunk hozzá 10 g Arnd-ötvözetet (4.9.), 50 ml magnézium-klorid oldatot (4.10.) és néhány horzsakődarabkát (4.12.). Gyorsan csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez. Gyengén melegítsük kb. 30 percig. Ezután növeljük a fűtést az ammónia lepárlása végett. Folytassuk a lepárlást kb. egy órán keresztül. Ez idő alatt a lombikban található maradéknak szirupos állagúvá kell válnia. Miután a lepárlás befejeződött, titráljuk a gyűjtőedényben lévő savfelesleget a 2.1. módszer szerinti eljárással.

1. megjegyzés

Amikor a műtrágya mintaoldat savas, (20 ml (1+1) HCl (4.1.) hozzáadása a minta oldása végett), az elemzéshez kivett *aliquot* részt a következőképpen közömbösítjük: a vett *aliquot* részt tartalmazó lepárlólombikba öntsünk kb. 250 ml vizet, valamelyik indikátorból a szükséges mennyiséget (4.11.1., 4.11.2., 4.11.3.), és jól rázzuk össze.

Közömbösítsük 2 N nátrium-hidroxid oldattal (4.8.), és savasítsuk meg ismét egy csepp (1+1) sósavval (4.1.). Ezután folytassuk a 7.2. (második sor) szerint.

7.3. **Vakpróba**

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát, és ezt vegyük alapul a végeredmény számításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés megkezdése előtt ellenőrizzük a választott változattól függően 0,050–0,150 g nitrát-nitrogént tartalmazó, frissen készített nátrium-nitrát oldattal (4.13.), hogy a készülék helyesen működik-e, és hogy a megfelelő módszert alkalmazzuk-e.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Lásd 2.2.1 módszer

2.2.3. módszer

A NITRÁT-NITROGÉN ÉS AMMÓNIUM-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA DEVARDA-MÓDSZERREL

1. CÉL

Ezen dokumentum célja, hogy meghatározza a nitrát-nitrogén és az ammónium-nitrogén Devarda szerinti redukciójának módszerét (A három a., b. és c. változatokhoz módosítva).

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Lásd 2.2.1. módszer

3. ALAPELV

A nitrátok és nitritek ammóniává redukálása erősen lúgos oldattal, 45 % Al-t, 5 % Zn-t és 50 % Cu-t tartalmazó fémötvözettel (Devarda-ötvözet). Az ammónia lepárlása és hozamának meghatározása ismert térfogatú kénsav mérőoldatban; a kénsavfelesleg titrálása nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldattal.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Hígított sósav: egy térfogatrész HCl (d = 1,18) + egy térfogatrész víz.

4.2. Kénsav: 0,1 N

4.3. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N } az a. változat esetén

4.4. Kénsav: 0,2 N

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N } b. változat esetén (lásd 2.1. módszer 2. megjegyzés)

4.6. Kénsav: 0,5 N

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N } c. változat esetén (lásd 2.1. módszer, 2. megjegyzés)

4.8. Analitikai Devarda-ötvözet

Porítva úgy, hogy 90–100 %-a átszűrődjön a 0,25 mm^2-nél kisebb lyukú szitán, 50–75 %-a pedig 0,075 mm^2 kisebb lyukú szitán.

Maximum 100 g mennyiséget tartalmazó, előre csomagolt üveg használata javasolt.

4.9. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % -os NaOH (d = 1.33), ammóniamentes.

4.10. Indikátoroldatok

4.10.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A oldatot két térfogatrész B oldattal.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.10.2. Metilvörös indikátor

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 % -os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel, és szükség esetén szűrjük le.

Az előző helyett ezt az indikátort (négy-öt cseppet) lehet használni.

4.11. Etanol 95–96 %

4.12. Analitikai nátrium-nitrát

5. ESZKÖZÖK

Lásd 2.1. módszer

5.1. Megfelelő űrtartalmú, gömbölyű fenekű lombikot tartalmazó desztillálókészülék, amely a desztillálókészülékhez cseppfogóval ellátott lepárlócsővel csatlakozik, továbbá a párlatot gyűjtő edényre buborékcsapda van szerelve az ammóniaveszteség megakadályozására.

Az ezen meghatározáshoz jóváhagyott készülékfajta az 5. ábrán látható, ahol a szerkezeti kialakítás összes jellemzője megjelenik.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 és 200 ml-es pipetták

5.3. 500 ml-es mérőlombik.

5.4. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Lásd 2.1. módszer

7.2. **Az oldat elemzése**

Az oldat *aliquot* részében jelen lévő nitrát-nitrogén mennyisége nem haladhatja meg az 1. táblázatban megjelölt maximális mennyiséget.

A választott változatnak megfelelően öntsünk a gyűjtőedénybe pontosan kimért mennyiségű kénsav mérőoldatot az 1. táblázat szerint. A választott indikátoroldatból (4.10.1. vagy 4.10.2.) adjunk hozzá megfelelő mennyiséget, és végül annyi vizet, hogy a térfogat 50 ml legyen. A desztillálókészülék hűtőcsövének a vége az oldat felszíne alatt legyen. Töltsük meg a buborékcsapdát desztillált vízzel.

A 2.1. módszer 1. táblázatában megadottak szerint precíziós pipettával vegyünk 1 *aliquot* részt. Tegyük a lepárló lombikba.

Öntsünk megfelelő mennyiségű vizet a lepárló lombikba, hogy a térfogat 250–300 ml legyen, valamint 5 ml etanolt (4.11.) és 4 g Devarda-ötvözetet (4.8.). (Lásd 2. megjegyzés.)

Ügyelve az ammóniaveszteség elkerülésére, öntsünk a lombikba kb. 30 ml 30 % -os nátrium-hidroxid oldatot (4.9.) és végül savval oldható minta esetén egy további mennyiséget, amely elegendő az elemzéshez vett *aliquot* részben jelen lévő sósavmennyiség (4.1.) közömbösítéséhez. Csatlakoztassuk a lepárlólombikot a készülékre, ügyelve arra, hogy a csatlakozások szorosan illeszkedjenek. Óvatosan rázzuk a lombikot, hogy a tartalma keveredjék össze.

Gyengén melegítsük kb. fél órán át, úgy, hogy a hidrogén felszabadulása jelentősen csökkenjen és a folyadék forrni kezdjen. Folytassuk a lepárlást, a hőt úgy növelve, hogy legalább 200 ml folyadék desztillálódjon kb. 30 perc alatt (45 percnél hosszabb ideig ne tartson a lepárlás).

Amikor a desztillálás befejeződött, szereljük le a gyűjtőedényt a készülékről, gondosan mossuk ki a hűtőcsövet és a buborékcsapdát, az öblítővizet a titráló lombikba gyűjtve. Titráljuk a savfelesleget a 2.1. módszer szerinti eljárással.

2. megjegyzés

Kalciumsók, pl. kalcium-nitrát és kalcium-ammónium-nitrát jelenlétében lepárlás előtt az *aliquot* részben jelen lévő mintához grammonként 0,700 g nátrium-foszfátot kell hozzáadni ($Na_2HPO_4 \times 2H_2O$) a $Ca(OH)_2$ képződés megakadályozására.

7.3. **Vakpróba**

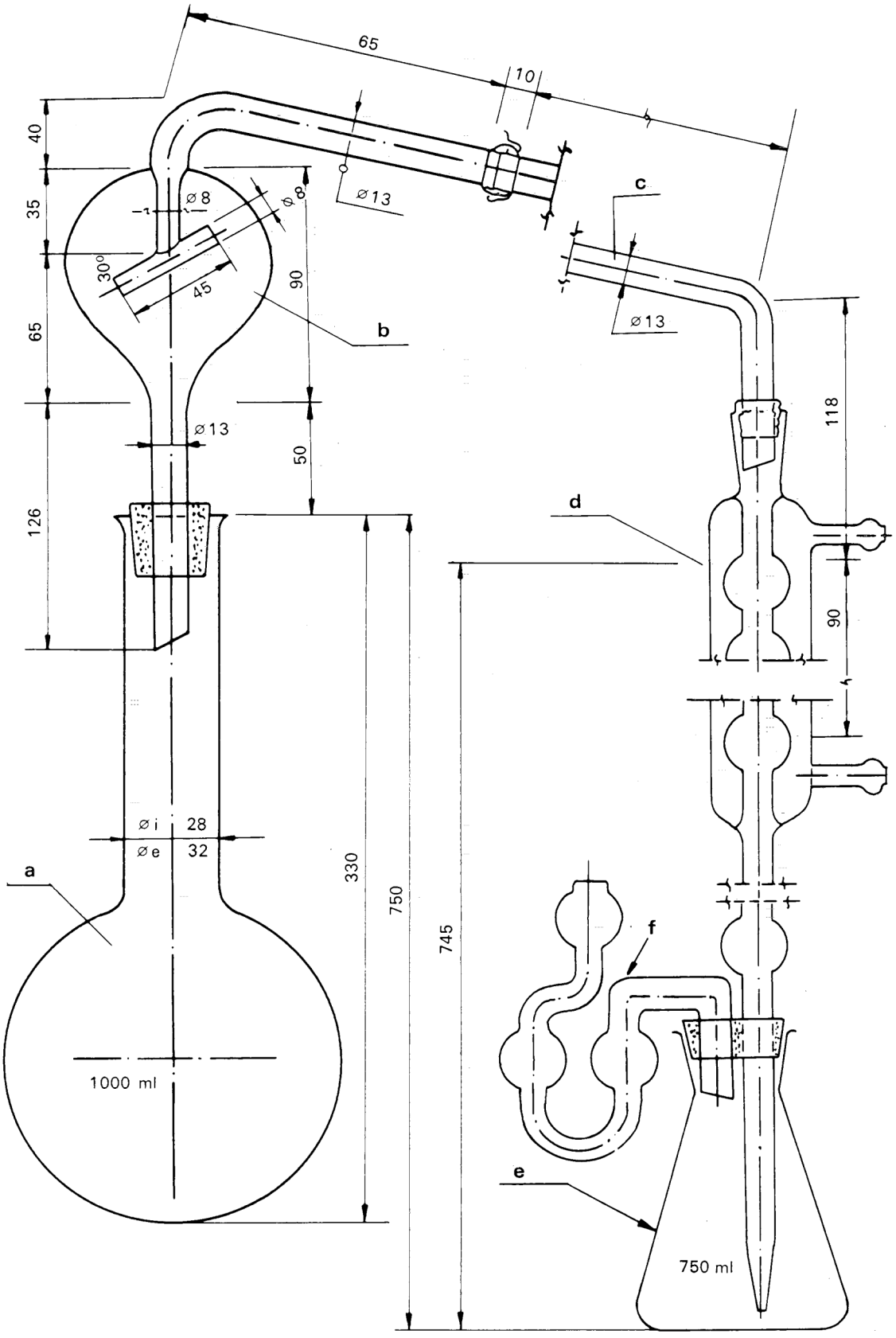
Végezzünk vakpróbát hasonló feltételek mellett, és ezt vegyük alapul a végeredmény számításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés végrehajtása előtt ellenőrizzük a választott változatnak megfelelően 0,50–0,150 g nitrát-nitrogént tartalmazó, frissen készített nátrium-nitrát oldat (4.12.) *aliquot* részével, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy a módszert helyesen alkalmazzuk-e.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Lásd 2.2.1. módszer


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

5. ábra

Magyarázat az 5. ábrához

a) 750 ml-es (1000 ml-es) gömbölyű fenekű, hosszúnyakú tölcséres szájú lombik.

b) Lepárlócső cseppfogóval, és 18. számú gömbcsuklóval felszerelve a kimenetnél.

c) Könyökcső, 18. számú gömbcsuklóval a bemenetnél, és cseppfogó küppal felszerelve a kimeneten (a gömbcsukló helyett megfelelő gumicsatlakozót is lehet használni).

d) 6 gömbös desztillálókészülék, a kimenetnél egy buborékcsapdát tartó gumidugóra szerelt üveg csőtoldattal.

e) 750 ml-es edény a párlat gyűjtésére.

(f) Buborékcsapda az ammóniaveszteség megakadályozására

A készülék üvegből használat során állja a lúgos hatású desztillált anyagokat.

2.3. módszer

AZ ÖSSZES NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

2.3.1. módszer

AZ ÖSSZES NITRÁT MEGHATÁROZÁSA NITRÁTMENTES KALCIUM-CIÁNAMIDBAN

1. CÉL

Ez a dokumentum előírja a nitrátmentes kalcium-ciánamidban lévő összes nitrogén meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag (nitrátmentes) kalcium-ciánamidhoz.

3. ALAPELV

A Kjeldahl-roncsolás után a keletkezett ammónium-nitrogén kiűzései nátrium-hidroxiddal, összegyűjtése és becslése kénsav mérőoldatban.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, szén-dioxidtól és mindenféle nitrogénvegyülettől mentes.

4.1. Hígított kénsav (d = 1,54): egy térfogatrész kénsav (d = 1,84) plusz egy térfogatrész víz.

4.2. Analitikai kálium-szulfát.

4.3. Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g mindegyik becsléshez, vagy ezzel egyenértékű mennyiségű réz-szulfát-pentahidrát, 0,95–1,25 g mindegyik becsléshez.

4.4. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % NaOH (d = 1,33) ammóniamentes.

4.5. Kénsav: 0,1 N

4.6. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N

} az a. változat esetén (lásd 2.1. módszer)

4.7. Kénsav: 0,2 N

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N

} b. változat esetén (lásd 2.1. módszer 2. megj.)

4.9. Kénsav: 0,5 N

4.10. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N

} c. változat esetén (lásd 2.1. módszer, 2. megj.)

4.11. Indikátoroldatok

4.11.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.11.2. Metilvörös indikátor

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 % -os etanolban, és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ezt az indikátort (4–5 csepp) is lehet használni az előző helyett.

4.12. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék.

4.13. Analitikai kálium-tiocianát

5. ESZKÖZÖK

5.1. Desztillálókészülék, lásd 2.1. módszer

5.2. Megfelelő űrtartalmú, hosszúnyakú Kjeldahl-lombik.

5.3. 50, 100 és 200 ml-es pipetták

5.4. 250 ml-es mérőlombik.

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Mérjünk le 0,001 g pontossággal 1 g mintát, és tegyük a Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.1.), 10–15 g kálium-szulfátot (4.2.), valamint az előírt katalizátort (4.3.). Lassan hevítsük a víz kiűzése végett, gyengén forraljuk 2 órán keresztül, hagyjuk lehűlni, és hígítsuk 100–150 ml vízzel. Hűtsük le újra, vigyük át veszteség nélkül a szuszpenziót egy 250 ml-es mérőlombikba, töltsük jelig vízzel, rázzuk össze, majd szűrjük át száraz szűrőn egy száraz lombikba.

7.2. **Az oldat elemzése**

Pipettával vigyünk át az így kapott oldatból 50, 100 vagy 200 ml mennyiséget a választott variációnak megfelelően (lásd 2.1. módszer), és desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszer szerint, megfelelő mennyiségű NaOH oldatot (4.4.) hozzáadva a jelentős felesleg biztosítása végett.

7.3. **Vakpróba**

Végezzünk vakpróbát ugyanilyen körülmények között, és ezt vegyük alapul a végeredmény kiszámításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük azt, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert, kálium-tiocianát mérőoldat (4.13.) *aliquot* részének a felhasználásával, megközelítve a mintában lévő nitrogén koncentrációját.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Fejezzük ki az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágya nitrogén (N) tartalmának a százalékában.

a változat: N % = (50 − A) × 0,7.

b változat: N % = (50 − A) × 0,7

c változat: N % = (35 − A) × 0,875

2.3.2. módszer

Az ÖSSZES NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA NITRÁTOT TARTALMAZÓ KALCIUM-CIÁNAMIDBAN

1. CÉL

Ezen dokumentum célja, hogy leírja a kalcium-ciánamidban lévő összes nitrogén meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A módszer nitrátokat tartalmazó kalcium-ciánamidhoz alkalmazandó.

3. ALALPELV

A Kjeldahl-módszer közvetlenül nem alkalmazható nitrátokat tartalmazó kalcium-ciánamidokhoz. Éppen ezért a nitrát-nitrogént fémvassal és ón(II)-kloriddal ammóniává redukáljuk a Kjeldahl-roncsolás előtt.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Kénsav (d = 1,84).

4.2. Hidrogénnel redukált vaspor

4.3. Finoman porrá tört analitikai kálium-szulfát

4.4. Kénsav: 0,1 N

4.5. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N

} az a. változat esetén (lásd 2.1. módszer)

4.6. Kénsav: 0,2 N

4.7. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N

} b. változat esetén (lásd 2.1. módszer 2. megjegyzés)

4.8. Kénsav: 0,5 N

4.9. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N

} c. változat esetén (lásd 2.1. módszer, 2. megjegyzés)

4.10. Indikátoroldatok

4.10.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.10.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 % -os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel, és szükség esetén szűrjük le. Ezt az indikátort (4–5 csepp) is lehet használni az előző helyett.

4.11. Ón(II)-klorid oldat

Oldjunk fel 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-t 400 ml tömény sósavban (d = 1,18), és töltsük fel 1 literre vízzel. Az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie, és közvetlenül felhasználás előtt kell elkészíteni. Nagyon fontos ellenőrizni az ón(II)-klorid redukáló kapacitását.

Megjegyzés

Oldjunk fel 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-t 2 ml tömény sósavban (d = 1,18), és töltsük fel az 50 ml-es jelig vízzel. Utána adjunk hozzá 5 g Rochelle-sót (kálium-nátrium-tartarát), és elegendő mennyiségű analitikai szódabikarbónát ahhoz, hogy az oldat lúgos reakciót mutasson lakmuszpapír-vizsgálattal.

Titráljuk 0,1 N jódoldattal keményítőoldat mint indikátor jelenlétében.

1 ml 0,1 N jódoldat 0,1128 g $SnCl_2 \cdot H_2O$-nak felel meg.

Az így elkészített oldatban jelen lévő összes ónnak legalább 80 % -a kétértékű kell, hogy legyen. A titráláshoz legalább 35 ml 0,1 N jódoldatot kell használni.

4.12. Kb. 30 % NaOH-t (d = 1,33) tartalmazó nátrium-hidroxid oldat, ammóniamentes.

4.13. Nitrát-ammónium mérőoldat

Mérjünk ki 2,5 g analitikai kálium-nitrátot és 10,16 g analitikai ammónium-szulfátot, majd tegyük őket 250 ml-es mérőlombikba. Oldjuk fel vízben, és töltsük fel 200 ml-re. Ennek az oldatnak 1 ml-e 0,01 g nitrogént tartalmaz.

4.14. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

5. ESZKÖZÖK

Lásd 2.3.1. módszer

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Mérjünk be 0,001 g pontossággal 1 g mintát, és tegyük a Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 0,5 g vasport (4.2.), és 50 ml ón(II)-klorid oldatot (4.11.), keverjük meg, és hagyjuk állni fél órán keresztül. Állás közben keverjük meg 10, illetve 20 perc múlva. Azután adjunk hozzá 10 g kálium-szulfátot (4.3.) és 30 ml kénsavat (4.1.). Forraljuk fel, és folytassuk tovább a fehér füst megjelenését követően 1 órán keresztül. Hagyjuk lehűlni, és hígítsuk 100–150 ml vízzel. Vigyük át a szuszpenziót veszteség nélkül egy 250 ml-es mérőlombikba. Hűtsük le és töltsük jelig vízzel, keverjük meg és szűrjük át száraz szűrőn egy száraz tartóedénybe. Ahelyett, hogy leszívatnánk a szuszpenziót a 2.1. módszerben használt a, b vagy c változat alkalmazása végett, az ebben az oldatban lévő ammónium-nitrogén közvetlenül is desztillálható, miután megfelelő mennyiségű nátrium-hidroxidot adtunk hozzá, amely nagy felesleget biztosít (4.12.)

7.2. **Az oldat elemzése**

A 2.1. módszerben használt a, b vagy c változat szerint pipettával vigyünk át az így kapott oldatból 50, 100 vagy 200 ml-t Desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszerben leírt folyamat szerint, ügyelve arra, hogy a desztilláló lombikba a nagy felesleg biztosításához elegendő nátrium-hidroxid oldatot adjunk (4.12.).

7.3. **Vakpróba**

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) ugyanilyen körülmények között, és ezt vegyük alapul a végeredmény kiszámításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés elvégzése előtt egy, a nitrátos kalcium-ciánamidban található ciánamid-, illetve nitrát-nitrogén mennyiséggel összemérhető mennyiségű ammónium- és nitrát-nitrogén mennyiséget tartalmazó mérőoldattal ellenőrizzük, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert.

E célból öntsünk 20 ml mérőoldatot (4.13.) a Kjeldahl-lombikba.

Végezzük el az elemzést a 7.1. és a 7.2. pontban leírt módszer szerint.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Az elemzés eredményét az elemzésre kapott műtrágya összes nitrogén (N) százalékában kell kifejezni.

a változat: $N\ \% = (50 - A) \times 0{,}7$

b változat: $N\ \% = (50 - A) \times 0{,}7$

c változat: $N\ \% = (35 - A) \times 0{,}875$

2.3.3. módszer

AZ ÖSSZES NITROGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSA KARBAMIDBAN

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a karbamidban lévő összes nitrogén meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer kizárólag olyan karbamid műtrágyákra vonatkozik, amelyek nitrátmentesek.

3. ALAPELV

Kénsav jelenlétében forralva a karbamid veszteség nélkül átalakul ammóniává. Az így kapott ammóniát lúgos közegben desztilláljuk, a párlatot kénsav mérőoldat feleslegében gyűjtjük. A savfelesleget lúgos mérőoldattal titráljuk.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Tömény kénsav (d = 1,84).

4.2. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % NaOH (d = 1,33), ammóniamentes.

4.3. Kénsav: 0,1 N

4.4. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes 0,1 N

} a. változat esetén (lásd 2.1. módszer)

4.5. Kénsav: 0,2 N

4.6. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,2 N

} b. változat esetén (lásd 2.1. módszer 2. megjegyzés)

4.7. Kénsav: 0,5 N

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat, karbonátmentes: 0,5 N

} c. változat esetén (lásd 2.1. módszer, 2. megjegyzés)

4.9. Indikátoroldatok

4.9.1. Keverékindikátor

A. oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B. oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.9.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ezt az indikátort (4–5 csepp) is lehet használni az előző helyett.

4.10. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

4.11. Analitikai ammónium-szulfát

5. ESZKÖZÖK

5.1. Lepárlókészülék, lásd 2.1. módszer „Az ammónium-nitrogén meghatározása”.

5.2. Egy 500 ml-es mérőlombik.

5.3. 25, 50 és 100 ml-es pipetták.

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Oldatkészítés**

Mérjünk le 0,001 g pontossággal 2,5 g-t az előkészített mintából, tegyük 300 ml-es Kjeldahl-lombikba, és nedvesítsük 20 ml vízzel. Keverjünk bele 20 ml tömény kénsavat (4.1.), és adjunk hozzá néhány üveggyöngyöt a hirtelen forrás megelőzésére. A fröccsenés megelőzése végett helyezzünk hosszú szárú üvegtölcsért a lombik nyakába. Kezdetben lassan melegítsük, majd fokozzuk a hőt mindaddig, míg fehér füst nem figyelhető meg (30–40 perc).

Hűtsük le és hígítsuk 100–150 ml vízzel. Vigyük át veszteség nélkül 500 ml-es mérőlombikba, és öntsünk ki minden üledéket. Hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre. Töltsük jelig vízzel, keverjük össze, és szükség esetén szűrjük át száraz szűrőn száraz edénybe.

7.2. **Az oldat elemzése**

Az így kapott oldatból precíziós pipettával vigyünk át 25, 50 vagy 100 ml mennyiséget a lepárlólombikba, a választott változat szerint (lásd 2.1. módszer). Desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszer szerint megfelelő mennyiségű NaOH-t (d = 1,33) (4.2.) a adva a lepárlólombikba, a megfelelő felesleg biztosítása végett.

7.3. **Vakpróba**

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát (a mintát elhagyva), és ezt vegyük viszonyítási alapnak a végeredmény számításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés elvégzése előtt frissen készített karbamidoldat *aliquot* részével ellenőrizzük, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert (4.11.).

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Fejezzük ki az eredményt az elemzésre kapott műtrágya nitrogén (N) tartalmának a százalékában

a. változat: N % = (50 − A) × 1,12

b. változat: N % = (50 − A) × 1,12

c. változat: N % = (35 − A) × 1,40

2.4. módszer

CIÁNAMID-NITROGÉN MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a ciánamid-nitrogén meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kalcium-ciánamid és kalcium-ciánamid/nitrát keverékek

3. ALAPELV

A ciánamid-nitrogént ezüstkomplexként kicsapjuk, és a csapadékból a Kjeldahl-módszerrel becsüljük.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és mindenféle nitrogéntartalmú vegyülettől mentes.

4.1. Vízmentes ecetsav (jégecet)

4.2. 10 tömegszázalék ammóniagázt tartalmazó ammóniaoldat (d = 0,96).

4.3. Tollens-féle ammónia-ezüst oldat.

Keverjünk össze 500 ml 10 %-os ezüst-nitrátot ($AgNO_3$) vízben 500 ml 10 %-os ammóniával (4.2.).

Fény, hő és levegő hatásának feleslegesen ne tegyük ki! Az oldat rendszerint évekig eláll. Ameddig a oldat átlátszó marad, a reagens jó minőségű.

4.4. Tömény kénsav (d = 1,84).

4.5. Analitikai kálium-szulfát

4.6. Réz-oxid (CuO), 0,3–0,4 g becslésenként, vagy azonos mennyiségű réz-szulfát-pentahidrát, 0,95–1,25 g becslésenként.

4.7. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 30 % NaOH (d = 1,33), ammóniamentes.

4.8. Kénsav: 0,1 N

4.9. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,1 N

4.10. Indikátoroldatok

4.10.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.10.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel. Szükség esetén szűrjük le. Ezt az indikátort (4–5 csepp) is lehet használni az előző helyen.

4.11. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

4.12. Analitikai kálium-tiocianát

5. ESZKÖZÖK

5.1. Lepárlókészülék lásd 2.1. módszer „Az ammónium-nitrogén meghatározása”

5.2. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik)

5.3. Megfelelő űrtartalmú (300–500 ml) hosszúnyakú Kjeldahl-lombik

5.4. 50 ml-es pipetta

5.5. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Biztonsági óvintézkedések**

Ammónia-ezüst oldat használatakor védőszemüveg viselése kötelező! Amint vékony hártya alakul ki a folyadék felszínén, a keverés robbanást okozhat, ezért a legnagyobb óvatosságra van szükség.

7.2. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Mérjünk ki a mintából 0,001 g pontossággal 2,5 g-ot, és helyezzük egy kis üveg dörzscsészébe. Őröljük meg a mintát háromszor vízzel, majd öntsük ki a vizet mindegyik őrlés után egy 500 ml-es Stohmann-mérőlombikba. Vigyük át veszteség nélkül a mintát az 500 ml-es Stohmann-mérőlombikba, és öblítsük ki a dörzscsészét, a mozsarat és a tölcsért vízzel. Töltsük fel kb. a 400 ml-es jelig vízzel. Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.1.). Rázassuk a rotációs rázógéppel (5.5.) két órán keresztül.

Töltsük az 500 ml-es jelig vízzel, keverjük össze és szűrjük le.

Az elemzést a lehető leggyorsabban kell lefolytatni.

7.3. **Az oldat elemzése**

A szűrletből vigyünk át 50 ml-t egy 250 ml-es főzőpohárba.

Adjunk hozzá ammóniaoldatot (4.2.), amíg kissé lúgossá nem válik, és adjunk hozzá 50 ml meleg ammóniás ezüst-nitrátot (4.3.) a ciánamid sárga-ezüst komplexének a kicsapatása végett.

Hagyjuk állni másnapig, szűrjük le, és öblítsük ki a csapadékot hideg vízzel, míg teljesen ammóniamentes nem lesz.

Tegyük a szűrőt és a csapadékot – amely még mindig nedves – egy Kjeldahl-lombikba, adjunk hozzá 10–15 g kálium-szulfátot (4.5.), a katalizátort (4.6.) az előírt arányban, majd 50 ml vizet és 25 ml tömény kénsavat (4.4.).

Lassan melegítsük a lombikot, miközben gyengén rázzuk addig, amíg a tartalma forrni nem kezd. Növeljük a hőt, és addig forraljuk, amíg a lombiktartalom színtelen vagy halványzöld nem lesz.

Folytassuk a forralást 1 órán keresztül, majd hagyjuk lehűlni.

Vigyük át veszteség nélkül a Kjeldahl-lombikból a desztilláló lombikba, adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.11), és töltsük fel vízzel kb. 350 ml össztérfogatra. Keverjük össze és hűtsük le.

Desztilláljuk az ammóniát a 2.1. módszer a változat szerint úgy, hogy elegendő mennyiségű NaOH oldatot (4.7.) adunk hozzá, jelentős felesleg biztosítása végett

7.4. **Vakpróba**

Végezzünk vakpróbát (a minta elhagyásával) ugyanilyen körülmények között, és ezt vegyük alapul a végeredmény kiszámításakor.

7.5. **Ellenőrző vizsgálat**

Az elemzés elvégzése előtt 0,05 g nitrogénnek megfelelő kálium-tiocianát mérőoldatból (4.12.) vett *aliquot* résszel ellenőrizzük azt, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Az elemzésre kapott állapotban a műtrágyában található ciánamid-nitrogén százalékaként adjuk meg.

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

2.5. módszer

BIURET MEGHATÁROZÁSA KARBAMIDBAN SPEKTROFOTOMETRIAI MÓDSZERREL

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a karbamidban lévő biuret meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer kizárólag karbamidra alkalmazandó.

3. ALAPELV

Lúgos közegben, kálium-nátrium-tartarát jelenlétében, biuret és kétértékű réz ibolyakék réz(II)-komplexet képez. Az oldat extinkcióját mérjük, kb. 546 nm (nanométer) hullámhosszon.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz, amely szén-dioxidtól és ammóniától mentes. Ennek a víznek a minősége különösen fontos ebben a meghatározásban.

4.1. Metanol

4.2. Kénsavoldat, kb. 0,1 N

4.3. Nátrium-hidroxid oldat, kb. 0,1 N

4.4. Kálium-nátrium-tartarát lúgos oldata

1 literes mérőlombikban oldjunk fel 400 g nátrium-hidroxidot 500 ml vízben, és hagyjuk lehűlni. Adjunk hozzá 50 g kálium-nátrium-tartarátot ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). Töltsük a jelig. Felhasználás előtt hagyjuk állni 24 órán keresztül.

4.5. Réz-szulfát oldat

1 literes mérőlombikban oldjunk fel 15 g réz-szulfátot ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 500 ml vízzel. Töltsük a jelig.

4.6. Frissen készített biuret mérőoldat

Egy 250 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,250 g tiszta biuretet [1] vízzel. Töltsük fel 250 ml-re. Ennek az oldatnak 1 ml-e 0,001 g biuretet tartalmaz.

4.7. Indikátoroldat

100 ml-es mérőlombikban oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanollal, és töltsük fel 100 ml-re vízzel. Az esetlegesen visszamaradó oldhatatlan anyagokat szűrjük le.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Spektrofotométer vagy fotométer olyan érzékenységű és pontosságú szűrőkkel, amelyek lehetővé teszik 0,5 % T-nél kisebb mennyiség reprodukálását [2].

5.2. 100, 250 és 1 000 ml-es mérőlombik

5.3. 2, 5, 10, 20, 25 és 50 ml-es mérőpipetták vagy egy 25 ml-es, 0,05 ml osztású büretta.

5.4. 250 ml-es főzőpohár

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **A normálgörbe elkészítése**

Vigyünk 0, 2, 5, 10, 20, 25, illetve 50 ml *aliquot* mennyiséget a biuret mérőoldatból (4.6.) hét, 100 ml-es mérőlombikba. Töltsük fel kb. 50 ml-re vízzel, adjunk hozzá 1 csepp indikátort (4.7.), és ha szükséges, közömbösítsük 0,1 N kénsavval (4.2.). Keverjünk bele 20 ml lúgos tartarát oldatot (4.4.), majd 20 ml réz-szulfát oldatot (4.5.).

[1] A biuret először ammóniás oldattal (10 %), majd acetonnal történő mosással tisztítható, vákuumban szárítva.
[2] Lásd a függelék 9. pontját.

Megjegyzés

Ezeket az oldatokat két precíziós bürettával kell bemérni, vagy ami még jobb, pipettával.

Töltsük a jelig desztillált vízzel, keverjük össze, és hagyjuk állni 15 percig 30 ± 2 °C hőmérsékleten.

Referenciaoldatként a „0” biuret oldatot használva mérjük az egyes oldatok abszorbanciáját kb. 546 nm hullámhosszon, megfelelő vastagságú cellát használva.

Vegyük fel a kalibrációs görbét, ahol az abszorbanciaértékek legyenek az ordinátán, a megfelelő biuretmennyiségek milligrammban megadva az abszcisszán.

7.2. **A vizsgálati oldat elkészítése**

Az előkészített mintából mérjünk le 0,001 g pontossággal 10 g-ot; oldjuk fel kb. 150 ml vízzel egy 250 ml-es mérőlombikban, és töltsük jelig. Szükség esetén szűrjük le.

1. megjegyzés

Amennyiben a vizsgálati minta 0,015 g-nél több ammónium-nitrogént tartalmaz, oldjuk fel 250 ml-es főzőpohárban 50 ml metanolban (4.1.). Párologtatással csökkentsük kb. 25 ml térfogatra. Vigyük át veszteség nélkül egy 250 ml-es mérőlombikba. Töltsük jelig vízzel. Ha szükséges, szűrjük át száraz redős szűrőn száraz tárolóedénybe.

2. megjegyzés

Az opalizálás megszüntetése: Ha kolloid anyag van jelen, a szűréskor nehézséget okozhat. Ebben az esetben a vizsgálati oldatot a következő módon készítjük: oldjuk fel az elemzendő mintát 150 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml 1 N sósavat, és szűrjük át az oldatot 2 sík, igen finom szűrőn 250 ml-es mérőlombikba. Mossuk ki a szűrőket vízzel, és töltsük jelig. Folytassuk a folyamatot a 7.3. „Meghatározás” c. pontban leírt módszer szerint.

7.3. **Meghatározás**

A feltételezett biurettartalomnak megfelelően pipettával vigyünk át a 7.2. pontban említett oldatból 25 vagy 50 ml-t, tegyük ezt a mennyiséget 100 ml-es mérőlombikba, és szükség esetén közömbösítsük valamilyen 0,1 N reagenssel (4.2 vagy 4.3.), metilvöröset használva indikátorként, és adjunk hozzá ugyanolyan pontossággal, mint amit a normálgörbe felvételekor használtunk, 20 ml-t a lúgos kálium-nátrium-tartarát (4.4.) oldatából, és 20 ml-t a rézoldatból (4.5.). Töltsük a jelig, jól keverjük össze, és hagyjuk állni 15 percig 30±2°C hőmérsékleten.

Ezután végezzük el a fotometriai méréseket, és számítsuk ki a karbamidban jelen lévő biuret mennyiségét.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Ahol „C” a biuretnek a normálgörbéről milligrammban leolvasott tömege, „V” az *aliquot* rész térfogata:

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

9. FÜGGELÉK

Ha „Jo” (egy meghatározott hullámhossz) egyszínű sugárnyalábjának az intenzitása, mielőtt áthalad egy áttetsző testen, és „J” ennek a sugárnyalábnak az intenzitása az áthaladás után, akkor:

– fényátbocsátási tényező: $T = \frac{J}{J_o}$

– opacitás: $O = \frac{J_o}{J}$

– extinkció: $E = \log O$

– az optikai rétegvastagság/extinkció: $k = \frac{E}{s}$

– a fajlagos extinkció együtthatója: $K = \frac{E}{c \times s}$,

ahol:

s = rétegvastagság, cm

c = koncentráció, mg/l

k = a Lambert-Beer törvényben szereplő egyes anyagok fajlagos tényezője.

2.6. módszerek

AZ AZONOS MINTÁBAN TALÁLHATÓ NITROGÉN KÜLÖNBÖZŐ ALAKJAINAK A MEGHATÁROZÁSA

2.6.1. módszer

AZ AZONOS MINTÁBAN TALÁLHATÓ KÜLÖNBÖZŐ NITROGÉNVEGYÜLETEK MEGHATÁROZÁSA A NITROGÉNT NITRÁT, AMMÓNIUM, KARBAMID ÉS CIÁNAMID ALAKBAN TARTALMAZÓ MŰTRÁGYÁKBAN

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a nitrogén bármilyen alakjának bármilyen más alak jelenlétében történő meghatározásával kapcsolatos eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Bármilyen, a 76/116/EGK irányelvben megadott, a nitrogént különböző alakokban tartalmazó műtrágya.

3. ALAPELV

3.1. **Összes oldható és oldhatatlan nitrogén**

A műtrágyák listája szerint (a 76/116/EGK irányelv I. melléklete) ezt a meghatározást kalcium-ciánamidot tartalmazó termékekre kell alkalmazni.

3.1.1. Nitrátok hiányában a vizsgálati mintát mineralizáljuk közvetlen Kjeldahl-roncsolással.

3.1.2. Nitrátok jelenlétében a vizsgálati mintát fémvassal és ón(II)-kloriddal végzett redukciót követően mineralizáljuk Kjeldahl-roncsolással.

Az ammóniát mindkét esetben a 2.1. módszer szerint határozzuk meg.

Megjegyzés

Amennyiben az elemzés 0,5-nél nagyobb oldhatatlan nitrogéntartalmat mutat ki, arra következtethetünk, hogy a műtrágya tartalmazza az oldhatatlan nitrogénnek más olyan alakjait is, amelyek nem szerepelnek a 76/116/EGK irányelv listáján.

3.2. **Az oldható nitrogénformák**

A következőket ugyanabból a mintaoldatból vett, különböző *aliquot* részekből határozzuk meg:

3.2.1. összes oldható nitrogén:

3.2.1.1. nitrát hiányában, közvetlen Kjeldahl-roncsolással;

3.2.1.2. nitrát jelenlétében, Kjeldahl-roncsolással egy, az oldatból vett *aliquot* részen Ulsch szerinti redukció után, ahol az ammóniát mindkét esetben a 2.1. módszerben előírt módon határozzuk meg;

3.2.2. összes oldható nitrogén, a nitrát-nitrogén kivételével, Kjeldahl-roncsolással a nitrát-nitrogén savas közegben vas-szulfáttal történt kiküszöbölése után, ahol az ammónia meghatározása 2.1. módszer szerint történik;

3.2.3. nitrát-nitrogén, különbség szerint:

3.2.3.1. kalcium-ciánamid hiányában, a 3.2.1.2 és a 3.2.2. között vagy az összes oldható nitrogén (3.2.1.2.), valamint az ammónium-nitrogén és a szerves karbamid-nitrogén összege (3.2.4.+3.2.5) között,

3.2.3.2. kalcium-ciánamid jelenlétében, a 3.2.1.2. és a 3.2.2. között, vagy a 3.2.1.2. és a 3.2.4.+3.2.5.+3.2.6. között;

3.2.4. ammónium-nitrogén:

3.2.4.1. csak ammónium-nitrogén, illetve ammónium- plusz nitrát-nitrogén jelenlétében az 1. módszerrel végezve.

3.2.4.2. karbamid-nitrogén és/vagy ciánamid-nitrogén jelenlétében hideg desztillálással, miután enyhén lúgossá tettük, az ammóniát kénsav mérőoldatban nyeletjük el, és meghatározzuk a 2.1. módszer szerint;

3.2.5. karbamid-nitrogén

3.2.5.1. konvertálás karbamidos ammóniává, amelyet sósav normál oldatával titrálunk,

vagy

3.2.5.2. gravimetriás úton, xanthidrollal: a vele együtt lecsapatott biuret a karbamid-nitrogénnel nagy hiba nélkül együtt számítható, mivel tartalma abszolút mértékben általában csekély marad összetett műtrágyákban.

vagy

3.2.5.3. különbség szerint, a következő táblázatnak megfelelően:

Eset	Ammónium-nitrogén	Nitrát-nitrogén	Ciánamid-nitrogén	Különbség
1	Hiányzik	Jelen van	Jelen van	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
2	Jelen van	Jelen van	Jelen van	(3.2.2.) – (3.2.4.2. + 3.2.6.)
3	Hiányzik	Jelen van	Hiányzik	(3.2.1.1.) – (3.2.4.2.)
4	Jelen van	Jelen van	Hiányzik	(3.2.2.) – (3.2.4.2.)

3.2.6. ciánamid-nitrogén, ezüstvegyületként történő lecsapással, ahol a csapadékban a nitrogént a Kjeldahl-módszerrel becsüljük.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Analitikai kálium-szulfát.

4.2. Hidrogénnel redukált vaspor (a vas előírt mennyiségének képesnek kell lennie legalább 50 mg nitrát-nitrogén redukálására).

4.3. Analitikai kálium-tiocianát.

4.4. Analitikai kálium-nitrát.

4.5. Analitikai ammónium-szulfát.

4.6. Analitikai karbamid.

4.7. 1:1 térfogatarányban hígított kénsav.

4.8. Kénsav mérőoldata: 0,2 N

4.9. Tömény nátrium-hidroxid oldat. Vizes oldat, kb. 30 vegyes % NaOH, ammóniamentes.

4.10. Nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat: 0,2 N, karbonátmentes.

4.11. Ón(II)-klorid oldat

Oldjunk fel 120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-t 400 ml tömény sósavban (d = 1,18), és töltsük fel 1 literre vízzel. Az oldatnak tökéletesen tisztának kell lennie, és közvetlenül a felhasználás előtt kell elkészíteni.

Megjegyzés

Nagyon fontos ellenőrizni az ón(II)-klorid redukálóképességét: oldjunk fel 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-t 2 ml tömény sósavban (d = 1,18), és töltsük fel 50 ml-re vízzel. Utána adjunk hozzá 5 g Rochelle-sót (kálium-nátrium-tartarát), majd annyi szódabikarbónát, hogy az oldat lúgos kémhatást mutasson lakmuszpapíron.

Titráljunk 0,1 N jódoldatot keményítőoldat mint indikátor jelenlétében.

1 ml 0,1 N jódoldat 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$-nak felel meg.

Az így elkészített oldatban jelen lévő összes ón legalább 80 % -a kétértékű alakban kell hogy legyen. Ezért a titráláshoz legalább 35 ml 0,1 N jódoldatot kell használni.

4.12. Kénsav (d = 1,84).

4.13. Hígított sósav: 1:1, térfogat szerint

4.14. Ecetsav: 96–100 %

4.15. Kb. 30 vegyes % H_2SO_4-t tartalmazó kénsav oldat.

4.16. Kristályos vas-szulfát $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

4.17. Kénsav mérőoldat: 0,1 N

4.18. Oktil-alkohol

4.19. Telített kálium-karbonát oldat.

4.20. Nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat: 0,1 N (karbonátmentes)

4.21. Telített bárium-hidroxid oldat

4.22. Nátrium-karbonát oldat: 10 vegyes %.

4.23. Sósav: 2 N

4.24. Sósav mérőoldat: 0,1 N

4.25. Ureázoldat

Szuszpendáljunk 0,5 g aktív ureázt 100 ml desztillált vízzel. 0,1 N sósavval (4.24.), pH-mérővel mérve állítsuk be a pH-értéket 5,4-re.

4.26. Xanthidrol

5 % -os oldat etanolban vagy metanolban (4.31.) (Ne használjunk olyan terméket, amely nagy arányban ad oldhatatlan anyagot). Az oldat 3 hónapig eltartható jól ledugaszolt palackban, fénytől védett helyen.

4.27. Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g becslésenként, vagy ekvivalens mennyiségű 0,95–1,25 g réz-szulfát-pentahidrát becslésenként.

4.28. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék

4.29. Indikátoroldatok

4.29.1. Keverék indikátoroldat

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröst 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke és lúgos oldatban zöld színű. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.29.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröst 50 ml 95 %-os etanolban, töltsük fel 100 ml-re vízzel, és szükség esetén szűrjük meg. Ezt az indikátort (4–5 csepp) is lehet használni az előző helyett.

4.30. Indikátorpapírok

Lakmusz, brómtimolkék vagy pH 6–8 érzékenységű egyéb papírok.

4.31. Etanol vagy metanol: 95 %-os oldat

5. ESZKÖZÖK

5.1. Desztillálókészülék

Lásd 2.1. módszer

5.2. Készülék az ammónium-nitrogén 7.2.5.3. analitikai módszer szerinti becsléséhez (lásd 6. ábra).

A készülék részei a következők: speciálisan kialakított csiszolatos gyűjtőedény, zárható, oldalsó nyakkal, csatlakozócső cseppfogóval és egy függőleges csővel a levegőbevezetéshez. A csöveket egyszerű furatos gumidugóval lehet a gyűjtőedényre csatlakoztatni. Lényeges, hogy a levegőbevezető csövek vége megfelelő módon legyen kialakítva, mivel a gázbuborékoknak tökéletesen el kell oszlaniuk a szedőedényben és az abszorberben lévő oldatokban. A legjobb elrendezés 20 mm külső átmérőjű, kis méretű gomba alakú darabokból és hat, a kerületen elhelyezkedő 1 mm-es nyílásból áll.

5.3. Készülék a karbamid-nitrogén ureázos módszer szerinti becsléséhez (7.2.6.1.).

Ez egy 300 ml-es Erlenmeyer-lombikból, egy elválasztó tölcsérből és egy kis méretű abszorberből áll (lásd 7. ábra).

5.4. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként).

5.5. pH-mérő műszer

5.6. Szabályozható szárítószekrény

5.7. Üvegedények

– 2, 5, 10, 20, 25, 50 és 100 ml-es pipetták,

– 300 és 500 ml-es hosszú nyakú Kjeldahl-lombikok,

– 100, 250, 500 és 1000 ml-es mérőlombik,

– üveg szűrőtégelyek, 5–15 μ pórusátmérő,

– dörzscsészék.

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. VIZSGÁLATI MÓDSZER

7.1. **Összes oldható és oldhatatlan nitrogén**

7.1.1 *Nitrát hiányában*

7.1.1.1. **Roncsolás**

0,001 g pontossággal mérjünk ki egy mintamennyiséget, amely legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmaz. Tegyük a desztillálókészülék (5.1.) lombikjába. Adjunk hozzá 10–15 g kálium-szulfátot (4.1.), a katalizátort (4.27.) és egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Ezután adjunk hozzá 50 ml hígított kénsavat (4.7.), és jól keverjük össze. Először gyengén melegítsük, időnként keverjük meg, addig, amíg meg nem szűnik a habképződés. Utána úgy melegítsük, hogy a folyadék rendesen forrjon, és tartsuk forrásban 1 órán át azután, hogy az oldat tisztává vált, nehogy valamilyen szerves anyag rátapadjon a lombik falára. Hagyjuk lehűlni. Keverés mellett óvatosan öntsünk hozzá kb. 350 ml vizet. Gondoskodjunk arról, hogy az oldódás a lehető legtökéletesebb legyen. Hagyjuk lehűlni, és csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.).

7.1.1.2. **Az ammónia lepárlása**

Precíziós pipettával vigyünk a készülék gyűjtőedényébe 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.). Adjuk hozzá az indikátort (4.29.1. vagy 4.29.2.). Ügyeljünk arra, hogy a hűtő vége legalább 1 centiméterrel az oldat felszíne alatt legyen.

Megtéve a szükséges óvintézkedéseket az ammóniaveszteség megelőzésére, óvatosan adjunk a desztillálólombikba annyi tömény nátrium-hidroxid oldatot (4.9.), hogy a folyadék erősen lúgos legyen. (Általában 120 ml elegendő; ellenőrizzük néhány csepp fenolftaleinnel. A lepárlás végeztével a lombikban lévő oldatnak továbbra is egyértelműen lúgosnak kell lennie.) Szabályozzuk a lombik melegítését úgy, hogy 150 ml-t desztilláljon fél óra alatt. Vizsgáljuk meg indikátorpapírral (4.30.), hogy a lepárlás befejeződött-e. Ha még nem, akkor desztilláljunk további 50 ml-t, és addig ismételjük a vizsgálatot, amíg a további desztillátum közömbösen nem reagál az indikátorpapíron (4.30.). Utána süllyesszük le a szedőedényt, desztilláljunk még néhány ml-t, majd öblítsük le a csőtoldat végét. A savfelesleget addig titráljuk 0,2 kálium- vagy nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.10.), amíg az indikátor színe nem vált.

7.1.1.3. **Vakpróba**

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát, és ezt vegyük alapul a végeredmény számításakor.

7.1.1.4. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.) a készülék (5.1.) gyűjtőedényébe pipettázunk,

A = Az elemzéshez használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = A tétel tömege grammban.

7.1.2. *Nitrát jelenlétében*

7.1.2.1. **Tétel**

0,001 g pontossággal mérjünk ki egy mintamennyiséget, amely legfeljebb 40 mg nitrát-nitrogént tartalmaz.

7.1.2.2.A **nitrát redukálása**

Keverjük össze a vizsgálati mintát egy kis méretű dörzscsészében 50 ml vízzel. Vigyük át a minimális mennyiségű desztillált vízzel egy 500 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 5 g redukált vasat (4.2.) és 50 ml ón(II)-klorid oldatot (4.11.). Rázzuk össze, és hagyjuk állni fél órán keresztül. Állás közben 10, illetve 20 perc elteltével ismét keverjük meg.

7.1.2.3. **Kjeldahl-roncsolás**

Adjunk be 30 ml kénsavat (4.12.), 5 g kálium-szulfátot (4.1.), az előírt mennyiségű katalizátort (4.27.) és egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Kissé megdöntve gyengén melegítsük a lombikot. Lassan növeljük a hőt, és gyakran rázzuk össze az oldatot, hogy a keverék szuszpenzióban maradjon: a folyadék elsötétül, majd kitisztul, sárgászöld vas-szulfát-anhidrid szuszpenzió képződése közben. Ezután folytassuk a melegítést a tiszta oldat nyerése után egy órán keresztül, lassú forrásban tartva. Hagyjuk lehűlni. Óvatosan vegyük fel a lombik tartalmát egy kevés vízbe, és apránként adjunk hozzá 100 ml vizet. Keverjük össze, és öntsük át a lombik tartalmát egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük a jelig vízzel. Keverjük össze. Szűrjük át száraz szűrőn száraz gyűjtőedénybe.

7.1.2.4. **Az oldat elemzése**

Vigyünk át pipettával egy, legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó *aliquot* részt a desztillálókészülék lombikjába (5.1.). Hígítsuk kb. 350 ml-re desztillált vízzel, adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.), csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez, és folytassuk a becslést a 7.1.1.2. pont szerint.

7.1.2.5. **Vakpróba**

Lásd 7.1.1.3.

7.1.2.6. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.) a készülék (5.1.) gyűjtőedényébe pipettázunk,

A = az elemzéshez használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = a 7.1.2.4. pontban vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.2. Az oldható nitrogénformák

7.2.1. *Az analitikai oldat elkészítése*

1 mg pontossággal mérjünk ki 10 g mintát, és tegyük 500 ml-es mérőlombikba.

7.2.1.1. **Ciánamid-nitrogént nem tartalmazó műtrágyák**

Adjunk a lombikba 50 ml vizet, majd 20 ml hígított sósavat (4.13.). Rázzuk össze, és hagyjuk állni addig, amíg meg nem szűnik a széndioxid-fejlődés. Utána adjunk hozzá 400 ml vizet, és rázassuk rotációs rázógépen fél órán keresztül (5.4.). Töltsük a jelig vízzel, keverjük össze, és szűrjük át száraz szűrőn egy száraz gyűjtőedénybe.

7.2.1.2. **Ciánamid-nitrogént tartalmazó műtrágyák**

Adjunk a lombikba 400 ml vizet és néhány csepp metilvöröst (4.29.2.). Ha szükséges, savasítsuk meg az oldatot ecetsavval (4.14.). Adjunk hozzá 15 ml ecetsavat (4.14.). Rázassuk a rotációs rázógépen 2 órán keresztül (5.4.). Ha szükséges, akkor savasítsuk vissza az oldatot a művelet közben ecetsavval (4.14.). Töltsük a jelig vízzel, keverjük össze, azonnal szűrjük át száraz szűrőn egy száraz szedőedénybe, és azonnal becsüljük a ciánamid-nitrogént.

Mindkét esetben ugyanaznap végezzük a nitrogén különböző oldható alakjainak a becslését, amikor az oldat készült, a ciánamid-nitrogénnel és a karbamid-nitrogénnel kezdve, ha van ilyen.

7.2.2. *Összes oldható nitrogén*

7.2.2.1. **Nitrát hiányában**

Pipettázzunk egy *aliquot* mennyiségű, legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó szűrletet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.12.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.27.) és egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Először melegítsük gyengén, hogy megkezdődjék a roncsolás, utána magasabb hőmérsékleten, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy kissé zöldes lesz, és jól látható fehér füst képződik. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük át az oldatot a desztillálólombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékre (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. szerint.

7.2.2.2. **Nitrát jelenlétében**

Precíziós pipettával vigyünk át egy *aliquot* résznyi, legfeljebb 40 mg nitrát-nitrogént tartalmazó szűrletet (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba. Az elemzésnek ebben a szakaszában a nitrogén összmennyisége nem fontos. Adjunk be 10 ml 30 % -os kénsavat (4.15.), 5 g redukált vasat (4.2.), és azonnal fedjük le az Erlenmeyer-lombikot óraüveggel. Gyengén melegítsük addig, amíg a reakció állandósul, de nem erőteljes. Ebben a pillanatban szüntessük be a melegítést, és hagyjuk a lombikot állni legalább 3 órán keresztül szobahőmérsékleten. Vízzel veszteség nélkül vigyük át a folyadékot egy 250 ml-es mérőlombikba – visszahagyva az oldatlan vasat –, töltsük fel a jelig vízzel. Jól keverjük össze vízzel, precíziós pipettával vigyünk át egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba egy *aliquot* résznyi, legfeljebb 100 mg nitrogént tartalmazó folyadékot. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.12.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.27.), és egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Először melegítsük gyengén, hogy megkezdődjék a roncsolás, utána magasabb hőmérsékleten, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy kissé zöldes lesz, és jól látható fehér füst képződik. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük át az oldatot a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel és adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.28). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. szerint.

7.2.2.3. **Vakpróba**

Lásd 7.1.1.3.

7.2.2.4. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.) viszünk a készülék (5.1.) gyűjtőedényébe,

A = az elemzéshez használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = a 7.2.2.1. vagy 7.2.2.2. pontban vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.2.3. *Összes oldható nitrogén, a nitrát-nitrogén kivételével*

Vigyünk át a szűrletből (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) a meghatározandó nitrogénből legfeljebb 50 mg-ot tartalmazó egy *aliquot* résznyi mintát precíziós pipettával egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Hígítsuk 100 ml-re vízzel, adjunk hozzá 5 g vas-szulfátot (4.16.), 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és egy kevés horzsakőszemcsét forrkőként (4.28.). Először melegítsük gyengén, majd növeljük a hőt addig, amíg fehér színű füst nem jelenik meg. Folytassuk a roncsolást 15 percig. Szüntessük meg a melegítést, adjunk be réz-oxidot (4.27.) katalizátorként, és további 10–15 percig tartsuk olyan hőmérsékleten, hogy fehér füst képződjön. Lehűlés után veszteség nélkül vigyük át a Kjeldahl-lombik tartalmát a készülék desztilláló-lombikjába (5.1.). Hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez, és folytassuk a meghatározást a 7.1.1.2. szerint.

7.2.3.1. **Vakpróba**

Lásd 7.1.1.3.

7.2.3.2. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.) viszünk a készülék (5.1.) gyűjtőedényébe,

A = az elemzéshez használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = a becsléshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.2.4. *Nitrát-nitrogén*

7.2.4.1. **Kalcium-ciánamid hiányában**

A 7.2.2.4. és a 7.2.3.2. pontban kapott eredmények különbségéből, és/vagy a 7.2.2.4. pontban kapott eredmény és a (7.2.5.2. vagy 7.2.5.5.), valamint a (7.2.6.3. vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) pontban kapott eredmények összege közötti különbségből nyerjük.

7.2.4.2. **Kalcium-ciánamid jelenlétében**

A 7.2.2.4. és a 7.2.3.2. pontban kapott eredmények különbségéből, illetve a 7.2.2.2.4. pontban kapott eredmény és a (7.2.5.5), (7.2.6.3 vagy 7.2.6.5. vagy 7.2.6.6.) és (7.2.7) pontban kapott eredmények összege közötti különbségből nyerjük.

7.2.5. *Ammónium-nitrogén*

7.2.5.1. **Csak ammónium-nitrogén, illetve ammónium- és nitrát-nitrogén jelenlétében**

Vigyünk át a szűrletből (7.2.1.1.) egy precíziós pipettával a desztillálókészülék (5.1.) lombikjába egy legfeljebb 100 mg ammónium-nitrogént tartalmazó *aliquot* részt. Öntsünk hozzá vizet, hogy összesen kb. 350 ml legyen a térfogata, és adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.28.) a forrás elősegítésére. Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékre, adjunk hozzá 20 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.9.), és desztilláljuk a 7.1.1.2. pont szerint.

7.2.5.2. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,2 N kénsav mérőoldatot (4.8.) pipettázunk a készülék (5.1.) gyűjtőlombikjába,

A = az elemzéshez használt 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = a becsléshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege, g.

7.2.5.3. **Karbamid- és/vagy ciánamid-nitrogén jelenlétében**

Precíziós pipettával vigyünk a szűrletből (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) a készülék száraz lombikjába (5.2.) a legfeljebb 20 mg ammónium-nitrogént tartalmazó egy *aliquot* mennyiségnyi mintát, majd szereljük össze a készüléket. Pipettázzunk a 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba 50 ml 0,1 N kénsav mérőoldatot (4.17.), valamint annyi desztillált vizet, amennyi elegendő ahhoz, hogy a folyadék szintje kb. 5 centiméterrel a bevezetőcső nyílása fölött legyen. A reakciólombik oldalsó nyakán keresztül töltsünk be annyi desztillált vizet, hogy a térfogat kb. 50 ml legyen. Keverjük össze. Adjunk hozzá néhány csepp oktil-alkoholt (4.18.) a levegőztetés közbeni habosodás elkerülése végett. Ezután lúgosítsuk meg az oldatot 50 ml telített kálium-karbonát oldattal (4.19.) és azonnal kezdjük meg a hideg szuszpenzióból így felszabadított ammónia kiűzését. Az ehhez szükséges erős levegőáramot (kb. 3 liter/perc áramlási sebesség) előzőleg tisztítsuk hígított kénsavat és hígított nátrium-hidroxidot tartalmazó mosólombikokon történő áthajtással. Sűrített levegő használata helyett lehet vákuumban is dolgozni (vízszivattyú), feltéve hogy a beömlőcső megfelelően légmentesen csatlakozik az ammónia visszanyeréséhez használt gyűjtőedényhez. Az ammónia kiűzése általában 3 óra elteltével befejeződik. Mindazonáltal erről tanácsos meggyőződni a gyűjtőlombik kicserélésével. Amikor a művelet befejeződik, válasszuk le a lombikot a készülékről, öblítsük le a cső végét és a lombik oldalát egy kevés desztillált vízzel. A savfölösleget addig titráljuk 0,1 N nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.20.), amíg az indikátor megszürkül (4.29.1.).

7.2.5.4. **Vakpróba**

Lásd 7.1.1.3.

7.2.5.5. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml 0,1 N kénsav mérőoldatot (4.17) a készülék (5.1.) 300 ml-es Erlenmeyer-szedőlombikjába pipettázunk,

A = az elemzéshez használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = a becsléshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege, g.

7.2.6. *Karbamid-nitrogén*

7.2.6.1. **Ureázos módszer**

Precíziós pipettával vigyünk át a szűrletből (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) egy 500 ml-es mérőlombikba legfeljebb 250 mg karbamid-nitrogént tartalmazó *aliquot* részt. A foszfátok kicsapatása végett adjunk hozzá egy kevés telített bárium-hidroxid oldatot (4.21.), addig, amíg a kicsapódás megszűnik. Utána 10 % -os nátrium-karbonát oldattal (4.22.) távolítsuk el a báriumion-felesleget (és minden más oldott kalciumiont).

Hagyjuk leülepedni, és ellenőrizzük, hogy megtörtént-e a teljes kicsapódás. Töltsük a jelig, keverjük össze és szűrjük át redős szűrőn. 50 ml szűrletet pipettázzunk át a készülék 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába (5.3.). Savanyítsuk meg a szűrletet 2 N sósavval (4.23.), addig, amíg a pH-mérővel pH 3 értéket nem mérhetünk (5.5.). Utána 0,1 N nátrium-hidroxiddal (4.24.) növeljük a pH értékét 5,4-re.

Az ureázos módszerrel történő bontás közben fellépő ammóniaveszteség megelőzése végett dugaszoljuk be az Erlenmeyer-lombikot olyan dugóval, amelybe elválasztótölcsér és egy olyan kis méretű buborékcsapda van beszerelve, amely pontosan 2 ml 0,1 N sósav mérőoldatot tartalmaz (4.21.). Adagoljunk be az elválasztó tölcséren 20 ml ureázoldatot (4.25.), és hagyjuk állni 1 órán keresztül 20–25 °C hőmérsékleten. Utána pipettázzunk 25 ml 0,1 N sósav mérőoldatot (4.24.) az elválasztó tölcsérbe, hagyjuk belefolyni az oldatba, azután öblítsük ki egy kis vízzel. Ugyanígy, veszteség nélkül töltsük át a védő gyűjtőedény tartalmát az Erlenmeyer-lombikban lévő oldatba. A savfelesleget 5,4 pH értékig titráljuk 0,1 N nátrium-hidroxid mérőoldattal, pH mérővel mérve (4.20.).

7.2.6.2. **Vakpróba**

Lásd 7.1.1.3.

7.2.6.3. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, amit pontosan olyan körülmények között végezzünk, mint az elemzést

A = az elemzéshez használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e,

M = az elemzéshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

Megjegyzések

1. A bárium-hidroxid és a nátrium-karbonát oldattal történő kicsapatása után töltsük fel jelig, szűrjük le, és közömbösítsük, amilyen gyorsan csak lehet.

2. A titrálópróba elvégezhető az indikátorral is (4.29.2.), azonban a végpontot ilyenkor nehezebb megfigyelni.

7.2.6.4. **Gravimetriás módszer xanthidrollal**

250 ml-es főzőpohárba vigyünk át szűrletből (7.2.1.1. vagy 7.2.1.2.) precíziós pipettával legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmazó egy *aliquot* mennyiséget. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.14.). Keverjük 1 percig üvegpálcával, és hagyjuk állni 5 percig, hogy az összes csapadék leülepedjék. Lapos felületen szűrjük bele egy 100 ml-es főzőpohárba, mossuk néhány ml ecetsavval (4.14.), utána cseppenként adjunk a szűrlethez 10 ml xanthidrolt (4.26.), közben folyamatosan keverjük az üvegpálcával. Hagyjuk állni, amíg a csapadék megjelenik, majd ebben a pillanatban keverjük megint egy vagy két percig. Hagyjuk állni másfél órán keresztül, és egy kissé lenyomva szűrjük át előzőleg kiszárított és lemért üveg szűrőtégelyen, öblítsük át háromszor 5 ml etanollal (4.31.), anélkül, hogy megpróbálnánk eltávolítani az összes ecetsavat. Tegyük a szárítószekrénybe, és tartsuk egy órán keresztül 130 °C hőmérsékleten (ne menjünk 145 °C hőmérséklet fölé!). Exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd mérjük le.

7.2.6.5. **Az eredmény megadása**

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

ahol:

m_1 = a kapott csapadék tömege grammban;

M_2 = a becsléshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

Korrigáljuk vakpróbához. A biuretet általában nagyobb hiba nélkül lehet mérni a karbamid-nitrogénnel, mivel a tartalma az összetett műtrágyákban abszolút értékben mérve csekély marad.

7.2.6.6. **Különbségi módszer**

A karbamid-nitrogén a következő táblázattal is számítható.

Eset	Nitrát-N	Ammónium-N	Ciánamid-N	Karbamid-N
1	Hiányzik	Jelen van	Jelen van	(7.2.2.4.) – (7.2.5.5. + 7.2.7.)
2	Jelen van	Jelen van	Jelen van	(7.2.3.2.) – (7.2.5.5. + 7.2.7.)
3	Hiányzik	Jelen van	Hiányzik	(7.2.2.4.) – (7.2.5.5.)
4	Jelen van	Jelen van	Hiányzik	(7.2.3.2.) – (7.2.5.5.)

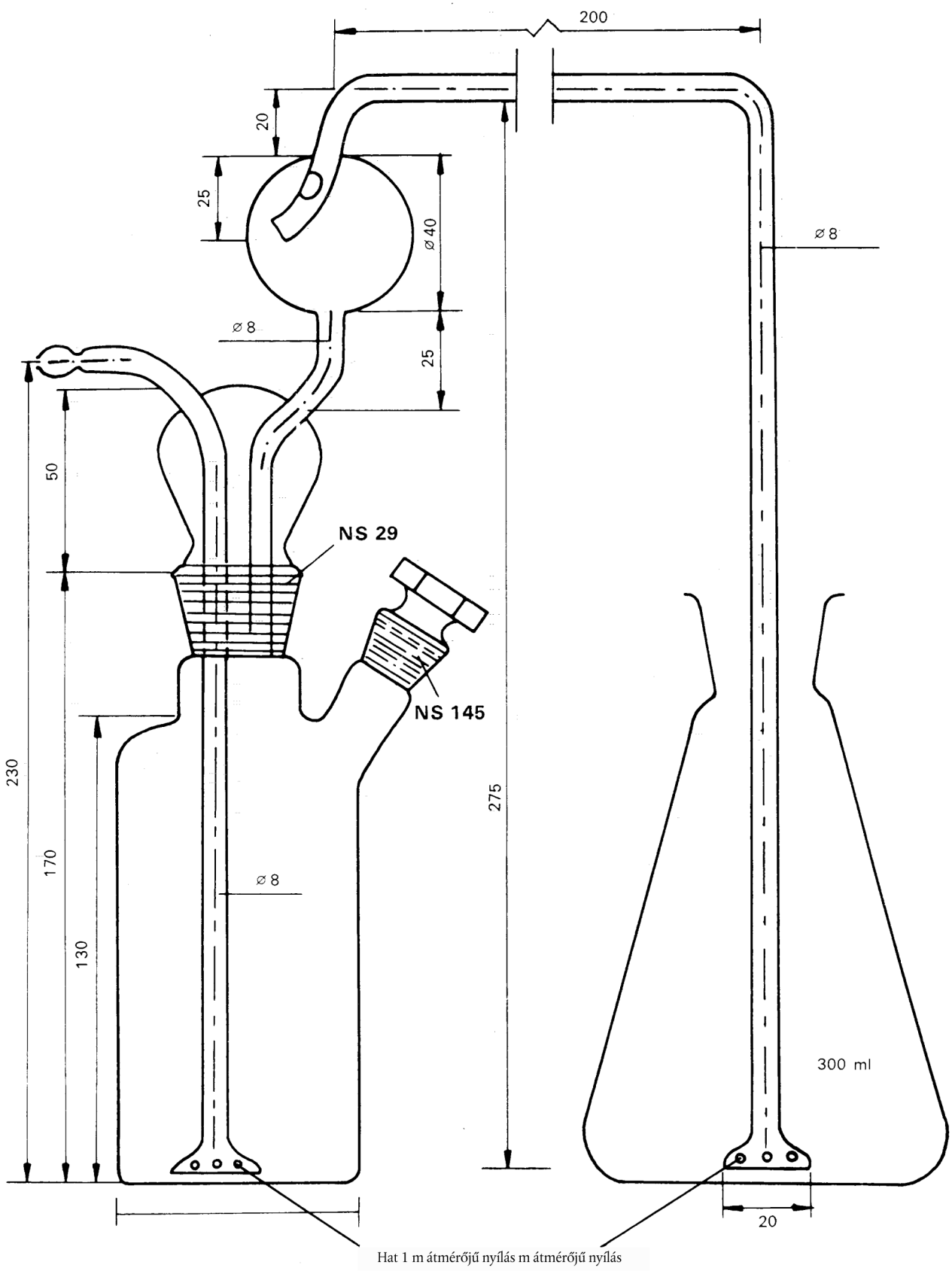
7.2.7. *Ciánamid-nitrogén*

A szűrletből (7.2.1.2.) vegyünk egy 10–30 mg ciánamid-nitrogént tartalmazó *aliquot* részt, és tegyük 250 ml-es főzőpohárba. Folytassuk az elemzést a 2.4. módszer szerint.

8. AZ EREDMÉNYEK VIZSGÁLATA

8.1. Bizonyos esetekben különbség fedezhető fel a közvetlenül a kimért mintából (7.1.) nyert összes nitrogén és az összes oldható nitrogén (7.2.2.) között. Mindazonáltal a különbség nem lehet nagyobb 0,5 % -nál. Ellenkező esetben a műtrágya olyan oldhatatlan nitrogén alakokat tartalmaz, amelyek nem szerepelnek a 76/116/EGK irányelv listájában.

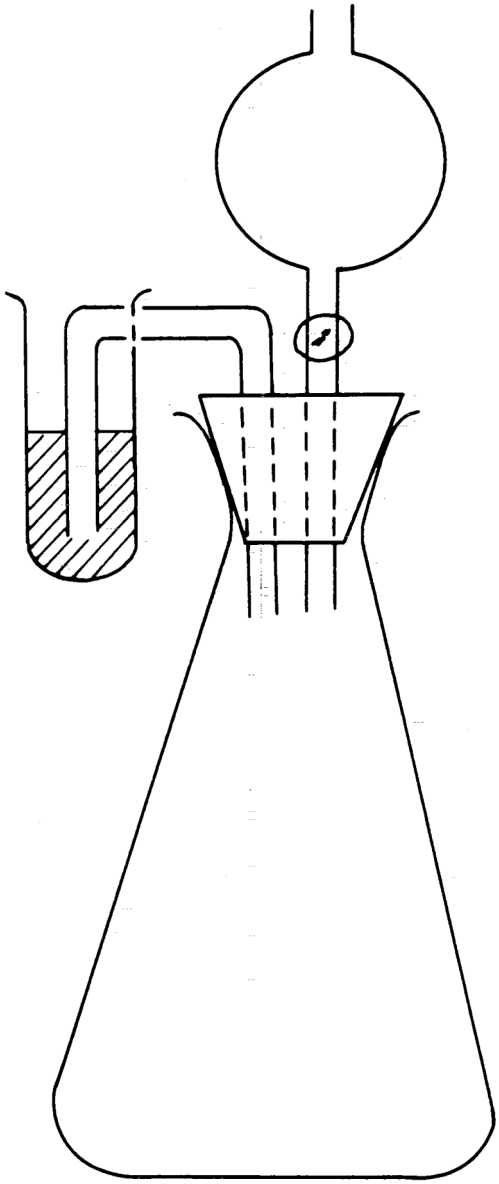
8.2. Minden elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük a nitrogén különböző alakjait a vizsgálati mintában találhatóhoz hasonló arányokban tartalmazó mérőoldattal, hogy a készülék jól működik-e, és hogy a módszert helyesen alkalmazzuk-e. Az ilyen mérőoldatot kálium-tiocianát (4.3.), kálium-nitrát (4.4.), ammónium-szulfát (4.5.) és karbamid (4.6.) mérőoldatokból készítjük.



6. ábra

Az ammónium-nitrogén becslésére szolgáló készülék

(7.2.5.3.)



7. ábra

A karbamid-nitrogén becslésére szolgáló készülék

(7.2.6.1.)

2.6.2. módszer

A NITROGÉN KÜLÖNBÖZŐ ALAKJAINAK A MEGHATÁROZÁSA NITROGÉNT CSAK NITRÁT, AMMÓNIUM ÉS KARBAMID FORMÁJÁBAN TARTALMAZÓ MŰTRÁGYÁKBAN

1. CÉL

Ennek a dokumentumnak a célja a nitrogént csak nitrát, ammónium és karbamid formájában tartalmazó műtrágyákban a nitrogén különböző formáinak a meghatározására szolgáló, egyszerűsített módszer előírása.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszer a 76/116/EGK irányelvben említett összes olyan műtrágyához alkalmazható, amely kizárólag nitrát-nitrogént, ammónium-nitrogént és karbamid-nitrogént tartalmaz.

3. ALAPELV

A következő meghatározásokat egyetlen mintaoldat különböző részein végezzük:

3.1. összes oldható nitrogén:

3.1.1. nitrát hiányában az oldat közvetlen Kjeldahl-roncsolásával,

3.1.2. nitrát jelenlétében az oldat egy részének Ulsch-módszerrel történő redukció utáni Kjeldahl-roncsolásával; az ammóniát mindkét esetben a 2.1. módszer előírása szerint határozzuk meg;

3.2.. összes oldható nitrogén, kivéve a nitrát-nitrogént, Kjeldahl-roncsolással a nitrát-nitrogén savas közegben vas-szulfáttal történő eltávolítása után; az ammóniát a 2.1. módszer szerint határozzuk meg;

3.3. nitrát-nitrogén a 3.1.2. és a 3.2. közötti különbség vagy az összes oldható nitrogén (3.1.2.) és az ammónium-nitrogén és a karbamid-nitrogén összege közötti (3.4. + 3.5.) különbség alapján;

3.4. ammónium-nitrogén, enyhe lúgosítást követő hideg desztillálással; az ammóniát kénsavoldatban nyerjük, és a 2.1. módszer szerint határozzuk meg;

3.5. karbamid-nitrogén; vagy

3.5.1. ureázzal ammóniává történő átalakítással, amelyet sósav mérőoldattal végzett titrálással határozunk meg;

3.5.2. xanthidrollal végzett gravimetriával: az együttesen kicsapott biuret nagyobb hiba nélkül a karbamid-nitrogénbe vegyíthető; szintje az összetett műtrágyákban rendszerint kis abszolút értékű;

3.5.3. különbség alapján az alábbi táblázat szerint:

Eset	Nitrát-nitrogén	Ammónium-nitrogén	Különbség
1	Hiányzik	Jelen van	(3.1.1.) – (3.4.)
2	Jelen van	Jelen van	(3.2.) – (3.4.)

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Analitikai kálium-szulfát

4.2. Analitikai vas, hidrogénnel redukálva (a vas megadott mennyiségének legalább 50 mg nitrát-N-t kell tudnia redukálni).

4.3. Analitikai kálium-nitrát

4.4. Analitikai ammónium-szulfát

4.5. Analitikai karbamid

4.6. Kénsavoldat: 0,2 N

4.7. Tömény nátrium-hidroxid oldat: kb. 30 vegyes % NaOH vizes oldata, ammóniamentes.

4.8. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,2 N, karbonátmentes.

4.9. Kénsavsűrűség (d_{20} = 1,84)

4.10. Hígított sósav: 1:1 térfogat szerint

4.11. Ecetsav: 96–100 %

4.12. Kb. 30 vegyes % H_2SO_4-t tartalmazó kénsav oldat, ammóniamentes.

4.13. Vas-szulfát: kristályos $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4.14. Titrált kénsav oldat: 0,1 N

4.15. Oktil-alkohol

4.16. Telített kálium-karbonát oldat

4.17. Nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat: 0,1 N

4.18. Telített bárium-hidroxid oldat

4.19. Nátrium-karbonát oldat: 10 vegyes %

4.20. Sósav:2N

4.21. Sósavoldat: 0,1 N

4.22. Ureázoldat

Készítsünk szuszpenziót 0,5 g aktív ureázból 100 ml desztillált vízzel, 0,1 N sósavat (4.21.) használva, állítsuk be a pH-t 5,4 értékre pH-mérővel.

4.23. Xanthidrol

5 % oldat etanolban vagy metanolban (4.28.) (ne használjunk oldhatatlan anyagot nagy százalékban adó terméket); az oldat 3 hónapig eltartható gondosan ledugaszolt palackban, sötét helyen.

4.24. Katalizátor

Réz-oxid (CuO): 0,3–0,4 g meghatározásonként, vagy ekvivalens mennyiségű, 0,95–1,25 g réz-szulfát $5H_2O$ meghatározásonként.

4.25. Sósavban mosott és kalcinált horzsakőszemcsék (4.26.)

4.26 Indikátoroldatok

4.26.1. Keverékindikátor

A oldat: oldjunk fel 1 g metilvöröset 37 ml 0,1 N nátrium-hidroxid oldatban, és töltsük fel 1 literre vízzel.

B oldat: oldjunk fel 1 g metilénkéket vízben, és töltsük fel 1 literre.

Keverjünk össze egy térfogatrész A-t két térfogatrész B-vel.

Ez az indikátor savas oldatban ibolyakék, semleges oldatban szürke, és lúgos oldatban zöld. 0,5 ml-t (10 cseppet) használjunk belőle.

4.26.2. Metilvörös indikátoroldat

Oldjunk fel 0,1 g metilvöröset 50 ml 95 %-os etanolban. Töltsük fel 100 ml-re vízzel, és szükség esetén szűrjük le. Az előző helyett ebből az indikátorból 4–5 csepp használható.

4.27. Indikátorpapírok

Lakmusz, brómtimol-kék (vagy más, 6–8 pH érzékenységű papírok).

4.28. Etanol vagy metanol: 95 vegyes %.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Desztillálókészülék

Lásd 2.1. módszer

5.2. Készülék ammónium-nitrogén meghatározására (7.5.1.).

Lásd 2.6.1. módszer és 6. ábra

5.3. Készülék karbamid-nitrogén ureázos módszerrel történő meghatározásához (7.6.1.)

Lásd 2.6.1. módszer és 7. ábra.

5.4. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként).

5.5. pH-mérő műszer

5.6. Üvegedények:

– 2, 5, 10, 25, 50 és 100 ml-es precíziós pipetták,

– 300 és 500 ml-es hosszú nyakú Kjeldahl-lombikok,

– 100, 240, 500 és 1000 ml-es mérőlombik,

– üveg szűrőtégelyek, pórusátmérő 5–15 μm,

– dörzscsésze.

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. MÓDSZEREK

7.1. **A vizsgálati oldat készítése**

1 mg pontossággal mérjünk ki a mintából 10 g-t, vigyük át egy 500 ml-es mérőlombikba. Öntsünk hozzá 50 ml vizet, majd 20 ml hígított sósavat (4.10.). Rázzuk össze. Hagyjuk pihenni addig, amíg befejeződik a CO_2 kibocsátása. Adjunk hozzá 400 ml vizet, rázzuk fél órán keresztül; töltsük fel a jelig vízzel, homogenizáljuk, szűrjük át száraz szűrőn száraz tárolóedénybe.

7.2. **Összes nitrogén**

7.2.1. *Nitrát hiányában*

Pipettázzuk egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba a szűrlet egy részét (7.1.), amely maximum 100 mg N-t tartalmaz. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.9.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.), valamint néhány szem üveggyöngyöt a forrás szabályozása végett. Először mérsékelten melegítsük a reakció beindítása végett, utána erőteljesebben mindaddig, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy kissé zöldes lesz, és jól látható fehér füst jelenik meg. Hűtés után öntsük át az oldatot a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá egy kis horzsakőszemcsét (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és végezzük el a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontjában előírtak szerint.

7.2.2. *Nitrát jelenlétében*

Pipettázzuk 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba a szűrlet egy részét (7.1.), amely legfeljebb 40 nitrát-N-t tartalmaz. Az elemzésnek ebben a szakaszában az N teljes mennyisége nem lényeges. Adjunk hozzá 10 ml 30 % -os kénsavat (4.12.), 5 g redukált vasat (4.2.), és azonnal fedjük le óraüveggel az Erlenmeyer-lombikot. Lassan melegítsük addig, amíg a reakció felerősödik, de még nem heves. Hagyjuk abba a melegítést, és hagyjuk állni legalább 3 órán keresztül szobahőmérsékleten. Veszteség nélkül vigyük át a folyadékot 250 ml-es mérőlombikba, az oldatlan vasat figyelmen kívül hagyva. Gondosan homogenizáljuk. Pipettázzunk egy maximum 100 mg N-t tartalmazó részt 300 ml-es Kjeldahl-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény kénsavat (4.9.), 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.), valamint egy kevés üveggyöngyöt a forrás szabályozása végett. Először mérsékelten melegítsük a reakció beindítása végett, utána erőteljesebben mindaddig, amíg a folyadék elszíntelenedik, vagy kissé zöldes lesz, és jól látható fehér füst jelenik meg. Hűtés után veszteség nélkül öntsük át az oldatot a desztilláló lombikba, hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, és adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.25.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez (5.1.), és végezzük el a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontjában előírtak szerint.

7.2.3. *Vakpróba*

Ugyanilyen feltételek mellett végezzünk vakpróbát, és használjuk fel az eredményt a végeredmény számításakor.

7.2.4. *Az eredmény megadása*

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

ahol:

a = a vakpróbához használt, titrált 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat (4.8) ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml titrált 0,2 N kénsav oldatot átviszünk a készülék gyűjtőlombikjába (4.6.)

A = az elemzéshez használt titrált 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.8) ml-e,

M = az *aliquot* részben (7.2.1. vagy 7.2.2) jelen lévő tétel tömege grammban.

7.3. **Összes nitrogén, nitrát-N kivételével**

7.3.1. *Elemzés*

Pipettázzuk egy 300 ml-es Kjeldahl-lombikba a szűrlet egy *aliquot* részét (7.1.), amely legfeljebb 50 mg meghatározandó N-t tartalmaz. Hígítsuk 100 ml-re vízzel, adjunk hozzá 5 g vas-szulfátot (4.13.), 20 ml tömény kénsavat (4.9.) és egy kevés üveggyöngyöt a forrás szabályozására. Melegítsük először mérsékelten, aztán erősebben, amíg fehér füst nem jelenik meg. Folytassuk a reakciót 15 percig. Szüntessük meg a melegítést, és adjunk be 0,4 g réz-oxidot vagy 1,25 g réz-szulfátot (4.24.) katalizátorként. Folytassuk a melegítést, és tartsuk fenn a fehér füstképződést 10-15 percig. Lehűtés után vigyük át a Kjeldahl-lombik tartalmát kvantitatíve a desztilláló lombikba (5.1.). Hígítsuk kb. 500 ml-re vízzel, adjunk hozzá egy kevés horzsakőszemcsét (4.2.). Csatlakoztassuk a lombikot a desztillálókészülékhez, és folytassuk a meghatározást a 2.6.1. módszer 7.1.1.2. pontja szerint.

7.3.2. *Vakpróba*

Lásd 7.2.3.

7.3.3. *Az eredmény megadása*

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

ahol:

a = a vakpróbához használt, titrált 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat (4.8) ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml titrált 0,2 N kénsav oldatot (4.6.) pipettázunk a készülék gyűjtőlombikjába (4.8.)

A = az elemzéshez használt titrált 0,2 N nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.8.) ml-e,

M = a becsléshez vett *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.4. **Nitrát-nitrogén**

Az alábbiak közötti különbség alapján kapjuk meg:

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.3.),

vagy

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.5.),

vagy

7.2.4. – (7.5.3. + 7.6.6.).

7.5. **Ammónium-nitrogén**

7.5.1. *Elemzés*

Pipettázzuk a készülék száraz lombikjába (5.2.) a szűrlet egy részét (7.1.), amely maximum 20 mg ammónium-N-t tartalmaz. Csatlakoztassuk a készülékhez. Pipettázzunk a 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba pontosan 50 ml titrált 0,1 N kénsavoldatot (4.14.), és annyi desztillált vizet, hogy a folyadék szintje kb. 5 cm-rel a beömlőcső nyílása felett legyen. A reakciólombik oldalsó nyakrészén keresztül öntsünk be annyi vizet, hogy a térfogat kb. 50 ml legyen. Rázzuk össze. A gázáram bevezetésekor fellépő habosodás megelőzése végett adjunk hozzá néhány csepp oktil-alkoholt (4.15.). Adjunk hozzá 50 ml telített kálium-karbonát oldatot (4.16.), és azonnal kezdjük kiűzni az így felszabadított ammóniát a hideg szuszpenzióból. Az ehhez szükséges intenzív levegőáramot (kb. 3 liter/perc áramlási sebesség) előzőleg a hígított kénsavat és hígított nátrium-hidroxidot tartalmazó mosólombikon keresztül történő átáramoltatással megtisztítjuk. Nyomott levegő helyett vákuumot is lehet használni (vízszivattyú), feltéve ha a készülék csatlakozásai légmentesek.

Az ammónia eltávolítása általában három óra múlva befejeződik.

Erről azonban kívánatos meggyőződni az Erlenmeyer-lombik kicserélésével. Amikor a folyamat befejeződik, válasszuk le az Erlenmeyer-lombikot a készülékről, öblítsük le a beömlőcső végét és az Erlenmeyer-lombik falát egy kevés desztillált vízzel, majd titráljuk a savfelesleget 0,1 N nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.17.).

7.5.2. *Vakpróba*

Lásd 7.2.3.

7.5.3. *Az eredmény megadása*

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

ahol:

a = a vakpróbához használt titrált 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.17.) ml-e, amit úgy végzünk, hogy 50 ml titrált 0,1 N kénsav oldatot (4.14) pipettázunk a készülék 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába (5.2.)

A = az elemzéshez használt titrált 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.17.) ml-e,

M = az elemzéshez használt *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.6. **Karbamid-nitrogén**

7.6.1. *Ureázos módszer*

Pipettázzuk egy 500 ml-es mérőlombikba a szűrlet (7.1.) egy legfeljebb 250 mg karbamid-nitrogént tartalmazó részét. A foszfátok kicsapatása végett adjunk hozzá megfelelő mennyiségű telített bárium-hidroxid oldatot (4.18.) mindaddig, amíg az újabb hozzáadás nem okoz további csapadékképződést. 10 % nátrium-karbonát oldattal (4.19.) távolítsuk el a bárium-ion felesleget (és az összes oldott kalciumiont). Hagyjuk leülepedni, és ellenőrizzük, hogy a kicsapódás befejeződött-e. Töltsük fel a jelig, homogenizáljuk, és szűrjük át redős szűrőn. Pipettázzunk 50 ml szűrletet a készülék 300 ml-es Erlenmeyer-lombikjába (5.3.). Savasítsuk meg 2 N sósavval (4.20.) pH 3 értékre, pH-mérővel mérve. 0,1 N nátrium-hidroxiddal (4.17.) növeljük a pH-t 5,4 értékre. Az ureázos hidrolízis közbeni ammónia-veszteség elkerülése végett zárjuk az Erlenmeyer-lombikot dugóval, amely egy csepegtetőtölcsérhez és egy kis méretű, pontosan 2 ml 0,1 N sósavoldatot tartalmazó védőedényhez (4.21.) van csatlakoztatva. A csepegtető tölcsérrel vigyünk be 20 ml ureázoldatot (4.22.). Hagyjuk állni 1 órán keresztül 20–25 °C hőmérsékleten. Pipettázzunk 25 ml 0,1 N sósav mérőoldatot (4.2.) a csepegtető tölcsérbe, hagyjuk, hogy elegyedjen az oldattal, majd öblítsük ki egy kevés vízzel. A védőedény tartalmát vigyük át veszteség nélkül az Erlenmeyer-lombikban tárolt oldatba. Titráljuk a savfelesleget a 0,1 N nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.17.), amíg 5,4 értéket nem mérünk a pH-mérőn.

Megjegyzések

1. A bárium-hidroxid és a nátrium-karbonát oldattal történő kicsapatás után töltsük fel a jelig, szűrjük le, és a lehető leghamarabb közömbösítsük.

2. A titrálás elvégezhető a 4.26. indikátorral is, noha a színátcsapást nehezebb megfigyelni.

7.6.2. *Vakpróba*

Lásd 7.2.3.

7.6.3. *Az eredmény megadása*

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

ahol:

a = a vakpróbához használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid mérőoldat ml-e, a vakpróbát pontosan olyan körülmények között végezzük, mint az elemzést

A = az elemzéshez használt 0,1 N nátrium- vagy kálium-hidroxid oldat (4.17.) ml-e,

M = az elemzéshez használt *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

7.6.4. *Gravimetriás módszer xanthidrollal*

100 ml-es főzőpohárba pipettázzuk a szűrlet (7.1.) egy részét, amely legfeljebb 20 mg karbamidot tartalmaz. Adjunk hozzá 40 ml ecetsavat (4.11.). Egy percig keverjük üvegpálcával. Várjunk 5 percig, hogy az esetleges csapadék leülepedjék. Szűrjük le, öblítsük ki néhány ml ecetsavval (4.11.). Üvegpálcával való folyamatos keverés közben cseppenként adjunk hozzá a szűrlethez 10 ml xanthidrolt (4.23.). Hagyjuk állni, amíg a csapadék megjelenik, és ettől a pillanattól kezdve ismét keverjük egy vagy két percig. Tegyük félre másfél órára. Szűrjük át előzetesen megszárított és lemért üveg szűrőtégelyen, enyhe nyomáscsökkentés mellett; öblítsük ki háromszor 5 ml etanollal (4.28.), anélkül hogy az összes ecetsavat megpróbálnánk eltávolítani. Helyezzük szárítószekrénybe, és tartsuk ott 1 órán keresztül 130 °C hőmérsékleten (ne legyen magasabb 145 °C-nál). Exszikkátorban hagyjuk lehűlni, és mérjük le.

7.6.5. *Az eredmény megadása*

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

ahol:

m = a kapott csapadék tömege grammban;

M = a meghatározásban használt *aliquot* részben jelen lévő minta tömege grammban.

Végezzük el a korrekciókat a vakpróbához. A biuret a karbamid-nitrogénnel általában nagyobb hiba nélkül vegyíthető, mivel a szintje kis abszolút értéket képvisel az összetett műtrágyákban.

7.6.6. *Különbségi módszer*

A karbamid-N számítható a következő táblázattal is:

Eset	nitrát-N	Ammónium-N	Karbamid-N
1	Hiányzik	Jelen van	(7.2.4.) – (7.5.3.)
2	Jelen van	Jelen van	(7.3.3.) – (7.5.3.)

8. AZ EREDMÉNY VIZSGÁLATA

Minden elemzés elvégzése előtt ellenőrizzük a nitrogén különböző alakjait a mintában találhatóhoz hasonló arányban tartalmazó mérőoldattal, hogy a készülék megfelelően működik-e, és hogy helyesen alkalmazzuk-e a módszert. Az ilyen mérőoldatot kálium-nitrát (4.3.), ammónium-szulfát (4.4.) és karbamid (4.5.) titrált oldataiból készítjük.

3. módszerek

FOSZFOR

3.1. módszerek

KIVONÁS

3.1.1. módszer

ÁSVÁNYI SAVAKBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja az ásványi savakban oldható foszfor meghatározásának eljárását.

2. *ALKALMAZÁSI TERÜLET*

Kizárólag a 76/116/EGK irányelv I. mellékletében felsorolt foszfátműtrágyákra alkalmazandó.

3. ALAPELV

A műtrágyában lévő foszfor kivonása salétromsav és kénsav keverékével.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Kénsav (d_{20} = 1,84).

4.2. Salétromsav (d_{20} = 1,40).

5. ESZKÖZÖK

Szokásos laboratóriumi eszközök

5.1. Egy legalább 500 ml űrtartalmú Kjeldahl-lombik vagy egy 250 ml-es gömbölyű fenekű lombik, visszafolyó hűtőt alkotó üvegcsővel.

5.2. 500 ml-es mérőlombik

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,001 g pontossággal 2,5 g-ot, és tegyük száraz Kjeldahl-lombikba.

7.2. **Kivonás**

Adjunk be 15 ml vizet, és keverjük az anyag szuszpendálásához. Adjunk hozzá 20 ml salétromsavat (4.2.), és óvatosan adjunk hozzá 30 ml kénsavat (4.1.).

Amikor a kezdeti heves reakció megszűnik, a lombik tartalmát lassan melegítsük forrásig, és forraljuk 30 percig. Hagyjuk lehűlni, majd óvatosan adjunk hozzá l kb. 150 ml vizet keverés közben. Folytassuk a forralást 15 percig.

Teljesen hűtsük le, és vigyük át a folyadékot veszteség nélkül egy 500 ml-es mérőlombikba. Töltsük a jelig, keverjük össze, és szűrjük át száraz foszfátmentes, redős papírszűrőn, és öntsük ki a szűrlet első adagját.

7.3. **Meghatározás**

A foszfor meghatározását a 3.2. módszerrel végezzük, az így kapott oldat egy *aliquot* részén.

3.1.2. módszer

2 %-OS HANGYASAVBAN (20 g/liter) OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a 2 %-os hangyasavban (20 g/liter) oldható foszfor meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag lágy nyersfoszfátok.

3. ALAPELV

A kemény és a lágy nyersfoszfátok közötti különbségtétel végett a hangyasavban oldható foszfort speciális körülmények között kivonjuk.

4. REAGENSEK

4.1. Hangyasav, 2 % (20 g/liter)

Megjegyzés

Töltsünk fel 82 ml hangyasavat (koncentráció 98–100 % , d_{20} = 1,22) öt liter térfogatra desztillált vízzel.

5. ESZKÖZÖK

Szokásos laboratóriumi felszerelések

5.1. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

5.2. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként).

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 0,001 g pontossággal 5 g-ot, és tegyük száraz, 500 ml-es széles nyakú Stohmann-mérőlombikba (5.1.).

7.2. **Kivonás**

Miközben a lombikot kézzel folyamatosan forgatjuk, adjunk hozzá 20 ± 1 °C hőmérsékletű hangyasavat (4.1.) úgy, hogy kb. 1 cm-rel a jel alatt legyen, majd töltsük a jelig. Zárjuk le a lombikot gumidugóval, és rázassuk rotációs rázógépen (5.2.) 30 percen keresztül 20 ± 2 °C hőmérsékleten.

Szűrjük át száraz foszfátmentes redős papírszűrőn egy száraz üveg gyűjtőedénybe. Öntsük ki a szűrlet első, 20 ml-es adagját. Folytassuk a szűrést addig, amíg a foszfor meghatározásához megfelelő mennyiségű szűrletet összegyűjtünk.

7.3. **Meghatározás**

Határozzuk meg a foszfort a 3.2. módszer szerint a teljesen tiszta szűrlet egy *aliquot* részében.

3.1.3. módszer

2 %-OS CITROMSAVBAN (20 g/liter) OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. CÉL

Ez a dokumentum előírja a 2 %-os citromsavban (20 g/liter) oldható foszfor meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Csak a Thomas-salak fajtáihoz alkalmazható (lásd az irányelv I A mellékletét).

3. ALAPELV

A foszfor kivonása a műtrágyából 2 %-os citromsavoldattal (20 g/liter), meghatározott körülmények között.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Kristályos citromsavból ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) készített 2 %-os citromsavoldat (20 g/liter).

Megjegyzés

Ellenőrizzük ennek a citromsavoldatnak a koncentrációját a belőle vett 10 ml mennyiség 0,1 N nátrium-hidroxid mérőoldattal végzett titrálásával, indikátorként fenolftaleint használva.

Ha az oldat helyes, 28,55 ml mérőoldatot kell használni.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Az elemzést a kapott állapotban lévő terméken végezzük, miután gondosan összekevertük az eredeti mintát a homogenitás biztosítása végett. Lásd 1. módszer.

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk meg 0,001 g pontossággal 5 g-ot, tegyük megfelelően széles nyakú 600 ml térfogatú száraz lombikba, amelyben alaposan össze lehet rázni a folyadékot.

7.2. **Kivonás**

Adjunk be 500 ± 1 ml mennyiségű 20 ± 1 °C hőmérsékletű citromsavoldatot. A vegyszer első milliliterjeinek a beadásakor erőteljesen rázzuk össze kézzel az oldatot, nehogy darabossá váljék, és a lombik falára tapadjon az anyag. Zárjuk a lombikot gumidugóval, és rázassuk rotációs rázógépen (5.1.) pontosan 30 percig 20 ± 2 °C hőmérsékleten.

Azonnal szűrjük át száraz, redős, foszfátmentes papírszűrőn száraz üveg szedőedénybe, és öntsük el az első 20 ml szűrletet. Addig folytassuk a szűrést, amíg annyi szűrletet nem kapunk, amennyi a foszfor meghatározásának elvégzéséhez szükséges.

7.3. **Meghatározás**

A foszforkivonat meghatározását a 3.2. módszerrel az így kapott oldat *aliquot* részén végezzük.

3.1.4. módszer

A SEMLEGES AMMÓNIUM-CITRÁTBAN OLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a semleges ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes műtrágya, melynek vonatkozásában a semleges ammónium-citrátban való oldhatóság elő van írva (lásd 76/116/EGK irányelv I. melléklet).

3. ALAPELV

Foszfor kivonása 65 °C hőmérsékleten semleges ammónium-citrát oldattal (pH 7) meghatározott körülmények között.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz.

4.1. Semleges ammónium-citrát oldat (pH 7).

Ennek az oldatnak literenként 185 g kristályos citromsavat kell tartalmaznia, fajsúlya 20 °C hőmérsékleten 1,09 legyen, pH értéke pedig 7.

A reagenst a következőképpen készítjük el:

370 g kristályos citromsavat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) kb. 1,5 liter vízben feloldunk és 345 ml ammónium-hidroxid oldat hozzáadásával (28–29 % NH_3) hozzávetőlegesen semleges oldatot készítünk. Ha az NH_3 koncentráció 28 % -nál alacsonyabb, ennek megfelelően nagyobb mennyiségű ammónium-hidroxid oldatot adjunk hozzá és a citromsavat ennek megfelelően kevesebb vízzel hígítsuk.

Hűtsük le, és tegyük pontosan semlegessé úgy, hogy közben a pH-mérő elektródáit folyamatosan az oldatba merítve tartjuk. Adjunk hozzá ammóniát 28–29 % NH_3 mellett cseppenként, folyamatosan keverve (gépi keverővel), amíg pontosan pH 7 értéket nem kapunk 20 °C hőmérsékleten. Ezen a ponton töltsük fel 2 literre a térfogatot, és ismét mérjük meg a pH-értéket. Tartsuk a reagenst zárt tárolóedényben, és rendszeres időközönként ellenőrizzük a pH-értékét.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Kétliteres főzőpohár

5.2. pH-mérő műszer

5.3. 200 vagy 250 ml-es Erlenmeyer-lombik

5.4. 500 ml-es mérőlombikok és egy 2 000 ml-es mérőlombik

5.5. Vízfürdő, amelyet termosztáttal 65 °C hőmérsékletre be lehet állítani, megfelelő keverővel ellátva (lásd 8. ábra).

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Tegyünk 1 vagy 3 g műtrágyát (lásd az irányelv I. A. és B. mellékletét) 100 ml, előzőleg 65 °C hőmérsékletre melegített ammónium-citrát oldatot tartalmazó, 200 vagy 250 ml-es Erlenmeyer-lombikba.

7.2. **Az oldat elemzése**

Dugaszoljuk be az Erlenmeyer-lombikot, és rázzuk, hogy a műtrágya darabosodás nélkül szuszpendáljon. Vegyük ki a dugót egy pillanatra a nyomáskiegyenlítés végett, majd ismét zárjuk le az Erlenmeyer-lombikot. Helyezzük a lombikot olyan vízfürdőbe, amely úgy van beállítva, hogy a lombik tartalmát pontosan 65 °C hőmérsékleten tartsa, és csatlakoztassuk a keverőhöz (lásd 8. ábra). Keverés közben a lombikban lévő szuszpenzió szintjét állandóan a vízfürdőben lévő víz szintje alatt kell tartani ([1]). A gépi keverést úgy kell szabályozni, hogy biztosítsa a tökéletes szuszpenziót.

Pontosan 1 órán keresztül végzett keverés után vegyük ki az Erlenmeyer-lombikot a vízfürdőből.

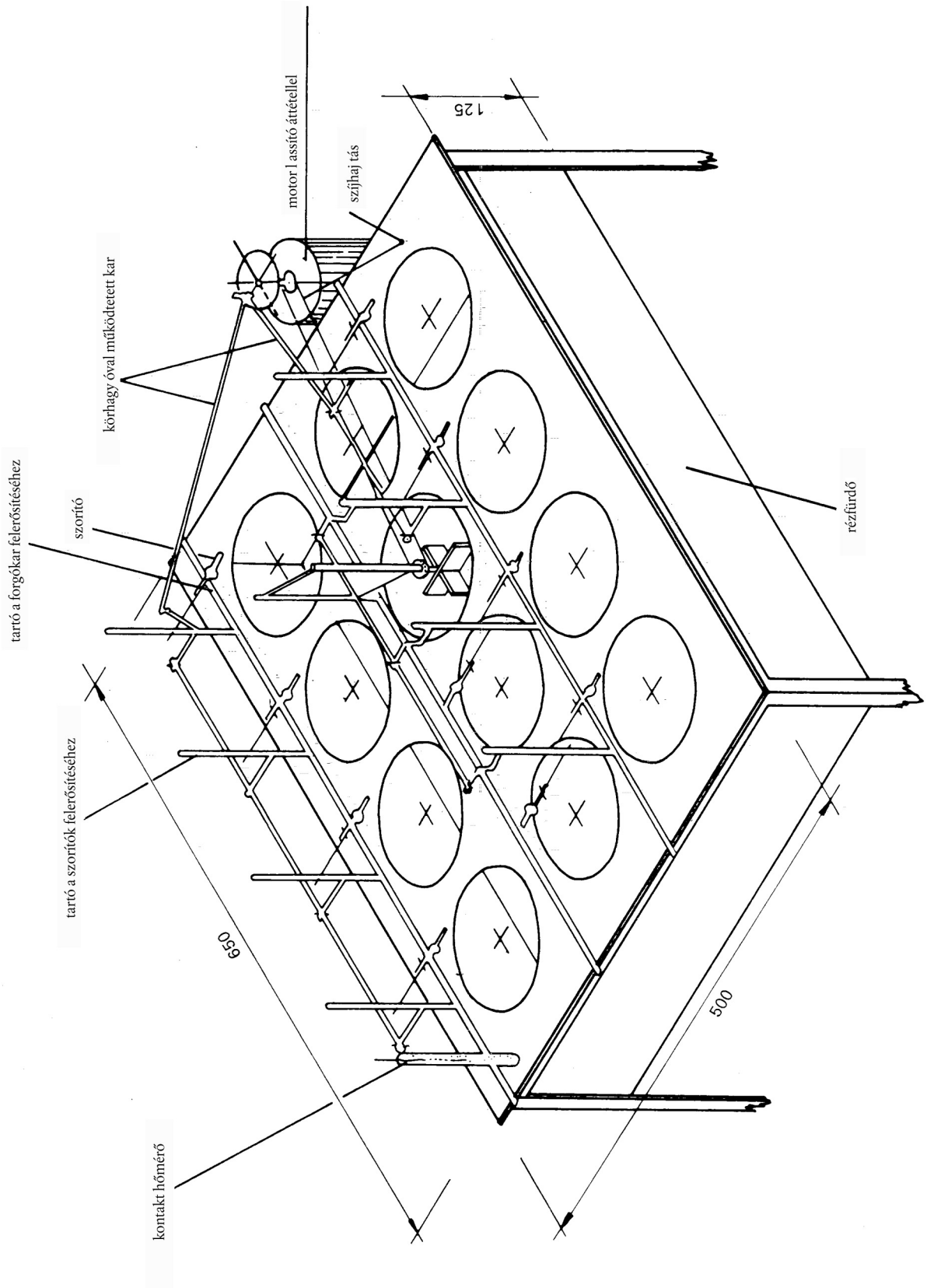
Rögtön hűtsük le folyóvízben szobahőmérsékletre, és az Erlenmeyer-lombik tartalmát azonnal vigyük át veszteség nélkül egy 500 ml-es mérőlombikba vízsugárral (mosópalack) a lombikot kimosva. Töltsük fel jelig vízzel. Jól keverjük össze. Szűrjük át (közepes sebességű, foszfátmentes) száraz, redős papírszűrőn száraz tartóedénybe, és öntsük ki a szűrlet első részét (kb. 50 ml).

Ezután kb. 100 ml tiszta szűrletet gyűjtünk össze.

7.3. **Meghatározás**

Határozzuk meg az így nyert kivonat foszfortartalmát a 3.2. módszerrel.

([1]) Ha gépi keverő nem áll rendelkezésre, a lombik ötpercenként kézzel megrázható.


motor l assító áttétellel
szíjhaj tás
125
körhagy óval működtetett kar
tartó a forgókar felerősítéséhez
szorító
rézfürdő
tartó a szorítók felerősítéséhez
650
500
kontakt hőmérő

8. ábra

3.1.5. módszer

KIVONÁS LÚGOS AMMÓNIUM-CITRÁTTAL

3.1.5.1. módszer

Oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, 65 °C hőmérsékleten

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja az oldható foszfor lúgos ammónium-citrátban történő meghatározásának az eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag dikalcium-foszfát-dihidráthoz ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$)

3. ALAPELV

Foszfát kivonása 65° hőmérsékleten ammónium-citrát lúgos oldatával (Petermann-módszer), előírt feltételek mellett.

4. REAGENSEK

Desztillált víz, vagy olyan ionmentes víz, amelynek a jellemzői megegyeznek a desztillált vízéivel.

4.1. Petermann-oldat

4.2. Jellemzők

Citromsav ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$): 173 g/liter

Ammónia: 42 g/liter ammónium-nitrogén (nitrogénben kifejezve),

pH tartalom 9,4 és 9,7 között

Készítés diammónium-citrátból

Oldjunk fel 931 g diammónium-hidrogén-citrátot (molekulatömeg: 226,19) kb. 3 500 ml vízben egy ötliteres mérőlombikban. Tartsuk folyóvízfürdőben, keverjük össze és hűtsük le, majd adjunk hozzá ammóniát kis mennyiségekben. Például d_4^{20} = 0,906 esetében, amely 20,81 tömegszázalék ammónium-nitrogén szintnek felel meg, 502 ml ammóniaoldatot kell használni. Állítsuk be a hőmérsékletet 20 °C-ra, töltsük jelig desztillált vízzel. Keverjük össze.

Készítés citromsavból és ammóniából

Oldjunk fel 865 g citromsav-monohidrátot kb. 2 500 ml desztillált vízben, kb. 5 liter űrtartalmú tárolóedényben. Helyezzük a tárolóedényt jégfürdőbe, és állandó rázás közben adjunk hozzá kis mennyiségekben ammóniaoldatot tölcséren keresztül, amelynek a szára a citromsavoldatba merül. Például d_4^{20} = 0,906 esetében, amely 20,81 tömegszázalék ammónium-nitrogén szintnek felel meg, 1114 ml ammóniaoldatot kell használni. Állítsuk be a hőmérsékletet 20 °C értékre, vigyük át egy ötliteres mérőlombikba, töltsük a jelig desztillált vízzel, és keverjük össze.

Az ammónium-nitrogén tartalmat a következő módon ellenőrizzük.

Vigyünk át 25 ml oldatot egy 250 ml-es mérőlombikba, és töltsük jelig desztillált vízzel. Keverjük össze. Határozzuk meg az ammónium-nitrogén tartalmat ennek az oldatnak 250 ml-én a 2.1. módszer szerint. Ha az oldat megfelelő, 15 ml 0,5 N H_2SO_4-et kell használni.

Ha az ammónium-nitrogén erőssége nagyobb, mint 42 g/liter, az NH_3 kiűzhető semlegesgáz-árammal, vagy mérsékelt melegítéssel visszaállítva a pH értékét 9,7-re. Végezzünk el még egy meghatározást.

Ha az ammónium-nitrogén erőssége kisebb, mint 42 g/liter, akkor hozzá kell adni egy súlynyi ammóniaoldatot:

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

vagy $V = \frac{M}{0{,}906}$ hőmérsékleten.

Ha V értéke kisebb, mint 25 ml, öntsük be közvetlenül az ötliteres lombikba V × 0,173 g porrá őrölt citromsavat.

Ha a V értéke nagyobb, mint 25 ml, akkor kézenfekvő egy új liternyi reagenst készíteni a következő módon.

Mérjünk le 173 g citromsavat. Oldjuk fel 500 ml vízben. Ezután, az óvórendszabályokat betartva, adjunk hozzá legfeljebb 225 + V × 1206 ml ammóniaoldatot, amelyet az 5 liter reagens készítésére használtunk. Töltsük a jelig vízzel. Keverjük össze.

Ezt a litert keverjük össze a korábban készített 4975 ml mennyiséggel.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Vízfürdő, amely 65 ± 1 °C hőmérsékleten tartható.

5.2. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 1 g-ot 0,001 g pontossággal, és tegyük az 500 ml-es mérőlombikba (5.2.).

7.2. **Kivonás**

Adjunk be 200 ml lúgos ammónium-citrát oldatot (4.1.). Dugaszoljuk be a lombikot, és rázzuk kézzel erőteljesen egyrészt a darabosodás elkerülése végett, másrészt pedig azért, hogy az anyag hozzá ne tapadjon a lombik falához.

Tegyük a lombikot 65 °C hőmérsékletre beállított vízfürdőbe, és az első fél órában rázzuk meg 5 percenként. Minden rázás után emeljük meg a dugót a nyomás kiegyenlítése végett. A vízfürdőben a víz szintjének a lombikban lévő oldat szintje felett kell lennie. Hagyjuk még 1 órán keresztül a lombikot a vízfürdőben 65 °C hőmérsékleten, és rázogassuk 10 percenként. Vegyük ki a lombikot, hűtsük le kb. 20 °C hőmérsékletre, töltsük fel 500 ml-re vízzel. Keverjük össze, és szűrjük át száraz foszfátmentes redős papírszűrőn, és öntsük ki a szűrlet első adagját.

7.3. **Meghatározás**

A kivont foszfát meghatározását a 3.2. módszerrel végezzük az így kapott oldat egy *aliquot* részén.

3.1.5.2. módszer

Az oldható foszfor kivonása Petermann-módszerrel, szobahőmérsékleten

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a hideg lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag termofoszfátokra vonatkozik.

3. ALAPELV

A foszfor kivonása kb. 20 °C hőmérsékleten ammónium-citrát lúgos oldatával (Petermann-oldat), speciális körülmények között.

4. REAGENS

Lásd 3.1.5.1. módszer

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés, valamint egy 250 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

5.2. Rotációs rázógép (35–40 fordulat/perc)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 2,5 g-ot, 0,001 g pontossággal, és tegyük 250 ml-es mérőlombikba (5.1.).

7.2. **Kivonás**

Adjunk be egy kevés 20 °C hőmérsékletű Petermann-oldatot, rázzuk igen erősen, egyrészt a darabosodás megakadályozása végett, és azért, hogy ne tapadjon anyag a lombik falára. Töltsük a jelig Petermann-oldattal, majd zárjuk le a lombikot gumidugóval.

Rázassuk két órán keresztül a rotációs rázógépen (5.2.). Azonnal szűrjük át száraz foszfátmentes redős papírszűrőn száraz tartóedénybe, és öntsük el a szűrlet első adagját.

7.3. **Meghatározás**

A foszfor meghatározását a 3.2. módszer szerint végezzük az így nyert oldat egy *aliquot* részén.

3.1.5.3. módszer

Joulie-féle lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor kivonása

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a Joulie-féle lúgos ammónium-citrátban oldható foszfor meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes olyan egyszerű és összetett foszfát-műtrágya, amelyben a foszfát alumino-kalciumos alakban fordul elő.

3. ALAPELV

Kivonás előírás szerinti ammónium-citrát lúgos oldatával történő erőteljes rázással (ahol szükséges, oxin jelenlétében), kb. 20 °C hőmérsékleten.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Joulie-féle lúgos ammónium-citrát oldat

Ez az oldat 400 g citromsavat és 153 g NH_3-at tartalmaz literenként. Szabad ammóniatartalma kb. 55 g literenként. Az alább leírt módszerek egyikével készíthető.

4.1.1. Egyliteres mérőlombikban oldjunk fel 400 g citromsavat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) kb. 600 ml ammóniában (d_{20} = 0,925, azaz 200 g NH_3/liter). A citromsavat egymás után, 50–80 g tömegű mennyiségekben adjuk hozzá, a hőmérsékletet közben 50 °C alatt tartva. Töltsük fel az 1 literes jelig ammóniával.

4.1.2. Egyliteres mérőlombikban oldjunk fel 432 g diammónium-hidrogén-citrátot ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 ml vízben. Adjunk hozzá 440 ml ammóniát (d_{20} = 0,925). Töltsük fel 1 literre vízzel.

Megjegyzés

A teljes ammónia-tartalom vizsgálata

Vegyünk 10 ml-es mintát a citrátoldatból, és tegyük 250 ml-es lombikba. Töltsük a jelig desztillált vízzel. Határozzuk meg az ammónium-nitrogén tartalmat ennek az oldatnak a 25 milliliternyi mennyiségén, a 2.1. módszer szerint.

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

Ilyen körülmények között a reagenst megfelelőnek tekintjük, ha a titrálás során kapott milliliterek száma 17,7 és 18 ml között van.

Ellenkező esetben adjunk hozzá 0,1 milliliterenként 4,25 ml ammóniát (d_{20} = 0,925) a fent említett 18 ml alatt.

4.2. Porított 8-hidroxi-kinolin (oxin).

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi eszközök és egy kis üveg- vagy porcelánmozsár dörzscsészével,

5.2. 500 ml-es mérőlombikok

5.3. Egy 1000 ml-es mérőlombik

5.4. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 1 g-ot 0,0005 g pontossággal, és tegyük kis méretű dörzscsészébe. Nedvesítsük meg kb. 10 csepp citráttal (4.1.), és nagyon óvatosan törjük meg a mozsárral.

7.2. **Kivonás**

Adjunk hozzá 20 ml ammónium-citrátot (4.1.), keverjük pépesre, és hagyjuk ülepedni kb. 1 percig.

Öntsük le a folyadékot 500 ml-es mérőlombikba, kiszűrve az olyan részecskéket, amelyek esetleg kimaradtak a korábbi nedves aprításból. Adjunk 20 ml citrátoldatot (4.1.) a maradékhoz, őröljük meg a fentiek szerint, és öntsük le a folyadékot a mérőlombikba. Ismételjük meg négyszer ezt a folyamatot úgy, hogy az ötödik végén az összes terméket bele lehessen önteni a lombikba. Az ezekhez a műveletekhez használt citrát összes mennyisége kb. 100 ml legyen.

Öblítsük ki a mozsarat és a dörzscsészét a mérőlombik felett 40 ml desztillált vízzel.

A bedugaszolt lombikot rázassuk 3 órán keresztül a rotációs rázógépen (5.4.).

Hagyjuk a lombikot állni 15–16 órán keresztül, majd ugyanilyen körülmények között rázassuk ismét 3 órán keresztül. A hőmérsékletet az egész művelet alatt 20 ± 2 °C értéken tartjuk.

Töltsük jelig desztillált vízzel. Szűrjük át száraz szűrőn, öntsük el a szűrlet első adagját, és gyűjtsük a tiszta szűrletet száraz lombikba.

7.3. **Meghatározás**

A kivont foszfor becslését a 3.2. módszer szerint végezzük az így nyert oldat egy *aliquot* részén.

8. MELLÉKLET

Az oxin használata révén ezt a módszert alkalmazni lehet magnéziumot tartalmazó műtrágyákra is. Ez a fajta felhasználás olyankor ajánlott, amikor a magnézium és a foszfor-pentoxid tartalom aránya nagyobb, mint 0,03 (Mg/P_2O_5 > 0,03). Ebben az esetben adjunk 3 g oxint a megnedvesített vizsgálati mintához. Továbbá az oxin használata magnézium hiányában nem valószínű, hogy a későbbiekben zavarja a meghatározást. Ha azonban tudjuk azt, hogy nincs magnézium jelen, az oxin használatát el is lehet hagyni.

3.1.6 módszer

VÍZOLDHATÓ FOSZFOR KIVONÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a vízoldható foszfor meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes olyan műtrágya, beleértve az összetett műtrágyákat is, ahol a vízoldható foszfort meg kell határozni.

3. ALAPELV

Kivonás vízzel, speciális feltételek mellett, rotációs rázógéppel.

4. REAGENS

Desztillált vagy ionmentes víz

5. *ESZKÖZÖK*

5.1. 500 ml-es mérőlombik (pl. Stohmann-lombik).

5.2. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként)

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából mérjünk ki 5 g mennyiséget 0,01 g pontossággal, és tegyük 500 ml-es mérőlombikba (5.1.).

7.2. **Kivonás**

Öntsünk a lombikba 450 ml vizet, amelynek a hőmérséklete 20 és 25 °C között legyen.

Rázzuk a rotációs rázógépen (5.2.) 30 percig.

Töltsük a jelig vízzel, jól keverjük össze rázással, és szűrjük át száraz, foszfátmentes redős papírszűrőn száraz tartóedénybe.

7.3. **Meghatározás**

A foszfor meghatározását a 3.2. módszer szerint végezzük, az így nyert oldat egy *aliquot* részén.

3.2. módszer

A KIVONT FOSZFOR MEGHATÁROZÁSA

(Gravimetriás módszer kinolin-foszfomolibdáttal)

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a műtrágya kivonatokban lévő foszfor meghatározásának eljárását.

2. *ALKALMAZÁSI TERÜLET*

A módszer alkalmazható az összes műtrágya kivonatnál [1] a foszfor különféle alakjainak a meghatározására.

3. ALAPELV

Az esetleges hidrolízist követően a foszfort savas közegben kinolin-foszfomolibdát alakjában kicsapatjuk.

Szűrés és mosás után a csapadékot 250 °C-on szárítjuk, majd lemérjük.

A fent említett körülmények között az oldatban található vegyületek (ásványi és szerves savak, ammóniumionok, oldható szilikátok stb.) valószínűleg nem fejtenek ki zavaró hatást, ha a kicsapatáskor nátrium-molibdát vagy ammónium-molibdát alapú reagenst használunk.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Tömény salétromsav (d_{20} = 1,40)

4.2. Reagenskészítés

4.2.1. Nátrium-molibdát alapú reagens készítése

A oldat: oldjunk fel 70 g nátrium-molibdát-dihidrátot 100 ml desztillált vízben.

B oldat: oldjunk fel 60 g citromsav-monohidrátot 100 ml desztillált vízben, és adjunk hozzá 85 ml tömény salétromsavat (4.1.).

C oldat: keverjük bele az A oldatot a B oldatba, így kapjuk a C oldatot.

D oldat: 50 ml desztillált vízhez adjunk 35 ml tömény salétromsavat (4.1.), utána 5 ml frissen desztillált kinolint. Adjuk hozzá ezt az oldatot a C oldathoz, jól keverjük össze, és hagyjuk állni reggelig sötét helyen. Utána töltsük az 500 ml-re desztillált vízzel, ismét keverjük össze, majd szűrjük át üveg szűrőtölcséren (5.6.).

4.2.2. Ammónium-molibdát alapú reagens készítése

A oldat: 300 ml desztillált vízben oldjunk fel 100 g ammónium-molibdátot enyhe melegítés közben, és időnként megkeverve.

B oldat: oldjunk fel 120 g citromsav-monohidrátot 200 ml desztillált vízben és adjunk hozzá 170 ml tömény salétromsavat (4.1.).

[1] Ásványi savakban oldható foszfor, vízoldható foszfor, ammónium-citrát oldatokban oldható foszfor, 2 % -os citromsavban oldható foszfor és 2 % -os hangyasavban oldható foszfor.

C oldat: 10 ml frissen desztillált kinolint adjunk hozzá 70 ml tömény salétromsavhoz (4.1.).

D oldat: az A oldatot lassan, alapos keverés mellett öntsük a B oldatba. Alapos keverés után adjuk hozzá ehhez a keverékhez a C oldatot, és töltsük fel 1 literre. Hagyjuk állni két napig száraz és sötét helyen, majd szűrjük át üveg szűrőtölcséren (5.6.).

A 4.2.1. és a 4.2.2. reagens azonos módon használható; mindkettőt sötét helyen, bedugaszolt polietilén palackban kell tárolni.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Szokásos laboratóriumi felszerelés és 500 ml-es széles nyakú Erlenmeyer-lombik.

5.2. 10, 25 és 50 ml-es beosztott pipetták

5.3. 5–20 µ porozitású szűrőtégely

5.4. Buchner-lombik (szívópalack vákuumszűréshez)

5.5. 250 ± 10 °C-re beállított szárítószekrény

5.6. Üveg szűrőtölcsér, 5–20 µ porozitású

6. ELJÁRÁS

6.1. **Mintavétel az oldatból**

A műtrágya-kivonatból vegyünk ki egy kb. 0,01 g P_2O_5-öt tartalmazó *aliquot* részt (lásd 2. táblázat) pipettával, és tegyük 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba. Adjunk hozzá 15 ml tömény salétromsavat [1] (4.1.), és hígítsuk vízzel kb. 100 ml-re.

2. táblázat

A foszfátoldatok *aliquot* részeinek meghatározása

% P_2O_5 a műtrágyában	% P a műtrágyában	Tétel (g)	Hígítás (ml-re)	Minta (ml)	Hígítás (ml-re)	Kicsapandó minta (ml)	Kinolin-foszfomolibdát átváltási tényező (F), P_2O_5 %-ban	Kinolin-foszfomolibdát átváltási tényező (F'), P %-ban
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, ha a kicsapandó oldat 15 ml-nél több citrátoldatot (semleges citrát, Petermann- vagy Joulie-féle lúgos citrát) tartalmaz.

6.2. **Hidrolízis**

Ha gyanítható, hogy metafoszfátok, pirofoszfátok vagy polifoszfátok vannak jelen az oldatban, a hidrolízist a következőképpen végezzük.

Az Erlenmeyer-lombik tartalmát lassan forraljuk fel, és tartsuk ezen a hőmérsékleten a hidrolízis befejeződéséig (ez rendszerint 1 órát vesz igénybe). Ügyelni kell a fröccsenési és a túlzott párolgás miatti veszteségek elkerülésére, amely több mint a felével csökkentené az eredeti térfogatot, például visszafolyó hűtő beszerelésével. A hidrolízist követően töltsük vissza az eredeti térfogatot desztillált vízzel.

6.3. **A szűrőtégely lemérése**

Szárítsuk a szűrőtégelyt (5.3.) legalább 15 percig 250 ± 10 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben. Exszikkátorban történt lehűlése után mérjük le a tégelyt.

6.4. **Kicsapatás**

Az Erlenmeyer-lombikban lévő savas oldatot addig melegítjük, amíg forrni nem kezd, utána megkezdjük a kinolin-foszfomolibdát kicsapatását 40 ml kicsapató reagens (4.2.1. vagy 4.2.2. reagens [1]) cseppenkénti adagolásával folyamatos keverés mellett. Tegyük az Erlenmeyer-lombikot gőzfürdőbe, hagyjuk ott 15 percig, és időnként rázogassuk. Az oldat leszűrhető azonnal vagy lehűlés után.

6.5. **Szűrés és mosás**

Szűrjük le az oldatot vákuumban, dekantálással. Mossuk ki az Erlenmeyer-lombikban lévő csapadékot 30 ml vízzel. Dekantáljuk és szűrjük az oldatot. Ismételjük meg ötször ezt a műveletet. A csapadék többi részét veszteség nélkül vigyük át a szűrőtégelybe vízzel öblítve. Mossuk ki négyszer 20 ml vízzel, és minden egyes hozzáadás előtt várjuk meg, hogy a folyadék kicsepegjen a szűrőtégelyből. Gondosan szárítsuk meg a csapadékot.

6.6. **Szárítás és mérés**

Töröljük le a szűrőtégely külsejét szűrőpapírral. Tegyük be ezt a tégelyt szárítószekrénybe, és hagyjuk ott mindaddig, amíg a tömege állandósul, 250 °C (5.5.) hőmérsékleten (általában 15 percig); exszikkátorban hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre, és gyorsan mérjük le.

6.7. **Vakpróba**

Mindegyik meghatározássorozatnál végezzünk vakpróbát, csak a reagenseket és az oldószereket használva, a kivonás közben alkalmazott arányokban (citrátoldat stb.), és ezeket a végeredmény kiszámításakor vegyük figyelembe.

6.8. **Vizsgálat**

Végezzük el a meghatározást kálium-dihidrogén-foszfát oldat 0,01 g P_2O_5-öt tartalmazó *aliquot* részén.

[1] 15 ml-nél több citrátoldatot (semleges, Petermann- vagy Joulie-oldat) tartalmazó foszfátoldat kicsapatásához, amelyet 21 ml tömény salétromsavval (lásd a 6.1. pont lábjegyzetét) savanyítottunk meg, használjunk 80 ml kicsapatószert.

7. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Amennyiben a 2. táblázatban található vizsgálati mintákat és hígítási mennyiségeket használjuk, a következő képlet érvényes:

a műtrágyában lévő P % = (A − a) × F'

vagy

a műtrágyában lévő P_2O_5 % = (A − a) × F,

ahol:

A = a kinolin-foszfomolibdát tömege, grammban

a = a vakpróba során nyert kinolin-foszfomolibdát tömege, grammban

F és F' = A 2. táblázat két utolsó oszlopában megadott tényezők.

Olyan vizsgálati minták és hígítások esetében, amelyek eltérnek a 2. táblázatban szereplő adatoktól, a következő képlet érvényes:

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

vagy

$$\text{a műtrágyában lévő } P_2O_5 \text{ \%} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M},$$

ahol

f és f' = A kinolin-foszfomolibdát P_2O_5 = 0,032074 vegyületté (f) vagy P = 0,013984 (f') történő átváltásának tényezői.

D = Hígítási tényező

M = Az elemzett minta tömege, grammban.

4. módszer

KÁLIUM

4.1. módszer

A VÍZOLDHATÓ KÁLIUMTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a vízoldható kálium meghatározásának eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

A 76/116/EGK irányelv I. mellékletében felsorolt összes kálium-műtrágya.

3. ALAPELV

A vizsgálandó mintában lévő káliumot feloldjuk vízben. Az olyan anyagok eltávolítása vagy fixálása után, amelyek zavarhatják a kvantitatív meghatározást, a káliumot enyhén lúgos közegben kálium-tetrafenil-borát alakjában kicsapatjuk.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Analitikai formaldehid

25–35 %-os tiszta formaldehid oldat

4.2. Analitikai kálium-klorid

4.3. Nátrium-hidroxid oldat:10 N

Ügyelni kell arra, hogy csak káliummentes nátrium-hidroxidot használjunk.

4.4. Indikátoroldat

Oldjunk fel 0,5 g fenolftaleint 90 %-os etanolban, és töltsük fel 100 ml-re.

4.5. EDTA oldat

Oldjunk fel 4 g dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát-dihidrátot 100 ml-es mérőlombikban vízzel. Töltsük a jelig, és keverjük össze.

Ezt a reagenst műanyag tartóedényben tároljuk.

4.6. NTFB oldat

Oldjunk fel 32,5 g nátrium-tetrafenil-borátot 480 ml vízben, adjunk hozzá 2 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.3.), és 20 ml magnézium-klorid oldatot (100 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$/liter).

Keverjük 15 percig, és szűrjük át finom, hamumentes szűrőn.

Ezt a reagenst műanyag tartóedényben tároljuk.

4.7. Mosófolyadék

Hígítsunk 20 ml NTFB oldatot (4.6.) 1 000 ml-re vízzel.

4.8. Brómos víz

Bróm telített vizes oldata.

5. ESZKÖZÖK

5.1. 1 000 ml-es mérőlombikok

5.2. 250 ml-es főzőpohár

5.3. 5–20 μ porozitású szűrőtégelyek

5.4. 120 ± 10 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrény

5.5. Exszikkátor

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

Káliumsók esetében a mintát annyira finomra kell őrölni, hogy az elemzéshez reprezentatív mintát nyerjünk. Az ilyen termékekhez az 1. módszer (6) (a előírásait kell használni.

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Mérjünk ki 10 g-t az előkészített mintából 0,001 g pontossággal (5 g-ot 50 %-nál több kálium-oxidot tartalmazó káliumsók esetében). Tegyük ezt a vizsgálati mintát 600 ml-es főzőpohárba, és öntsünk hozzá kb. 400 ml vizet.

Forraljuk fel, és hagyjuk forrni 30 percig. Hűtsük le, veszteség nélkül vigyük át egy 1000 ml-es mérőlombikba, töltsük a jelig, keverjük össze, és szűrjük bele egy száraz tartóedénybe. A szűrlet első 50 ml-jét öntsük el (lásd 7.6., az eljárással kapcsolatos megjegyzés).

7.2. **Az *aliquot* rész elkészítése a kicsapatáshoz**

Vigyük át pipettával a szűrlet (lásd 3. táblázat) egy 25–50 mg káliumot tartalmazó *aliquot* részét 250 ml-es főzőpohárba. Ha szükséges, töltsük az 50 ml-es jelig vízzel.

Az esetleges zavarok elkerülése végett adjunk hozzá 10 ml EDTA oldatot (4.5.), néhány csepp fenolftaleinoldatot (4.4.), és keverjünk bele cseppenként nátrium-hidroxid oldatot (4.3.), amíg megvörösödik, aztán végül adjunk hozzá még néhány csepp nátrium-hidroxidot a felesleg biztosítása végett (rendszerint 1 ml nátrium-hidroxid elegendő a minta közömbösítéséhez és a felesleg biztosításához).

Az ammónia legnagyobb részének kiűzése végett (lásd 7.6.(b), az eljárással kapcsolatos megjegyzés) enyhén forraljuk 15 percig.

Szükség esetén adjunk hozzá vizet, hogy a térfogat 60 ml-re növekedjék.

Forraljuk fel az oldatot, szüntessük meg a főzőpohár melegítését, és adjunk hozzá 10 ml formaldehidet (4.1.). Adjunk hozzá néhány csepp fenolftaleint, és ha szükséges, további nátrium-hidroxidot, amíg határozott vörös szín nem jelenik meg. Fedjük le a főzőpoharat óraüveggel, és helyezzük gőzfürdőbe 15 percre.

7.3. **A szűrőtégely lemérése**

Szárítsuk ki a szűrőtégelyt (lásd 5.3. pont) az állandó tömeg eléréséig (kb. 15 percig) 120 °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben (5.4.).

Hagyjuk lehűlni a szűrőtégelyt exszikkátorban, utána mérjük le.

7.4. **Kicsapatás**

Vegyük ki a főzőpoharat a gőzfürdőből, és keverjünk bele cseppenként 10 ml NTFB oldatot (4.6.). Ehhez kb. 2 percre van szükség. Várjunk legalább 10 percet leszűrés előtt.

7.5. **Szűrés és mosás**

Vákuumban szűrjük le a lemért tégelybe, öblítsük ki a főzőpoharat a mosófolyadékkal (4.7.), mossuk ki a csapadékot háromszor a mosófolyadékkal (összesen 60 ml mosófolyadék) és kétszer 5–10 ml vízzel.

Alaposan szárítsuk ki a csapadékot.

7.6. **Szárítás és mérés**

Töröljük meg a szűrőtégely külső felületét szűrőpapírral. Tegyük a szűrőtégelyt tartalmával együtt a szárítószekrénybe fél órára 120 °C hőmérséklet mellett. Exszikkátorban hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre a szűrőtégelyt, és gyorsan mérjük meg.

Az eljárással kapcsolatos megjegyzés

a) Amennyiben a szűrlet sötét színű, pipettázzunk át egy *aliquot* részt, amely legfeljebb 100 mg K_2O-t tartalmaz, és tegyük 100 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá brómos vizet, és forralással űzzük ki a brómfelesleget. Lehűlés után töltsük a jelig, szűrjük le, és határozzuk meg mennyiségileg a szűrlet *aliquot* részében lévő káliumot.

b) Ha kevés ammónium-nitrogén van jelen, vagy egyáltalán nincs jelen, a 15 perces forralás szükségtelen.

7.7. **Mintaként veendő *aliquot* részek és átváltási tényezők**

3. táblázat

A 4. módszerhez

A műtrágyában lévő K_2O %	A műtrágyában lévő K %	Tétel (g)	A kivonat oldatából vett minta a hígításhoz (ml)	Hígítás (ml-re)	A kicsapáshoz mintaként veendő *aliquot* rész (ml)	Átváltási tényező (F), $\frac{\%\ K_2O}{g\ TPBK}$	Átváltási tényező (F') $\frac{\%\ K}{g\ TPBK}$
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	vagy–		10	131,400	109,060
			vagy 50	250	50	131,400	109,060
több, mint 50	több, mint 41,5	5	vagy–	–	10	262,800	218,120
			vagy 50	250	50	262,800	218,120

7.8 **Vakpróba**

Minden egyes meghatározássorozat esetében végezzünk vakpróbát úgy, hogy csak a reagenseket alkalmazzuk az elemzés során használt arányokban, és ezt vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.9. **Ellenőrző vizsgálat**

A vizsgálati módszer vizsgálata végett végezzünk meghatározást a kálium-klorid vizes oldatának egy *aliquot* részén, amely legfeljebb 40 mg K_2O-t tartalmaz.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Ha a 3. táblázatban található vizsgálati mintákat és hígítási értékeket használjuk, a következő képletet kell alkalmazni:

a műtrágyában található K_2O %-a = (A − a) × F

vagy

a műtrágyában található K %-a = (A − a) × F',

ahol

A = a minta csapadékának a tömege, grammban

a = a vakpróba csapadékának tömege, grammban

F és F' = tényezők (lásd 3. táblázat).

Ha a minták és hígítások értékei eltérnek a 3. táblázatban megadottaktól, a következő képletet használjuk:

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

vagy

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

ahol:

f = átváltási tényező, KTFB K_2O-ba = 0,1314,

f' = átváltási tényező, KTFB K-ba = 0,109,

D = hígítási tényező

M = a tétel tömege, grammban

5. módszer

MAGNÉZIUM

5.1. módszer

A VÍZOLDHATÓ MAGNÉZIUM MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a vízoldható magnézium meghatározási eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Kizárólag olyan egyszerű műtrágyák esetében, amelyekre nézve 76/116/EGK irányelv I. A. melléklete előírja a vízoldható magnézium jelzését.

3. ALAPELV

A magnézium oldása a tétel vízben történő forralásával.

Először a Ca+Mg titrálása EDTA-val eriokrómfekete-T jelenlétében. Másodszor a Ca titrálása EDTA-val kalcein vagy kalkonkarbonsav jelenlétében. A magnézium meghatározása a különbségből.

4. REAGENSEK

Desztillált vagy ionmentes víz

4.1. 0,05 mólos magnézium mérőoldat

Mérjünk ki 2,016 g magnézium-oxidot, amelyet előzőleg 2 órán keresztül 600 ºC hőmérsékleten kalcináltunk. Tegyük főzőpohárba 100 ml vízzel. Keverjünk be 120 ml, kb. 1 N sósavat. A feloldódás után veszteség nélkül vigyük át egy 1 literes mérőlombikba, töltsük a jelig vízzel, és keverjük össze.

Ellenőrizzük az oldat erősségét gravimetriásan, mint a foszfátnál.

1 ml oldatnak 0,1216 g Mg-t kell tartalmaznia (= 0,2016 g MgO).

4.2. 0,05 mólos EDTA-oldat

Mérjünk ki dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát-dihidrátból ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) 18,61 g mennyiséget, tegyük 1 literes főzőpohárba, és oldjuk fel 600–800 ml vízben. Vigyük át az oldatot veszteségmentesen 1 literes mérőlombikba. Töltsük jelig, és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot a mérőoldattal (4.1.) úgy, hogy az utóbbiból 20 ml-es mintát veszünk, és a vizsgálati eljárás (7.4.1.) szerint titráljuk.

Egy ml EDTA oldatnak 1,216 mg Mg-nak, vagy 2,016 mg MgO-nak, valamint 2,004 mg Ca-nak, vagy 2,804 mg CaO-nak kell megfelelnie(lásd 9.1. és 9.6.).

4.3. 0,05 mólos kalcium mérőoldat

Mérjünk ki 5,004 g száraz kalcium-karbonátot. Tegyük főzőpohárba 100 ml vízzel. Fokozatosan keverjünk bele 120 ml körülbelül 1 N sósavat.

Forraljuk fel a szén-dioxid kiűzése végett, hűtsük le, vigyük át veszteség nélkül egy 1 literes mérőlombikba, töltsük fel a jelig vízzel, és keverjük össze. Ellenőrizzük ezt az oldatot az EDTA oldattal (4.2.), a 7.4.2. analitikai eljárás szerint. Ennek az oldatnak 1 ml-je 2,004 mg Ca-t (2,804 mg CaO) kell tartalmaznia, és meg kell felelnie 1 ml 0,05 mólos EDTA-oldatnak.

4.4. Kalceinindikátor

Gondosan keverjünk össze dörzscsészében 1 g kalceint 100 g nátrium-kloriddal. Ebből a keverékből 10 mg-t használjunk fel. Az indikátor színe zöldről narancsra változik. A titrálást addig kell folytatni, amíg olyan narancsszínt nem nyerünk, amely zöld árnyalattól mentes.

4.5. Kalkonkarbonsav-indikátor

Oldjunk fel 400 mg kalkonkarbonsavat 100 ml metanolban. Használjunk ebből az oldatból 3 cseppet. Az indikátor színe vörösről kékre változik. A titrálást addig kell végezni, amíg olyan kék színt nem nyerünk, amely vörös árnyalattól mentes.

4.6. Eriokrómfekete-T indikátor

Oldjunk fel 300 mg eriokrómfekete-T-t 25 ml propilalkohol és 15 ml trietanol-amin keverékében. Használjunk 3 cseppet ebből az oldatból. Ez az indikátor a vörösből kékre vált, és a titrálást addig kell végezni, amíg olyan kék színt nem nyerünk, amely vörös árnyalattól mentes. Csak akkor változtatja meg a színét, ha magnézium jelen van. Szükség esetén adjunk hozzá 0,1 ml mérőoldatot (4.1.).

Ha mind kalcium, mind magnézium jelen van, az EDTA először a kalciummal, majd a magnéziummal alkot komplexet. Ebben az esetben ezt a két elemet együttesen határozzuk meg.

4.7. Analitikai kálium-cianid

KCN 2 %-os vizes oldata

4.8. Kálium-hidroxid és kálium-cianid-oldat

Oldjunk fel 280 g KOH-t és 66 g KCN-t vízben, töltsük fel 1 literre, és keverjük össze.

4.9. pH 10 pufferoldat

Oldjunk fel 33 g ammónium-kloridot 200 ml vízben, adjunk hozzá 250 ml ammóniát (d = 0,91), töltsük fel 500 ml-re vízzel, és keverjük össze. Rendszeresen ellenőrizzük az oldat pH értékét.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Mágneses vagy mechanikus keverő

5.2. pH-mérő

5.3. 500 ml-es mérőlombikok

5.4. 300 ml-es főzőpoharak

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel**

Az előkészített mintából vegyünk 5 g, 1 mg pontossággal kimért mennyiséget 500 ml-es mérőlombikba.

7.2. **Oldás**

Adjunk hozzá kb. 300 ml vizet, és forraljuk fél órán keresztül. Hűtsük le, töltsük jelig, keverjük össze és szűrjük le.

7.3. **Ellenőrző vizsgálat**

Végezzünk meghatározást a (4.1.) és (4.3.) oldat *aliquot* részein úgy, hogy a Ca/Mg arány megegyezzék a mintától várt aránnyal.

E célból vegyünk „*a*” ml mérőoldatot (4.3.) és „*b* – *a*” ml (4.1.) mérőoldatot.

Az „*a*” és „*b*” a minta elemzésekor a két titráláskor használt EDTA-oldat milliliterjeinek a számát jelenti. Ez az eljárás csak akkor helyes, hogyha az EDTA, a kalcium és a magnézium mérőoldatai pontosan ekvivalensek egymással. Ellenkező esetben el kell végezni a megfelelő korrekciókat.

7.4. **Meghatározás**

7.4.1. *Titrálás eriokrómfekete-T jelenlétében*

Pipettázzunk a vizsgálandó oldatból (7.5.) egy *aliquot* részt 300 ml-es főzőpohárba, és hígítsuk vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 5 ml pufferoldatot (4.9.). A pH-mérőnek 10,5 ± 0,1 pH-értéket kell mutatnia. Adjunk hozzá 2 ml kálium-cianid oldatot (4.7.) és 3 csepp eriokrómfekete-T indikátort (4.6.). Enyhén keverjük meg, és titráljuk az EDTA oldattal (4.2.) (9.2., 9.3 és 9.4.). A „*b*" legyen a 0,05 mólos EDTA-oldat milliliterreinek a száma.

7.4.2. *Titrálás kalcein vagy kalkonkarbonsav jelenlétében*

Az elemzendő oldatból pipettázzunk egy olyan *aliquot* részt, amely megegyezik fenti titráláshoz vett résszel, tegyük főzőpohárba, és hígítsuk vízzel kb. 100 ml-re. Adjunk hozzá 10 ml KOH/KCN oldatot (4.8.) és az indikátort (4.4. vagy 4.5.). Gyengén keverjük meg, és titráljuk az EDTA oldattal (9.2, 9.3 és 9.4.). Legyen „*a*" a 0,05 mólos EDTA oldat milliliterreinek a száma.

7.5. **A titráláshoz mintaként veendő *aliquot* részek**

Műtrágyaféleség	Az egyes titrálásokhoz mintaként veendő *aliquot* rész (ml)	Egyetlen *aliquot* részben jelen lévő minta mennyisége (g)
Kalcium- és magnézium-nitrát	20	0,200
Magnézium-ammónium-szulfát-nitrát	50	0,500
Nyers káliumsók	25	0,250
Kálium-magnézium-klorid	25	0,250
Kálium- és magnézium-szulfát	25	0,250

Megjegyzés

1. Az összes ilyen műtrágya esetében a tétel 5 g és a vizsgálandó oldat összes térfogata 500 ml.

2. Eriokrómfekete-T-vel történő titráláskor a titrálás nem haladhatja meg a 25 ml EDTA mennyiséget, különben az *aliquot* rész térfogatát csökkenteni kell.

   Lehetséges azonban az utóbbinak a növelése is.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

$$\text{A műtrágyában lévő MgO \%} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

vagy

$$\text{a műtrágyában lévő Mg \%} = \frac{(b - a) \times T'}{M},$$

ahol:

T = Az EDTA oldat erőssége

T' = Az EDTA oldat erőssége

Ha az pontosan 0,05 M, akkor T = 0,2016 g MgO vagy T' = 0,1216 g Mg

M = A mintaként vett *aliquot* részben (7.5.) jelen lévő minta tömege grammban.

9. MEGJEGYZÉSEK

9.1. Az EDTA-fém sztöchiometriai aránya komplexometriai elemzésben mindig 1:1, tekintet nélkül a fém vegyértékére, noha az EDTA 4 vegyértékű. Az EDTA titrálóoldat és a mérőoldatok ezért mólosak lesznek, nem pedig szokásosak.

9.2. A komplexometriai indikátorok gyakran érzékenyek a levegő hatására, és az oldat kifakulhat titrálás közben. Ilyenkor 1-2 csepp indikátort kell hozzáadni. Ez a hatás akkor figyelhető meg, amikor eriokrómfeketét és kalkonkarbonsavat használunk.

9.3. A fém-indikátor komplexek néha relatíve stabilak, és a színátcsapás némi időt igényelhet.

Éppen ezért az EDTA utolsó cseppjeit lassan kell hozzáadni, és biztosítani kell azt, hogy a színátcsapási pontot nem haladtuk túl egyetlen csepp 0,05 mólos magnézium oldat (4.1.) vagy kalcium oldat (4.3.) hozzáadásával.

Ez különösen az eriokróm-magnézium komplexre vonatkozik.

9.4. Az indikátor színátcsapását nem szabad felülről megfigyelni, csakis vízszintesen, az oldaton keresztül, és a főzőpoharat fehér háttér elé, jól megvilágított helyre kell állítani.

A színátcsapás könnyen megfigyelhető úgy is, hogy a főzőpoharat egy alulról 25 W-os lámpával megvilágított homályos üveglemezre helyezzük.

9.5. Ez az elemzés bizonyos tapasztalatot kíván meg a vegyésztől. A vegyésznek vennie kell a fáradságot többek között a színátcsapásnak mérőoldatokkal (4.1. és 4.3.) történő megfigyelésére.

Ajánlatos, hogy a meghatározásokat mindig ugyanaz a vegyész végezze.

9.6. A garantált erősségű EDTA oldat használata (pl titrisol vagy Normex) egyszerűsítheti a mérőoldatok (4.1., 4.2 és 4.3.) ekvivalenciájának a vizsgálatát.

6. módszer

KLÓR

6.1. módszer

KLORIDOK MEGHATÁROZÁSA SZERVES ANYAGOK HIÁNYÁBAN

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja a klorid szerves anyag hiányában történő meghatározásának az eljárását.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes olyan műtrágya, amely szerves anyagot nem tartalmaz

3. ALAPELV

A vízben oldott kloridok kicsapatása savas közegben ezüst-nitrát mérőoldatának a feleslege mellett. A felesleget ammónium-tiocianát oldattal titráljuk vas(III)-ammónium-szulfát jelenlétében (Volhard-módszer).

4. REAGENSEK

Kloridmentes desztillált vagy ionmentes víz

4.1. Nitro-benzol vagy dietil-éter

4.2. Salétromsav: 10 N

4.3. Indikátoroldat

Oldjunk fel 40 g vas(III)-ammónium-szulfátot, $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$, vízben, és töltsük fel 1 literre.

4.4. Ezüst-nitrát mérőoldat: 0,1 N

4.5. Ammónium-tiocianát mérőoldat: 0,1 N

Készítés

Mivel ez a só higroszkópos, és nem szárítható a bomlás kockázata nélkül, tanácsos kimérni kb. 9 g mennyiséget, feloldani vízzel és feltölteni 1 literre. Állítsuk be 0,1 N erősségre a 0,1 N $AgNO_3$-tal titrálva.

5. ESZKÖZÖK

5.1. Rotációs rázógép (35–40 fordulat percenként).

5.2. 2 mérőbüretta

5.3. 500 ml-es mérőlombik

5.4. 250 ml-es kúpos (Erlenmeyer-) lombik

6. MINTAKÉSZÍTÉS

Lásd 1. módszer

7. ELJÁRÁS

7.1. **Mintavétel és oldatkészítés**

Tegyünk 0,001 g pontossággal kimért 5 g tömegű mintát 500 ml-es mérőlombikba, és adjunk hozzá 450 ml vizet. Keverjük fél órán keresztül a rotációs rázógéppel (5.1.), töltsük az 500 ml-es jelig desztillált vízzel; keverjük össze, és szűrjük bele egy főzőpohárba.

7.2. **Meghatározás**

A szűrletből vegyünk egy legfeljebb 0,150 g kloridot tartalmazó *aliquot* részt. Például 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) vagy 100 ml (1 g). Ha a vett minta kisebb, mint 50 ml, akkor fel kell tölteni a térfogatot 50 ml-re desztillált vízzel.

Adjunk hozzá 5 ml 10 N salétromsavat (4.2.), 20 ml indikátoroldatot (4.3.) és két csepp ammónium-tiocianát mérőoldatot (az utóbbi reagenshez egy, e célból nullára beállított bürettát használunk).

Ezután bürettával addig adjunk hozzá ezüst-nitrát mérőoldatot (4.4), amíg 2-5 ml felesleg nem keletkezik. Adjunk hozzá 5 ml nitro-benzolt vagy 5 ml dietil-étert (4.1.), és jól rázzuk össze, hogy a csapadék összeálljon. Az ezüst-nitrát felesleget addig titráljuk 0,1 N ammónium-tiocianáttal (4.5.), amíg vörösesbarna szín nem jelenik meg, amely a lombik enyhe rázását követően is megmarad.

Megjegyzés

A nitro-benzol vagy a dietil-éter (de főképpen a nitro-benzol) megakadályozza, hogy az ezüst-klorid reagáljon a tiocianát ionokkal. Ily módon éles színátcsapás figyelhető meg.

7.3. **Vakpróba**

Végezzünk vakpróbát azonos körülmények között, és vegyük figyelembe a végeredmény kiszámításakor.

7.4. **Ellenőrző vizsgálat**

Mielőtt elvégeznénk a becsléseket, ellenőrizzük a módszer pontosságát oly módon, hogy frissen készített kálium-klorid oldatból egy *aliquot* részt használunk, amely ismert mennyiséget tartalmaz 100 mg klorid nagyságrendben.

8. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

Adjuk meg az eredményt a mintában az elemzésre kapott állapotban lévő klorid százalékában.

Számítsuk ki a klór (Cl) százalékarányát a következő képlettel:

$$\text{Klorid } \% = 0{,}003546 \times \frac{(V_Z - V_{CZ}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M},$$

ahol:

V_z = 0,1 N ezüst-nitrát milliliter-száma

V_{cz} = a vakpróba során használt 0,1 N ezüst-nitrát milliliter-száma,

V_a = a 0,1 N ammónium-tiocianát milliliterjeinek a száma,

V_{ca} = a vakpróba során használt 0,1 N ammónium-tiocianát milliliterjeinek a száma

M = a vett minta (7.2.) tömege, grammban.

7. módszerek

AZ ŐRLÉS FINOMSÁGA

7.1. módszer

AZ ŐRLÉS FINOMSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA (SZÁRAZ ELJÁRÁS)

1. CÉL

E dokumentum célja, hogy előírja az őrlés finomságának a meghatározására szolgáló száraz eljárást.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az összes olyan EGK-műtrágya, ahol az őrlés finomságára követelmények vannak megadva 0,63 és 0,160 mm sziták alkalmazása mellett.

3. ALAPELV

A szita mechanikai rázásával, 0,63 mm-nél nagyobb szemcsenagyságú termékmennyiségek, valamint a 0,16 és 0,63 mm közötti szemcsenagyságú termékek meghatározása, valamint az őrlési finomság százalékarányának kiszámítása.

4. ESZKÖZÖK

4.1. Mechanikai szitarázó

4.2. Normál tartományú (20 cm átmérő és 5 cm magas) 0,16, illetve 0,63 mm lyukú sziták.

5. ELJÁRÁS

Mérjünk ki az anyagból 0,05 g pontossággal 50 g-ot. Szereljük rá a két szitát és a gyűjtőedényt a szitarázóra (4.1.), úgy, hogy a nagyobb lyukú szita felül helyezkedjék el. Helyezzük a vizsgálati mintát a tetejére. Szitáljuk 10 percig, és gyűjtsük össze a fenéken összegyűlt részt. Indítsuk be megint a berendezést, és 1 perc elteltével ellenőrizzük, hogy az ez idő alatt a fenéken összegyűlt mennyiség nem több-e 250 mg-nál. Addig ismételjük a műveletet (egyszerre 1–1 percig), amíg az összegyűlt mennyiség kevesebb 250 mg-nál. Mérjük meg a két szitán maradt anyagot külön-külön.

6. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

A minta finomsági százaléka, ahogyan a 0,63 mm lyukú szita mutatja = $(50 - M_1) \times 2$

A minta finomsági százaléka, ahogyan a 0,16 mm lyukú szita mutatja = $(50 - (M_1 + M_2)) \times 2$.

ahol:

M_1 = a 0,63 mm lyukú szita maradékának tömege grammban.

M_2 = a 0,16 mm lyukú szita maradékának tömege grammban.

A 0,63 mm lyukú szitából kihulló anyag már külön van választva.

Ezeknek a számításoknak az eredményét felkerekítjük a legközelebbi egységre.

7.2. módszer

PUHA NYERSFOSZFÁTOK ŐRLÉSI FINOMSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

Ez a módszer előírja a puha nyersfoszfátok őrlési finomságának a meghatározási módszerét.

2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ez a módszert kizárólag puha nyersfoszfátoknál alkalmazható.

3. ALAPELV

Finom részecskenagyságú minták esetén összetömörödés keletkezhet, ezáltal a száraz szitálás megnehezül. Emiatt rendszerint nedves szitálást alkalmaznak.

4. REAGENSEK

1 %-os nátrium-hexa-metafoszfát oldat

5. ESZKÖZÖK

5.1. 0,063, illetve 0,125 mm lyukú, normál sorozatú sziták (átmérő 20 cm és magasság 5 cm); gyűjtőedények.

5.2. Állványra szerelt 20 cm átmérőjű üvegtölcsér

5.3. 250 ml-es főzőpoharak

5.4. Szárítószekrény

6. VIZSGÁLATI MÓDSZER

6.1. **Mintavétel**

Mérjünk ki az anyagból 50 g-ot, 0,005 g pontossággal. Mossuk le a szita mindkét oldalát vízzel, és tegyük a 0,125 mm lyukú szitát a 0,063 mm lyukú szita fölé.

6.2. **Eljárás**

Helyezzük a vizsgálati mintát a felső szitára. A szitálást vékony hidegvízsugárral végezzük (csapvíz használható) addig, amíg a víz miközben áthull a szitán tiszta nem lesz. Ügyeljünk arra, hogy a vízáram miatt az alsó szita soha ne teljen meg vízzel.

Amikor a felső szitán lévő maradék láthatólag többé-kevésbé állandó marad, távolítsuk el ezt a szitát, és közben helyezzük egy gyűjtőedényre.

Folytassuk a nedves szitálást az alsó szitával néhány percig, amíg a szitán áthulló víz csaknem tiszta lesz.

Tegyük vissza a 0,125 mm lyukú szitát a 0,063 mm lyukú szitára. Vigyük át az esetleges lerakódást a gyűjtőedényből a felső szitára, és kezdjük ismét a szitálást vékony vízsugárral, amíg ez a víz újból csaknem tisztává válik. Vigyük át mindegyik maradékot veszteség nélkül egy másik főzőpohárba a tölcsérrel.

A főzőpoharakat vízzel megtöltve szuszpendáljuk az egyes maradékokat. Hagyjuk állni kb. 1 percig, dekantáljunk annyi vizet, amennyit lehetséges.

Tegyük a főzőpoharakat 150 °C hőmérsékletű szárítószekrénybe 2 órára.

Hagyjuk kihűlni, ecsettel távolítsuk el a maradékot, majd mérjük le.

7. AZ EREDMÉNY MEGADÁSA

A számítási eredményeket felkerekítjük a legközelebbi egységre.

A 0,125 mm lyukú szitán maradt maradék által mutatott finomság százaléka = $(50 - M_1) \times 2$

A 0,063 mm lyukú szitán maradt maradék által mutatott finomság százaléka = $(50 - (M_1+M_2)) \times 2$,

ahol:

M_1 = A 0,125 mm lyukú szitán maradt anyag tömege, g.

M_2 = A 0,063 mm lyukú szitán maradt anyag tömege, g.

8. MEGJEGYZÉS

Ha a szitálást követően darabos anyag figyelhető meg, az elemzést még egyszer el kell végezni a következő módon.

Öntsünk lassan a mintából folyamatos keverés közben 50 g anyagot 1 literes, 500 ml nátrium-hexametafoszfát oldatot tartalmazó lombikba. Dugaszoljuk be a lombikot, és kézzel erőteljesen rázzuk a lombikot, hogy a darabok összetörjenek. Vigyük át az egész szuszpenziót a felső szitára, és mossuk ki alaposan a lombikot. Ezután folytassuk az elemzést a 6.2. pontban előírtak szerint.