31977L0535

22.8.1977. EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS L 213/1

KOMISIJAS DIREKTĪVA

(1977. gada 22. jūnijs)

par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanu un analīzi

(77/535/EEK)

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1975. gada 18. decembra Direktīvu 76/116/EEK par dalībvalstu tiesību tuvināšanu attiecībā uz mēslošanas līdzekļiem [1] un jo īpaši tās 9. panta 2. daļu,

tā kā direktīva nosaka EEK mēslošanas līdzekļu oficiālu kontroli, lai pārbaudītu atbilstību no Kopienas normām izrietošām prasībām, kas attiecas uz mēslošanas līdzekļu kvalitāti un sastāvu;

tā kā šajā direktīvā noteiktie pasākumi atbilst Komitejas atzinumam par direktīvu, kuras attiecas uz tehnisko barjeru likvidēšanu tirdzniecībā ar mēslošanas līdzekļiem, piemērošanu tehniskajam progresam,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

Dalībvalstis veic vajadzīgos pasākumus, lai nodrošinātu, ka atbilstīgi Padomes 1975. gada 18. decembra Direktīvas 76/116/EEK 8. panta 1. un 2. punktam paraugu ņemšana un analīzes EEK mēslošanas līdzekļu oficiālajai kontrolei tiek veiktas saskaņā ar šīs direktīvas pielikumā aprakstītajām metodēm.

2. pants

1. Dalībvalstīs vēlākais līdz 1977. gada 19. decembrim stājas spēkā likumi, normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

2. Dalībvalstis dara zināmus Komisijai galvenos tiesību aktu noteikumus, ko tās pieņem jomā, kuru reglamentē šī direktīva.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 1977. gada 22. jūnijā

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

ETIENNE DAVIGNON

[1] OV L 24, 30.1.1976., 21. lpp.

I PIELIKUMS

PARAUGU ŅEMŠANAS METODES MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU ANALĪZEI

IEVADS

Pareiza paraugu ņemšana ir grūta operācija, kas prasa vislielāko rūpību. Tādēļ nav iespējams par daudz uzsvērt, ka oficiālai mēslošanas līdzekļu pārbaudei nepieciešams iegūt paraugu, kas pietiekami atbilst visas analizējamās masas sastāvam.

Tālāk aprakstītā paraugu ņemšanas metode speciālistiem, kuriem ir pieredze parastā paraugu ņemšanā, ir jāpiemēro ar lielu precizitāti.

1. MĒRĶIS UN DARBĪBAS JOMA

Oficiālai mēslošanas līdzekļu kvalitātes un sastāva kontrolei domātie paraugi ir jāņem atbilstoši zemāk aprakstītajām metodēm. Tādā veidā iegūtos paraugus uzskata par pārstāvjiem to mēslošanas līdzekļu apjoma sastāvam, no kuriem tie ir ņemti.

2. PARAUGU ŅĒMĒJI

Paraugus noņem speciālisti, kurus šīm mērķim ir pilnvarojušas dalībvalstis.

3. DEFINĪCIJAS

Apjoms, no kura ņem paraugu: Vienību veidojoša produkta daļa, kuras īpašības pieņem par vispārējām.

Sastāvdaļas paraugs: Daudzums, kas paņemts vienā punktā no paņemtā parauga.

Vidējais paraugs: Sastāvdaļu paraugu kopums no viena un tā paša paņemtā parauga.

Samazinātais paraugs: vidējais parauga pārstāvošā daļa, kas iegūta, samazinot vidējo paraugu.

Gala paraugs: Samazinātā parauga pārstāvošā daļa.

4. APARATŪRA

4.1. Paraugu ņemšanas ierīcei jābūt izgatavotai no materiāla, kas nevar ietekmēt noņemamo paraugu īpašības. Tādas ierīces dalībvalstis drīkst oficiāli apstiprināt.

4.2. **Cietu mēslošanas līdzekļu paraugu ņemšanai ieteicamās ierīces**

4.2.1. *Manuāla paraugu ņemšana*

4.2.1.1. Lāpstiņa ar plakanu dibenu un vertikālām malām.

4.2.1.2. Paraugu ņemšanas šķēpveida ierīce ar garu šķēlumu vai nodalījumiem. Šīs ierīces izmēriem jāatbilst mēslošanas līdzekļu apjoma, no kura ņem paraugu, raksturlielumiem (konteinera dziļumam, maisa izmēriem utt.) un mēslošanas līdzekļa daļiņu lielumam.

4.2.2. *Mehāniska paraugu ņemšana*

Atzītas mehāniskas ierīces drīkst izmantot paraugu ņemšanai mēslošanas līdzekļu kustināšanas laikā.

4.2.3. *Dalītājs*

Aparātu, kas radīts, lai sadalītu paraugu vienādās daļās, drīkst izmantot sastāvdaļu paraugu paņemšanai kā arī samazināto un gala paraugu sagatavošanai.

5. KVANTITATĪVAS PRASĪBAS

5.1. **Paņemtais paraugs**

Paņemtajam paraugam jābūt tādam, lai varētu paņemt katras tā sastāvdaļas paraugu.

5.2. **Sastāvdaļu paraugi**

5.2.1.	*Neiesaiņoti mēslošanas līdzekļi*	*Minimālais sastāvdaļu paraugu skaits*
5.2.1.1.	Apjoms, no kā ņem paraugus, nepārsniedz 2,5 tonnas	Septiņi
5.2.1.2.	Apjoms, no kā ņem paraugus, pārsniedz 2,5 tonnas, bet nepārsniedz 80 tonnas	$\sqrt{\text{20 reizināts ar tonnu skaitu apjomam, no kā ņem paraugus (1).}}$
5.2.1.3.	Apjoms, kam noņem paraugus, pārsniedz 80 tonnas	40
5.2.2.	*Iesaiņoti mēslošanas līdzekļi*	*Minimālais iesaiņojumu skaits, kam noņem paraugus (2)*
5.2.2.1.	**Iesaiņojumi, lielāki par 1kg:**	
5.2.2.1.1.	Apjoms, no kā ņem paraugus, ir mazāks par pieciem iesaiņojumiem	Visi iesaiņojumi
5.2.2.1.2.	Apjoms, no kā ņem paraugus, ir 5 līdz 16 iesaiņojumi	Četri
5.2.2.1.3.	Apjoms, no kā ņem paraugus, ir 17 līdz 400 iesaiņojumi	$\sqrt{\text{apjomā, no kā ņem paraugu, ietilpstošais iesaiņojumu skaits (1).}}$
5.2.2.1.4.	Apjoms, no kā ņem paraugus, ir 400 iesaiņojumi	20
5.2.2.2.	**Iesaiņojumi, kas nepārsniedz 1 kg:**	Četri

5.3. **Vidējais paraugs**

Uz apjomu, no kā ņem paraugus, ir vajadzīgs viens vidējais paraugs. Vidējo paraugu veidojošo sastāvdaļu paraugu kopējais svars ir ne mazāks par sekojošo:

5.3.1.	*Neiesaiņoti mēslošanas līdzekļi*	4 kg
5.3.2.	*Iesaiņoti mēslošanas līdzekļi*	
5.3.2.1.	Iesaiņojumi, lielāki par 1 kg	4 kg
5.3.2.2.	Iesaiņojumi, kas nepārsniedz 1 kg	Četru oriģināliesaiņojumu satura svars

5.4. **Gala paraugi**

No vidējā parauga iegūst gala paraugus, ja nepieciešams, vidējo paraugu samazinot. Jāanalizē vismaz viens gala paraugs. Parauga svars analīzei ir ne mazāks par 500 g.

(1) Ja iegūtais skaitlis ir daļskaitlis, tas ir jānoapaļo līdz nākošajam veselajam skaitlim.
(2) Iesaiņojumiem, kuru saturs nepārsniedz 1 kg, sastāvdaļu paraugs ir viena oriģināliesaiņojuma saturs.

6. INSTRUKCIJAS PARAUGU ŅEMŠANAI, SAGATAVOŠANAI UN IESAIŅOŠANAI

6.1. **Vispārēji norādījumi**

Paraugi jāņem un jāsagatavo iespējami ātri, ņemot vērā piesardzības pasākumus, kas nepieciešami, lai nodrošinātu paraugu atbilstību mēslošanas līdzekļa sastāvam, no kura tie ir ņemti. Instrumentiem, tāpat kā virsmām un paraugiem domātajiem konteineriem, jābūt tīriem un sausiem.

6.2. **Sastāvdaļu paraugi**

Sastāvdaļu paraugi jāņem pēc nejaušas izvēles visā apjomā, no kura ņem paraugu, un tiem jābūt aptuveni vienāda lieluma.

6.2.1. *Neiesaiņoti mēslošanas līdzekļi*

Apjoms, no kura tiek ņemts paraugs, iedomāti jāsadala aptuveni vienādās daļās. Izvēlas daļu skaitu, atbilstīgi sastāvdaļu paraugu skaitam, kas noteikts saskaņā ar 5.2. punktu, un pēc nejaušas izvēles no katras šīs daļas paņem vismaz vienu paraugu. Ja, paņemot neiesaiņotu mēslošanas līdzekļu paraugus, nav iespējams izpildīt 5.1. punkta prasības, paraugus paņem no apjoma, no kura ņem paraugus, pārvietošanas brīdī (iekraujot vai izkraujot). Šajā gadījuma paraugus ņem no nejauši izvēlētām iedomātām daļām, kas minētas augstāk, to pārvietošanas laikā.

6.2.2. *Iesaiņoti mēslošanas līdzekļi*

Kad paraugu ņemšanai ir izvēlēts vajadzīgais iesaiņojumu skaits, kā norādīts 5.2. punktā, paņem daļu no katra iesaiņojuma satura. Ja nepieciešams, paraugus ņem laikā, kad katrs iesaiņojums atsevišķi ir iztukšots.

6.3. **Vidējā parauga sagatavošana**

Lai izveidotu vienu vidējo paraugu, sastāvdaļu paraugus sajauc.

6.4. **Gala parauga sagatavošana**

Vidējā parauga sastāvu rūpīgi sajauc. ([1])

Ja nepieciešams, vidējo paraugu iepriekš samazina līdz vismaz 2 kg (samazinātais paraugs), lietojot mehānisko dalītāju vai izmantojot diagonāļu metodi.

Sagatavo vismaz trīs aptuveni vienāda lieluma gala paraugus, kas atbilst 5.4. punkta kvantitatīvajām prasībām. Katru paraugu ievieto piemērotā hermētiski noslēgtā konteinerā. Veic visus vajadzīgos piesardzības pasākumus, lai izvairītos no jebkuras parauga raksturīgo īpašību maiņas.

7. GALA PARAUGU IESAIŅOŠANA

Konteinerus vai iesaiņojumus aizzīmogo un tiem pieliek apzīmējumus (kopējo apzīmējumu jāietver zīmogā) tā, lai tos nevarētu atvērt, nesabojājot zīmogu.

8. PARAUGU ŅEMŠANAS PIERAKSTI

Par katru parauga ņemšanu ir jāizdara ieraksts, kas ļauj viennozīmīgi identificēt katru apjomu, no kura noņemts paraugs.

9. PARAUGU NOSŪTĪŠANA

Katra apjoma, no kura ir noņemts paraugs, vismaz viens gala paraugs kopā ar analītiķim nepieciešamo informāciju ir iespējami ātri jānosūta pilnvarotai analītiskai laboratorijai.

([1]) Visas pikas ir jāsasmalcina, (ja nepieciešams) atdalot tās no parauga un pēc tam atliekot paraugā atpakaļ.

II PIELIKUMS

MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻU ANALĪZES METODES

Satura rādītājs

VISPĀRĒJI NORĀDĪJUMI		7
1.	PARAUGA SAGATAVOŠANA	7
2.	SLĀPEKLIS	9
2.1.	Amonija slāpekļa noteikšana	9
2.2.	Nitrātu un amonija slāpekļa noteikšana	19
2.2.1.	Ar Ulša metodi	19
2.2.2.	Ar Arnda metodi	21
2.2.3.	Ar Devarda metodi	23
2.3.	Kopējā slāpekļa noteikšana	28
2.3.1.	Kalcija cianamīdā, kas nesatur nitrātus	28
2.3.2.	Kalcija cianamīdā, kas satur nitrātus	30
2.3.3.	Urīnvielā	33
2.4.	Cianamīda slāpekļa noteikšana	35
2.5.	Biureta noteikšana urīnvielā	38
2.6.	Dažādu formu slāpekļa noteikšana vienā paraugā	41
2.6.1.	Mēslošanas līdzekļos, kas satur nitrātu, amonija, urīnvielas un cianamīda slāpekli	41
2.6.2.	Mēslošanas līdzekļos, kas satur nitrātu, amonija un urīnvielas slāpekli	55
3.	FOSFORS	62
3.1.	Ekstrahēšana	62
3.1.1.	Ar minerālskābēm	62
3.1.2.	Ar 2% skudrskābi	63
3.1.3.	Ar 2% citronskābi	64
3.1.4.	Ar amonija citrātu neitrālā vidē	65
3.1.5.	Ar amonija citrātu bāziskā vidē	68
3.1.5.1.	Pēc Petermana metodes pie 65 °C	68
3.1.5.2.	Pēc Petermana metodes istabas temperatūrā	70
3.1.5.3.	Pēc Žulī metodes	71
3.1.6.	Ar ūdeni	73
3.2.	Ekstrahētā fosfora noteikšana	74
4.	KĀLIJS	77
4.1.	Ūdenī šķīstošā kālija noteikšana	77

5.	MAGNIJS	81
5.1.	Ūdenī šķīstošā magnija noteikšana	81
6.	HLORS	85
6.1.	Hlorīdu noteikšana, ja klāt nav organisko vielu	85
7.	SAMALŠANAS SMALKUMS	88
7.1.	Ar sauso metodi samalto produktu smalkuma noteikšana	88
7.2.	Mīkstu dabīgo fosfātu samalšanas smalkuma noteikšana	89

VISPĀRĒJI NORĀDĪJUMI

Laboratoriju iekārta

Metožu aprakstā vispārīgā laboratorijas iekārta nav precīzi norādīta, izņemot dotos kolbu un pipešu lielumus. Visos gadījumos laboratoriju ierīcēm jābūt ļoti tīrām, jo īpaši, ja ir jānosaka mazi elementu daudzumi.

Kontroles mēģinājumi

Pirms analīzes ir jāpārliecinās, ka visas ierīces labi darbojas un ka analīžu metodiku pareizi izpilda, izmantojot, kur tas ir piemēroti, zināma sastāva ķīmiskos savienojumus (piem., amonija sulfātu, kālija monofosfātu utt.). Tomēr, ja stingri nav ievērota analīžu metodika, mēslošanas līdzekļu analīžu rezultāti var uzrādīt nepareizu ķīmisko sastāvu. No otras puses, zināms skaits noteikšanas metožu ir empīriskas un radnieciskas ražojumiem ar sarežģītu ķīmisko sastāvu. Laboratorijām, ja pieejams, iesaka kā standartvielas lietot noteikta sastāva mēslošanas līdzekļus.

1. metode

PARAUGA SAGATAVOŠANA ANALĪZEI

1. DARBĪBAS JOMA

Šajā dokumentā ir noteikta procedūra no gala parauga ņemta parauga sagatavošana analīzei.

2. PRINCIPS

Lai sagatavotu laboratorijā saņemto gala paraugu, jāveic virkni darbību, parasti sijāšana, samalšana un sajaukšana, ko veic tā, lai:

— no vienas puses, mazākais nosvērtais daudzums, ko pieļauj analīzes metodes, pārstāvētu laboratorijā saņemto paraugu,

— no otras puses, sagatavošana nedrīkst mainīt mēslošanas līdzekļa smalkumu tik ļoti, lai jūtami ietekmētu mēslošanas līdzekļa šķīdību dažādos ekstrahēšanas reaģentos.

3. APARATŪRA

Paraugu dalītājs (papildierīce).

Sieti ar 0,2 un 0,5 mm platām atverēm.

250 ml kolbas ar aizbāžņiem.

Porcelāna piesta un piestala vai malšanas ierīce.

4. LIETOJAMĀS APSTRĀDES IZVĒLE

Iepriekšēja piezīme

Ja ražojums tam ir piemērots, jāsaglabā tikai gala parauga pārstāvošā daļa.

4.1. **Gala paraugi, kurus nedrīkst malt**

Kalcija nitrāts, kalcija magnija nitrāts, nātrija nitrāts, Čīles salpetris, kalcija cianamīds, slāpekļa kalcija cianamīds, amonija sulfāts, amonija nitrāts ar slāpekļa saturu virs 30 %, urīnviela, tomasmilti, dabīgais fosfāts, kas padarīts daļēji šķīstošs, izgulsnēts dihidrogendikalcija fosfāts, kalcinētais fosfāts, alumīnija kalcija fosfāts, fosforītmilti.

4.2. **Gala paraugi, kas ir jāsadala, un daļa no kuriem ir jāsamaļ**

Tie ir ražojumi, kam dažus precizējumus veic bez iepriekšējas samalšanas (piemēram, samalšanas smalkuma noteikšana) un citus precizējumus - pēc samalšanas. Te ietilpst visi kompleksie mēslošanas līdzekļi, kas satur sekojošās fosfātu sastāvdaļas: tomasmiltus, alumīnija kalcija fosfātu, kalcinēto fosfātu, fosforītmiltus un dabīgo fosfātu, kas padarīts daļēji šķīstošs. Šim nolūkam, izmantojot paraugu dalītāju vai ar diagonāļu metodi, gala paraugu sadala divās daļās, kas ir, cik vien iespējams, identiskas.

4.3. **Gala paraugi, kam visus precizējumus nosaka samaltā produktā**

Jāsamaļ ir tikai gala parauga pārstāvošā daļa. Tie ir visi pārējie sarakstā esošie mēslošanas līdzekļi, kas nav minēti 4.1. un 4.2. punktā.

5. METODE

Gala parauga daļu, kas minēta 4.2. un 4.3. punktā, ātri izsijā caur sietu ar 0,5 mm platām atverēm. Atlikumu rupji samaļ, lai iegūtu produktu ar minimālu daudzumu smalko daļiņu, un pēc tam izsijā. Malšana jāveic tādos apstākļos, lai viela manāmi nesasiltu. Šo darbību atkārto tik daudz reižu, cik vajadzīgs līdz vairs nav atlikuma, un tā ir jāveic pēc iespējas ātrāk, lai novērstu jebkādu sastāvdaļu (ūdens, amonjaka) zudumu vai pieaugumu. Visu samalto un izsijāto produktu ievieto tīrā kolbā, ko var noslēgt ar aizbāzni.

Pirms jebkuras svēršanas analīzei, viss paraugs ir rūpīgi jāsajauc.

6. ĪPAŠI GADĪJUMI

a) **Mēslošanas līdzekļi, kas sastāv no dažādu kristālu maisījuma**

Šajā gadījumā bieži notiek sadalīšanās. Tādēļ ir pilnīgi nepieciešams paraugu sadrupināt un izsijāt caur sietu ar 0,20 mm platām atverēm. Piemēram: amonija fosfāta un kālija nitrāta maisījumi. Šo produktu gadījumā ir ieteicams samalt visu gala paraugu.

b) **Atliekas, kas ir grūti samaļamas un nesatur mēslojumu**

Nosver atlikumu un tā masu ņem vērā, aprēķinot gala rezultātu.

c) **Produkti, kas sildot sadalās**

Malšana jāveic tā, lai izvairītos no sasilšanas. Šajā gadījumā labāk sasmalcināšanai izmantot piestu. Piemēram: kompleksie mēslošanas līdzekļi, kas satur kalcija cianamīdu un urīnvielu.

d) **Nenormāli mitri produkti vai tie, kas maļot pārvēršas pastā**

Lai nodrošinātu viendabību, jāizvēlas siets, kuram ir vismazākās atveres, ko var lietot piciņu sadrupināšanai ar roku vai piestā. Tādi var būt maisījumi, kuru dažas sastāvdaļas satur kristalizācijas ūdeni.

2. metode

SLĀPEKLIS

2.1. metode

AMONIJA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta amonija slāpekļa noteikšanas metode.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Visi slāpekli saturošie mēslošanas līdzekļi, ieskaitot kompleksos mēslošanas līdzekļus, kuros slāpeklis atrodas tikai amonija sāļu veidā vai kā amonija sāļi kopā ar nitrātiem.

Metode nav piemērojama mēslošanas līdzekļiem, kas satur urīnvielu, cianamīdu vai citus organiskos slāpekļa savienojumus.

3. PRINCIPS

Amonjaka izspiešana ar nātrija hidroksīda pārākumu; destilācija; amonjaka iznākuma noteikšana sērskābes standartšķīduma dotā tilpumā un skābes pārākuma attitrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d=1,18) uz vienu tilpumu ūdens.

4.2. Sērskābe: 0,1 N

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N } variantam a.

4.4. Sērskābe: 0,2 N

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N } variantam b (skat. 2. piezīmi).

4.6. Sērskābe: 0,5 N

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N } variantam c (skat. 2. piezīmi).

4.8. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 30% NaOH (d = 1,33) amonjaku nesaturošs.

4.9. Indikatoru šķīdumi.

4.9.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina 1g metilenzilo ūdenī un uzpilda līdz 1litram.

Sajauc vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un bāziskā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) šī indikatora šķīduma.

4.9.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un nofiltrē, ja tas ir vajadzīgs. Šo indikatoru var lietot (četrus vai piecus pilienus) iepriekšējā indikatora vietā.

4.10. Viršanas ķermenīšu granulas vai pumeka akmens, mazgāts sālsskābē un izkarsēts.

4.11. Amonija sulfāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts, kas sastāv no piemērota tilpuma apaļdibena kolbas, kam pievienots dzesinātājs ar uzmavu, lai novērstu izšļakstīšanos.

1. piezīme

Dažādu veidu iekārtas, kas ir atzītas un ieteiktas šī veida noteikšanai, parādot visas konstrukcijas īpatnības, ir attēlotas 1., 2., 3. un 4. zīmējumā.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 un 200 ml pipetes.

5.3. 500 ml mērkolba.

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. ANALĪZES METODE

7.1. **Šķīduma sagatavošana**

Izdara parauga šķīdības pārbaudi ūdenī istabas temperatūrā proporcijā 2 % (svars/tilpums). Nosver ar precizitāti līdz 0,001 g, atbilstoši 1. tabulas norādījumiem, sagatavotā parauga iesvaru 5 g, 7 g vai 10 g un ievieto to 500 ml mērkolbā. Atbilstoši šķīdības pārbaudes rezultātiem tālāk rīkojas sekojoši:

a) *Produkti, kas pilnīgi izšķīst ūdenī*

Pieliek kolbā ūdens daudzumu, kas vajadzīgs, lai izšķīdinātu paraugu; krata un, kad pilnīgi izšķīdis, uzpilda un rūpīgi samaisa.

b) *Produkti, kas pilnīgi neizšķīst ūdenī*

Pievieno kolbā 50 ml ūdens un pēc tam 20 ml sālsskābes (4.1.). Krata. Atstāj mierā, līdz beidzas oglekļa dioksīda izdalīšanās. Pievieno 400 ml ūdens un pusstundu krata ar rotācijas kratītāju (5.4.). Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un filtrē caur sausu filtru sausā uztvērējā.

7.2. **Šķīduma analīze**

Atbilstoši izvēlētajam variantam, uztvērēja kolbā ielej nomērītu daudzumu sērskābes standartšķīduma, kā norādīts 1. tabulā. Pievieno atbilstošu daudzumu izvēlētā indikatora šķīduma (4.9.1. vai 4.9.2.) un, ja nepieciešams, ūdeni, lai iegūtu vismaz 50 ml tilpumu. Dzesinātāja pagarinātājcaurules galam jābūt zem šķīduma virsmas.

Ar precīzijas pipeti, atbilstoši tabulā dotajām detaļām, pārnes dzidrā šķīduma alikvota daļu [1] aparāta destilācijas kolbā. Pievieno ūdeni, lai iegūtu aptuveni 350 ml kopējo tilpumu, un dažas granulas pumeka, lai kontrolētu viršanu.

Samontē destilācijas aparātu un uzmanīgi, lai izvairītos no amonjaka zudumiem, destilācijas kolbā pievieno 10 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.8.) vai 20 ml šī reaģenta tajos gadījumos, ja parauga izšķīdināšanai ir lietots 20 ml sālsskābes (4.1.).Kolbu pakāpeniski uzsilda, lai izvairītos no straujas vārīšanās. Kad sākas vārīšanās, destilē pie ātruma aptuveni 100 ml 10 līdz 15 minūtēs; kopējam destilāta tilpumam būtu jābūt apmēram 250 ml [2]. Kad amonjaka rašanās nav vairs sagaidāma, uztvērēja kolbu nolaiž tā, lai dzesinātāja pagarinātājcaurules gals būtu virs šķidruma virsmas.

Turpmāk radušos destilātu ar piemērotu reaģentu pārbauda, lai pārliecinātos, ka viss amonjaks ir pilnīgi pārdestilējies. Dzesinātāja pagarinātājcaurules galu nomazgā ar nedaudz ūdens un skābes pārākumu attitrē ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu, kāds paredzēts pieņemtajam variantam (skat. 2. piezīmi).

2. piezīme

Attitrēšanai var lietot dažāda stipruma standartšķīdumus, pie noteikuma, ka titrēšanai izlietotie tilpumi iespēju robežās nepārsniedz 40 līdz 45 ml.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tukšo mēģinājumu izdara tādos pašos apstākļos un to ievēro gala rezultāta aprēķinā.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Pirms analīžu veikšanas, izmantojot svaigi pagatavota amonija sulfāta (4.11.) šķīduma alikvotu daļu, kas satur izvēlētajam variantam maksimālo slāpekļa daudzumu, pārbaudiet, vai aparāts pareizi darbojas un vai izmanto pareizo metodes pielietojums.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Analīzes rezultātus izsaka kā amonija slāpekļa procentus mēslošanas līdzeklī, kas saņemts analīzei.

9. PIELIKUMI

Kā norādīts 5.1. punkta "Aparatūra" 1. piezīmē, 1., 2., 3. un 4. zīmējumā ir parādīti dažādi šajā dokumentā izmantoto iekārtu veidi.

---

[1] Amonija slāpekļa daudzums alikvota daļā, kas paņemta atbilstoši 1. tabulai, aptuveni ir:- 0,05g variantam a,
- 0,10 g variantam b,
- 0,20 g variantam c.

[2] Dzesinātājs jānoregulē tā, lai nodrošinātu nepārtrauktu kondensāta plūsmu. Destilācija būtu jāpabeidz 30 līdz 40 minūtēs.

1. tabula

Amonija slāpekļa un amonija kopā ar nitrātu slāpekli noteikšana mēslošanas līdzekļos

Tabula, kur parādīta svēršana, atšķaidīšana un aprēķini, kas jāizdara katram metodes variantam a, b un c

Variants a

Aptuvenais maksimālais destilējamā slāpekļa daudzums: 50 mg.

0,1 N sērskābe, kas jāielej uztvērēja kolbā: 50 ml.

Attitrēšana ar 0,1 N NaOH vai KOH.

% N atbilstoši deklarācijai	Daudzums, kas jānosver (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamais parauga šķīdums (ml)	Rezultātu izteikšana [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

Variants b

Aptuvenais maksimālais destilējamā slāpekļa daudzums: 100 mg.

0,2 N sērskābe, kas jāielej uztvērēja kolbā: 50 ml.

Attitrēšana ar 0,2 N NaOH vai KOH.

% N atbilstoši deklarācijai	Daudzums, kas jānosver (g)	Atšķaidījums (ml)	Destilējamais parauga šķīdums (ml)	Rezultātu izteikšana [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

Variants c

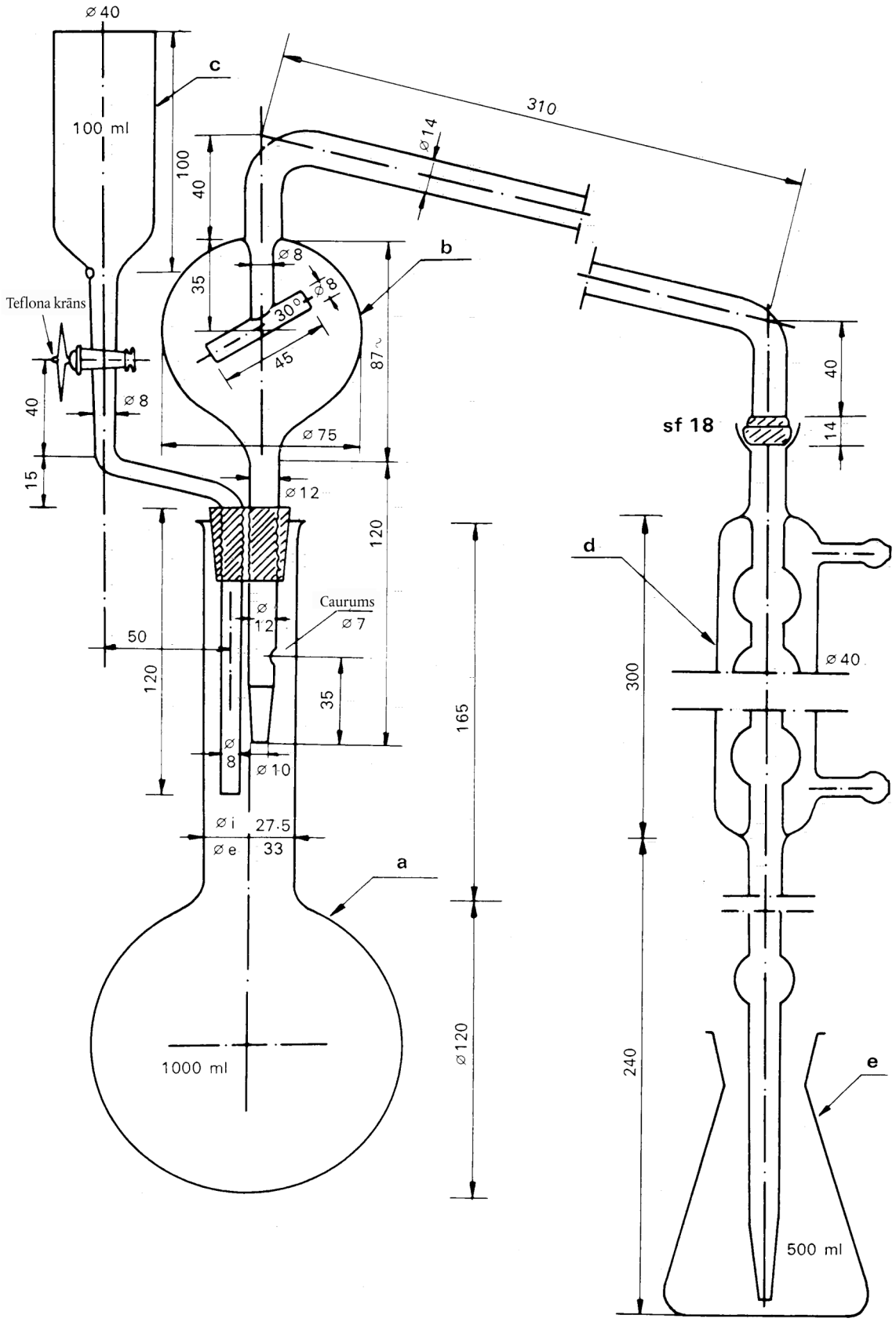
Aptuvenais maksimālais destilējamā slāpekļa daudzums: 200 mg.

0,5 N sērskābe, kas jāielej uztvērēja kolbā: 35 ml.

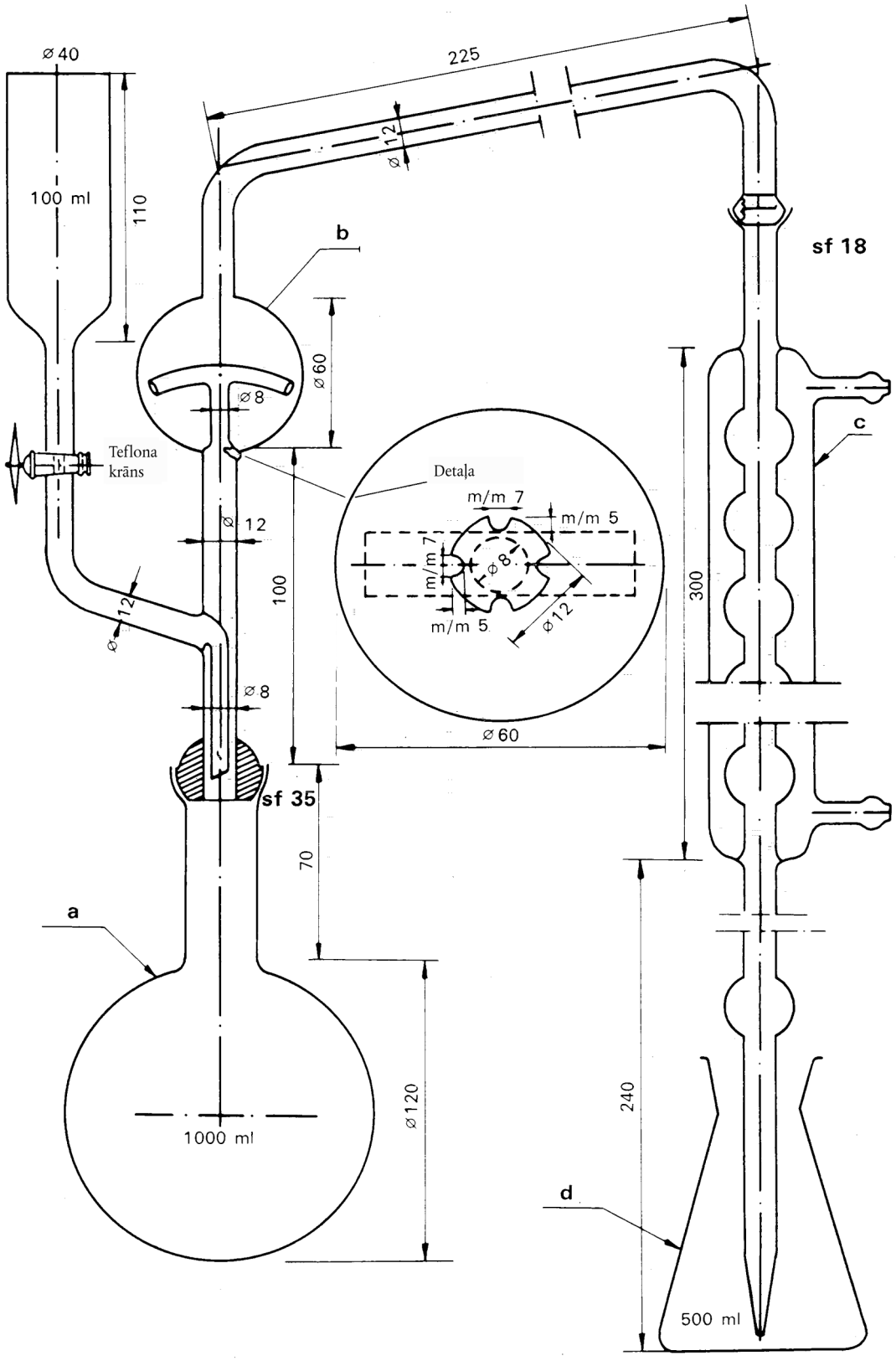
Attitrēšana ar 0,5 N NaOH vai KOH.

% N atbilstoši deklarācijai	Daudzums, kas jānosver (g)	Atšķaidījums (ml)	Atdestilējamais parauga šķīdums (ml)	Rezultātu izteikšana [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

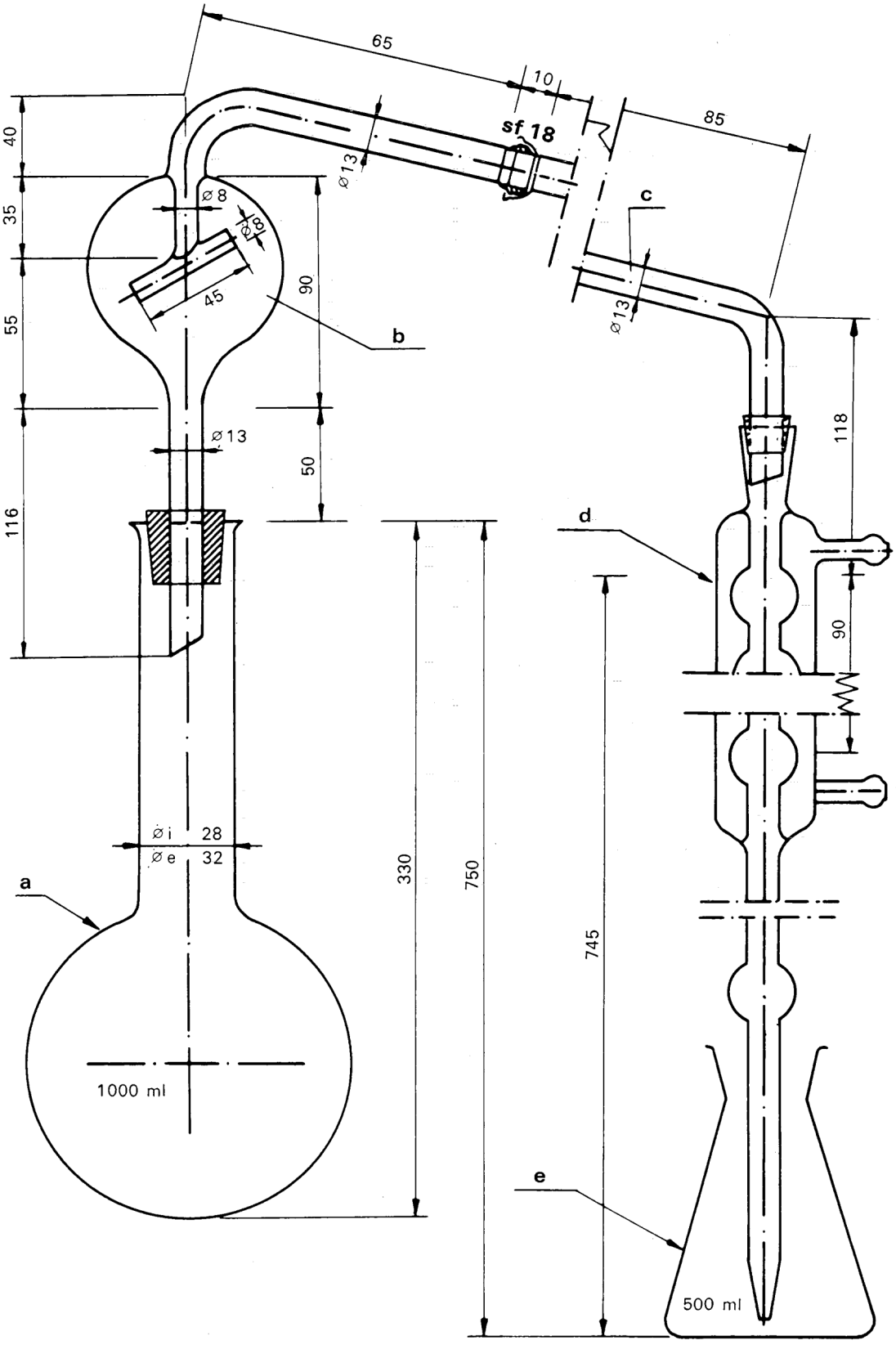
[1] Šīs formulas mērķiem rezultātu izteikšanai:
50 vai 35 = sērskābes standartšķīduma mililitri, kas jāielej uztvērēja kolbā;
A = attitrēšanai izlietotie nātrija vai kālija hidroksīda mililitri;
F = oeficients, kas saista nosvērto daudzumu, atšķaidījumu, destilējamo parauga šķīduma alikvotu daļu un volumetrisko ekvivalentu.


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

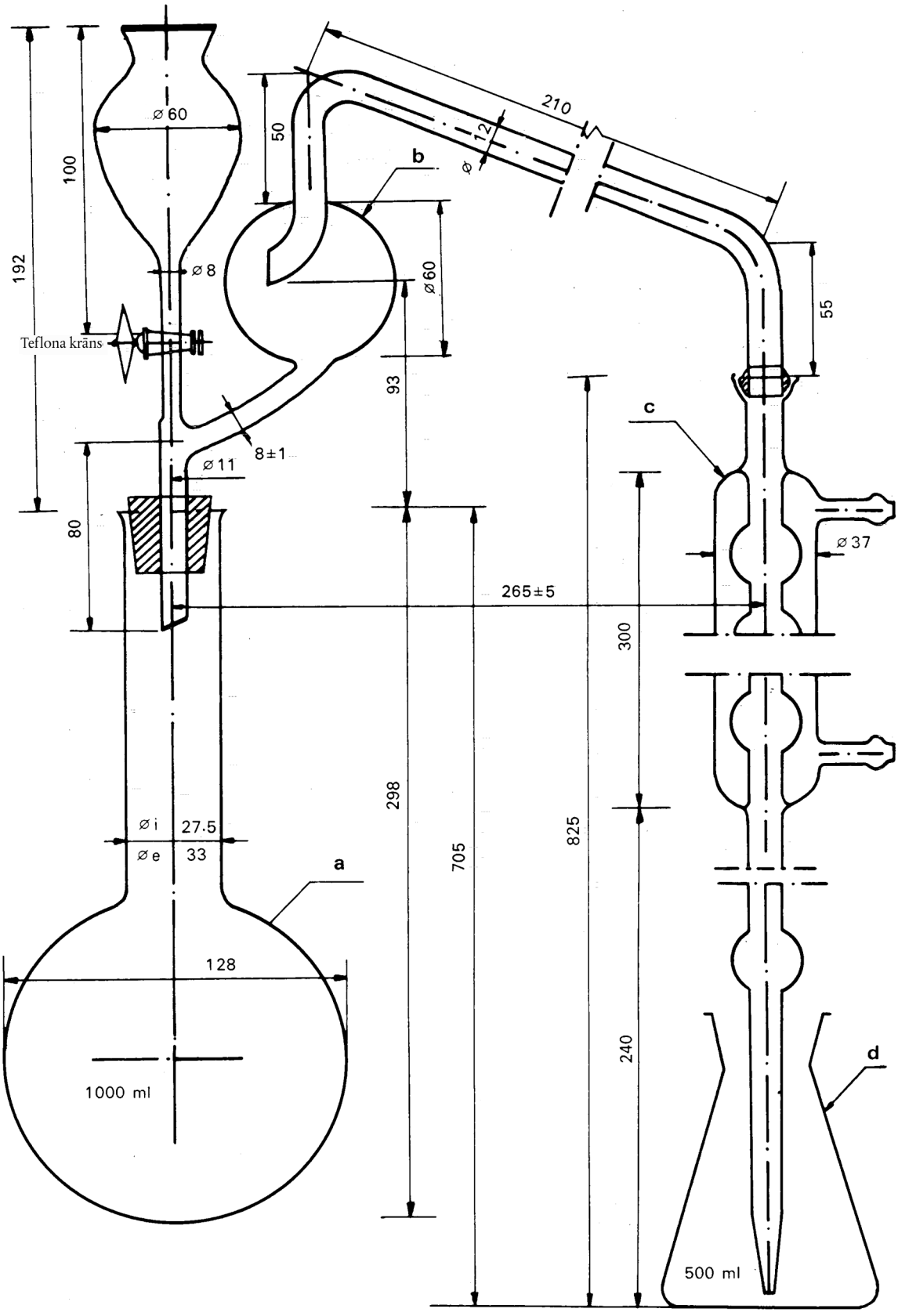
1. zīmējums


ø 40
225
ø 12
100 ml
110
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflona krāns
Detaļa
m/m 7
m/m 5
ø 12
100
300
c
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
ø 120
1000 ml
240
d
500 ml

2. zīmējums


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

3. zīmējums


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

4. zīmējums

Paskaidrojumi 1., 2., 3. un 4. zīmējumam

1. zīmējums

a) Apaļdibena kolba ar garu kaklu un 1 000 ml tilpumu.

b) Destilācijas caurule ar uzmavu, kas novērš izšļakstīšanos un ir pievienota dzesinātājam ar sfērisko šlifu (Nr. 18) (sfērisko šlifu pievienošanai pie dzesinātāja var aizstāt ar piemērotu gumijas savienojumu).

c) Piltuve ar teflona krānu nātrija hidroksīda pieliešanai (krānu var aizstāt ar gumijas pievienojumu ar aizspiedni).

d) Sešu bumbiņu dzesinātājs ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie ieejas un pagarinātājcauruli pie izejas, kas pievienota ar nelielu gumijas savienojumu (ja pievienojums destilācijas caurulei ir izdarīts ar gumijas caurulītes palīdzību, sfērisko šlifu var aizstāt ar piemērotu gumijas aizbāzni).

e) 500 ml kolba destilāta uztveršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikāta stikla.

2. zīmējums

a) Apaļdibena kolba ar īsu kaklu un 1 000 ml tilpumu, kurai ir sfēriskais šlifs (Nr. 35).

b) Destilācijas caurule ar uzmavu, kas novērš izšļakstīšanos un ir pievienota dzesinātājam ar sfērisko šlifu (Nr. 35) pie ieejas, un kam ir sfēriskais šlifs (Nr. 18) pie izejas; destilācijas caurule sānā sakausēta ar piltuvi nātrija hidroksīda pieliešanai, kurai ir teflona krāns.

c) Sešu bumbiņu dzesinātājs ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie ieejas un pagarinātājcauruli pie izejas, kas pievienota ar nelielu gumijas savienojumu.

d) 500 ml kolba destilāta uztveršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikāta stikla.

3. zīmējums

a) Apaļdibena kolba ar garu kaklu 750 vai 1 000 ml tilpumā ar konisko kaklu.

b) Destilācijas caurule ar uzmavu, kas novērš izšļakstīšanos un ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie izejas.

c) Saliekta caurule ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie ieejas un izpilēšanas konu (savienojumu ar destilācijas cauruli sfēriskā šlifa vietā var realizēt ar gumijas šļūtenīti).

d) Sešu bumbiņu dzesinātājs, kas pie izejas ar nelielu gumijas savienojumu savienots ar pagarinātājcauruli.

e) 500 ml kolba destilāta uztveršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikāta stikla.

4. zīmējums

a) Apaļdibena kolba ar garu kaklu 1 000 ml tilpumā ar konisku kaklu.

b) Destilācijas caurule ar uzmavu, kas novērš izšļakstīšanos, un ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie izejas, kam sānā piekausēta piltuve ar teflona krānu nātrija hidroksīda pieliešanai (sfērisko šlifu var aizstāt ar piemērotu gumijas savienojumu; krānu var aizstāt ar gumijas savienojumu ar piemērotu saspiedni).

c) Sešu bumbiņu dzesinātājs ar sfērisko šlifu (Nr. 18) pie ieejas un pagarinātājcauruli pie izejas, kas pievienota ar gumijas savienojumu (ja pievienojums destilācijas caurulei ir izdarīts ar gumijas šļūtenīti, sfērisko šlifu var aizstāt ar piemērotu gumijas aizbāzni).

d) 500 ml kolba destilāta uztveršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikāta stikla.

2.2. metodes

NITRĀTU UN AMONIJA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA

2.2.1. metode

NITRĀTU UN AMONIJA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA PĒC ULŠA METODES

1. SATURS

Šajā dokumentā dota nitrātu un amonjaka slāpekļa noteikšanas procedūra, reducējot pēc Ulša metodes.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visi slāpekli saturošie mēslošanas līdzekļi, ietverot kombinētos mēslošanas līdzekļus, kuros slāpeklis ir tikai nitrātu veidā vai nitrātu un amonija veidā.

3. PRINCIPS

Nitrātu reducēšana līdz amonjakam ar metālisku dzelzi skābā vidē un tā radītā amonjaka izspiešana ar nātrija hidroksīda pārākumu; amonjaka destilācija un amonjaka iznākuma noteikšana sērskābes standartšķīduma zināmā tilpumā. Sērskābes pārākuma attitrēšana ar nātrija vai kālija standartšķīdumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d = 1,18) vienā tilpumā ūdens.

4.2. 0,1 N sērskābe.

4.3. Karbonātus nesaturošs nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N šķīdums.

4.4. Amoniju nesaturošs sērskābes šķīdums, aptuveni 30 % (svars/tilpums).

4.5. Ar ūdeņradi reducētas dzelzs pulveris (uzrādītajam dzelzs daudzumam jāspēj reducēt vismaz 0,05 g nitrātu slāpekļa).

4.6. Aptuveni 30 % nātrija hidroksīda šķīdums (d = 1,33), amonjaku nesaturošs.

4.7. Indikatoru šķīdumi.

4.7.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.7.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē.

Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.8. Viršanas ķermenīšu granulas vai pumeka akmens, mazgāts sālsskābē un izkarsēts.

4.9. Nātrija nitrāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

Skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi "Parauga sagatavošana".

7. ANALĪZES METODE

7.1. **Šķīdumu sagatavošana**

Skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

7.2. **Procedūra**

Uztvērēja kolbā ielej precīzi nomērītu sērskābes standartšķīdumu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā (variants a) un pieliek atbilstošu daudzumu indikatora šķīduma 4.7.1. vai 4.7.2. Dzesinātāja pagarinātājcaurules galam jābūt uztvērēja kolbā zem skābes standartšķīduma virsmas.

Ar precīzijas pipeti destilācijas kolbā pārnes dzidrā šķīduma alikvotu daļu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā (variants a). Pielej 350 ml ūdens, 20 ml 30 % sērskābes (4.4.), krata un pieliek 5 g reducētās dzelzs (4.5.). Kolbas kaklu nomazgā ar dažiem mililitriem ūdens un tur ieliek mazu piltuvi ar garu kātu. Karsē vāroša ūdens vannā vienu stundu, pēc tam piltuves kātu nomazgā ar dažiem mililitriem ūdens.

Pievēršot vērību tam, lai izvairītos no jebkāda slāpekļa zuduma, destilācijas kolbas saturam pielej 50 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.6.) vai gadījumā, ja parauga izšķīdināšanai lietoti 20 ml sālsskābes (1+1) (4.1.), pielej 60 ml koncentrēta nātrija hidroksīda šķīduma (4.6.). Samontē destilācijas aparātu. Amonjaku pārdestilē atbilstoši procedūrai, kas aprakstīta 2.1. metodē.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu (bez parauga) un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot svaigi pagatavota nātrija nitrāta šķīduma (4.9.) alikvotu daļu, kas satur 0,045 līdz 0,050 g slāpekļa, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai tiek lietots pareizais metodes variants.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Analīzes rezultātus izsaka nitrātu slāpekļa vai kopējā amonija un nitrātu slāpekļa procentos, ko satur analīzei saņemtais mēslošanas līdzeklis.

2.2.2. metode

NITRĀTU UN AMONIJA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA PĒC ARNDA METODES

1. SATURS

Šajā dokumentā dota nitrātu un amonija slāpekļa noteikšanas procedūra, reducējot pēc Arnda metodes (kas modificēta katram no variantiem a, b un c).

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Skat. 2.2.1. metodi.

3. PRINCIPS

Nitrātu un nitrītu reducēšana līdz amonjakam neitrālā ūdens šķīdumā ar metālu sakausējumu, kas satur 60 % Cu un 40 % Mg (Arnda sakausējums) magnija hlorīda klātienē.

Amonjaka atdestilēšana un iznākuma noteikšana sērskābes standartšķīduma zināmā tilpumā. Skābes pārākuma attitrēšana ar nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d = 1,18) uz vienu tilpumu ūdens.

4.2. Sērskābe: 0,1 N

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N } variantam a.

4.4. Sērskābe: 0,2 N

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N } variantam b (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.6. Sērskābe: 0,5 N

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N } variantam c (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.8. Nātrija hidroksīda šķīdums: aptuveni 2 N.

4.9. Arnda sakausējums, analīzes kvalitātes: pulverveida, lai izsijātos caur sietu ar atverēm, kas mazākas par 1 kvadrātmilimetru.

4.10. 20 % magnija hlorīda šķīdums.

Viena litra plakandibena kolbā izšķīdina 200 g magnija hlorīda ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) aptuveni 600 līdz 700 ml ūdens. Lai novērstu putošanos, pievieno 15 g magnija sulfāta ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$).

Pēc izšķīšanas pievieno 2 g magnija oksīda un dažas pumeka akmens viršanas ķermenīšu granulas un vārot iekoncentrē suspensiju līdz 200 ml, tādā veidā atbrīvojoties no amonija pēdām, kas varētu būt reaģentos. Atdzesē, uzpilda līdz 1 litram un nofiltrē.

4.11. Indikatoru šķīdumi.

4.11.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.11.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.11.3. Kongo sarkanā indikatora šķīdums.

Vienā litrā silta ūdens izšķīdina 3 g Kongo sarkanā un pēc atdzesēšanas, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru var lietot divu augstāk aprakstīto vietā, neitralizējot izvilkumus ar skābi pirms destilācijas, lietojot 0,5 ml uz 100 ml neitralizējamā šķidruma.

4.12. Pumeka akmens viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

4.13. Nātrija nitrāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

Skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. ANALĪZES METODE

7.1. **Šķīduma sagatavošana analīzei**

Skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

7.2. **Šķīduma analīze**

Atbilstoši izvēlētajam variantam uztvērēja kolbā ielej precīzi nomērītu sērskābes standartšķīduma daudzumu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā. Pieliek atbilstošu daudzumu izvēlētā indikatora šķīduma (4.11.1. vai 4.11.2.) un pēc tam ūdeni, lai tilpums būtu vismaz 50 ml. Dzesinātāja pagarinātājcaurules galam jābūt zem šķīduma virsmas.

Ar precīzijas pipeti paņem atbilstošu dzidrā šķīduma alikvotu daļu, saskaņā ar 1. tabulu. To ielej destilācijas kolbā.

Pielej ūdeni, lai kopējais tilpums būtu ap 350 ml (skat. 1. piezīmi), 10 g Arnda sakausējuma (4.9.), 50 ml magnija hlorīda šķīduma (4.10.) un dažus pumeka akmens gabaliņus (4.12.). Kolbu ātri pievieno destilācijas aparātam. Lēni silda aptuveni 30 minūtes. Pēc tam pastiprina sildīšanu, lai atdestilētu amonjaku. Turpina destilāciju apmēram vienu stundu. Pēc tam kolbas saturam būtu jābūt sīrupveida konsistencē. Kad destilācija ir pabeigta, skābes pārākumu uztvērēja kolbā attitrē atbilstoši 2.1. metodē minētajai procedūrai.

1. piezīme

Ja parauga šķīdums ir skābs (ir pielikti 20 ml sālsskābes (1+1) (4.1.), lai izšķīdinātu paraugu), analīzei ņemto alikvoto daļu neitralizē sekojoši: destilācijas kolbā, kurā atrodas ņemtā alikvotā daļa, pievieno aptuveni 250 ml ūdens, vienu no indikatoriem (4.11.1., 4.11.2., 4.11.3.) nepieciešamajā daudzumā un rūpīgi saskalo.

Neitralizē ar 2 N nātrija hidroksīda šķīdumu (4.8.) un vēlreiz paskābina ar pilienu sālsskābes (1+1) (4.1.). Pēc tam turpina, kā norādīts 7.2. punktā (otrā rindkopa).

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot svaigi pagatavotu nātrija nitrāta šķīdumu (4.13.), kas atkarībā no izvēlētā varianta satur 0,050 līdz 0,150 g nitrātu slāpekļa, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai lieto pareizu metodiku.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skat. 2.2.1. metodi.

2.2.3. metode

NITRĀTU UN AMONIJA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA PĒC DEVARDA METODES

1. SATURS

Šajā dokumentā dota nitrātu un amonjaka slāpekļa noteikšanas procedūra, reducējot pēc Devarda metodes (modificēta katram no variantiem a, b un c).

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Skat. 2.2.1. metodi.

3. PRINCIPS

Nitrātu un nitrītu reducēšana līdz amonjakam stipri sārmainā vidē ar metālu sakausējumu, kas sastāv no 45 % Al, 5 % Zn un 50 % Cu (Devarda sakausējums). Amonjaka atdestilēšana un amonjaka iznākuma noteikšana sērskābes standartšķīduma zināmā tilpumā. Sērskābes pārākuma attitrēšana ar nātrija vai kālija standartšķīdumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sālsskābe: viens tilpums HCl (d = 1,18) vienā tilpumā ūdens.

4.2. Sērskābe: 0,1 N

4.3. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N } variantam a.

4.4. Sērskābe: 0,2 N

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N } variantam b (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.6. Sērskābe: 0,5 N

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N } variantam c (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.8. Devarda sakausējums, analīzes kvalitātes.

Sasmalcināts pulverī, lai 90 līdz 100 % varētu izsijāt caur sietu ar atverēm, kas mazākas par 0,25 kvadrātmilimetriem, 50līdz 75 % varētu izsijāt caur sietu ar atverēm, kas mazākas par 0,075 kvadrātmilimetriem.

Ieteicams lietot pudeles, kas satur maksimāli 100 g, iesaiņojumā.

4.9. Amoniju nesaturošs aptuveni 30 % nātrija hidroksīda šķīdums NaOH (d = 1,33).

4.10. Indikatoru šķīdumi.

4.10.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.10.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē.

Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.11. Etanols, 95 līdz 96 %.

4.12. Nātrija nitrāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

Skat. 2.1. metodi.

5.1. Destilācijas aparāts, kas sastāv no piemērota tilpuma apaļdibena kolbas ar uzmavu izšļakstīšanās novēršanai, kas ar destilācijas cauruli savienota ar dzesinātāju. Destilācijas aparāts papildus aprīkots ar slēgu uz uztvērēja kolbas, lai novērstu amonjaka zudumus.

Šī veida noteikšanām atzītā veida aparāts ir parādīts 5. zīmējumā, kur redzamas visas konstrukcijas detaļas.

5.2. 10, 20, 25, 50, 100 un 200 ml pipetes.

5.3. 500 ml mērkolba.

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Šķīduma sagatavošana analīzei**

Skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

7.2. **Šķīduma analīze**

Alikvotā daļā esošais nitrātu slāpekļa daudzums nedrīkst pārsniegt maksimālo 1. tabulā norādīto daudzumu.

Atbilstoši izvēlētajam variantam uztvērēja kolbā ielej precīzi izmērītu sērskābes standartšķīdumu, kā norādīts 1. tabulā. Pievieno atbilstošu daudzumu izvēlētā indikatora šķīduma (4.10.1. vai 4.10.2.) un pēc tam pielej ūdeni, lai kopējais tilpums būtu 50 ml. Pagarinātājcaurules galam jābūt zem šķīduma virsmas. Slēgu piepilda ar destilētu ūdeni.

Ar precīzijas pipeti paņem alikvotu daļu, kā norādīts 2.1. metodes 1. tabulā. Pārnes to destilācijas kolbā.

Destilācijas kolbā pielej ūdeni, lai kopējais tilpums būtu 250 līdz 300 ml, pievieno 5 ml etanola (4.11.) un 4 g Devarda sakausējuma (4.8.). (Skat. 2. piezīmi).

Ievērojot nepieciešamo piesardzību, lai izvairītos no amonjaka zudumiem, kolbā pievieno aptuveni 30 ml 30 % nātrija hidroksīda šķīduma (4.9.) un beigās, ja paraugs ir skābēs šķīstošs, pievieno papildus hidroksīda daudzumu, kas būtu pietiekams analīzei ņemtajā alikvotā daļā esošās sālsskābes (4.1.) neitralizēšanai. Destilācijas kolbu pievieno aparātam, lai savienojumu vietas būtu cieši noslēgtas. Kolbu uzmanīgi sakrata, lai sajauktu tās saturu.

Lēni silda, tā lai apmēram pēc pusstundas ūdeņraža izdalīšanās jūtami samazinātos un šķidrums sāktu vārīties. Turpina destilāciju, pastiprinot sildīšanu, tā lai aptuveni 30 minūtēs pārdestilētu vismaz 200 ml šķidruma (destilāciju neturpina ilgāk par 45 minūtēm).

Kad destilācija ir pabeigta, no aparāta atvieno uztvērēja kolbu, rūpīgi nomazgā pagarinātājcauruli un slēgu, skalojamo ūdeni savācot titrēšanas kolbā. Skābes pārākumu attitrē atbilstoši 2.1. metodes procedūrai.

2. piezīme

Kalcija sāļu, tādu kā kalcija nitrāts un kalcija amonija nitrāts, klātienē pirms destilācijas uz katru alikvotā esošā parauga gramu ir jāpieliek 0,700 g nātrija hidrogenfosfāta (Na_2HPO_4 $2H_2O$), lai novērstu $Ca(OH)_2$ veidošanos.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

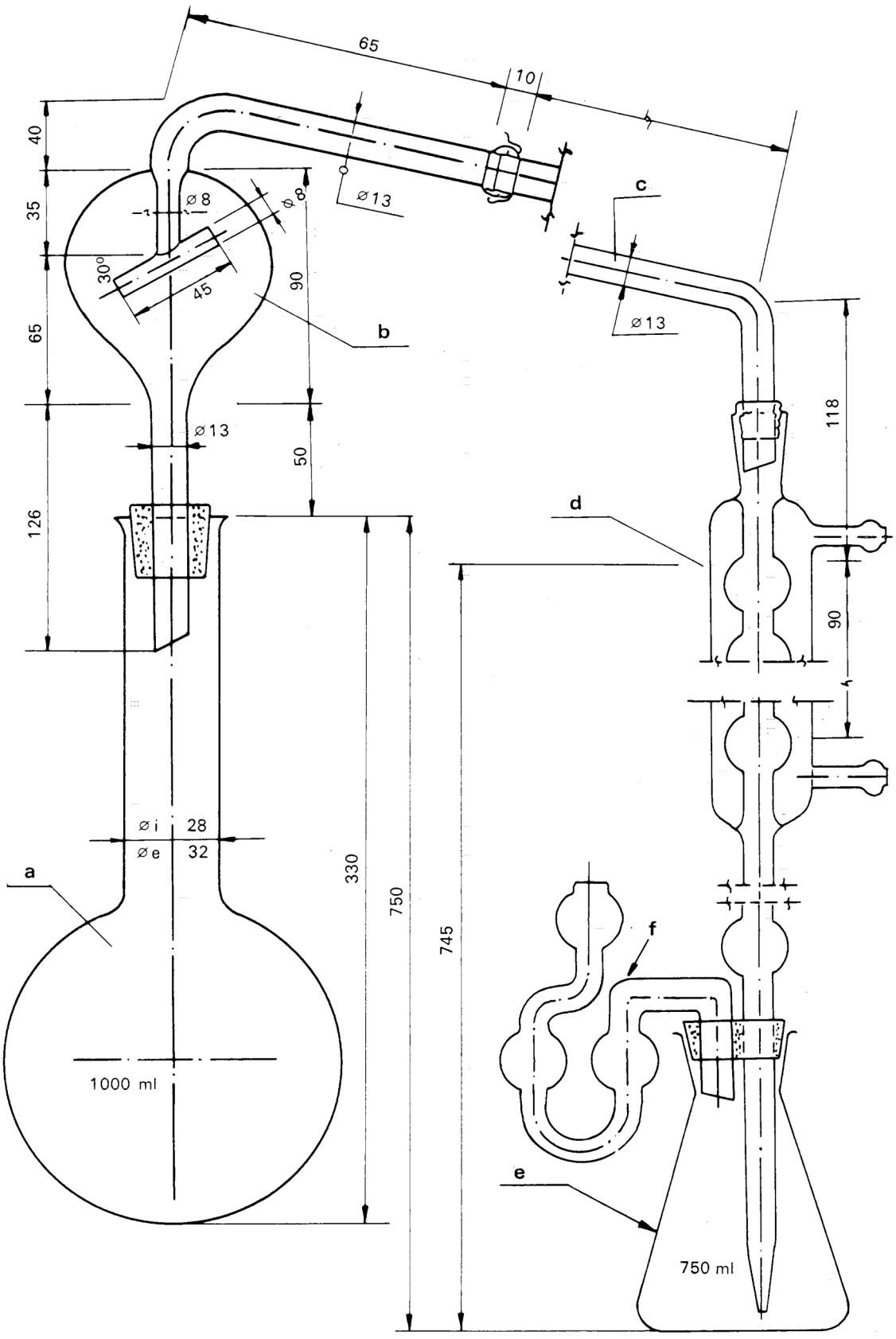
Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot svaigi pagatavota nātrija nitrāta šķīduma (4.12.) alikvotu daļu, kas atkarībā no izvēlētā varianta satur 0,50 līdz 0,150 g nitrātu slāpekļa, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai lieto pareizu metodika.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Skat. 2.2.1. metodi.


65
10
40
35
65
126
⌀8
⌀8
⌀13
30°
45
90
b
⌀13
50
⌀i 28
⌀e 32
330
750
745
a
1000 ml
c
⌀13
118
d
90
f
e
750 ml

5. zīmējums

Paskaidrojumi 5. zīmējumam

a) 750 ml (1 000 ml) apaļdibena kolba ar garu kaklu.

b) Destilācijas caurule ar uzmavu izšļakstīšanās novēršanai un Nr. 18 sfērisko šlifu pie izejas.

c) Saliekta caurule ar Nr. 18 sfērisko šlifu pie ieejas un pilēšanas konu pie izejas (sfēriskā šlifa vietā var lietot piemērotu gumijas savienojumu).

d) Sešu bumbiņu dzesinātājs ar pagarinātājcauruli, kas nostiprināta gumijas aizbāznī, kurā ir iestiprināts slēgs.

e) 750 ml uztvērēja kolba.

f) Slēgs amonjaka zudumu novēršanai.

Iekārta ir izgatavota no borsilikāta stikla.

2.3. metode

KOPĒJĀ SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA

2.3.1. metode

KOPĒJĀ SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA NITRĀTUS NESATUROŠĀ KALCIJA CIANAMĪDĀ

1. SATURS

Šajā dokumentā dota kopējā slāpekļa noteikšanas procedūra nitrātus nesaturošā kalcija cianamīdā.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Vienīgi kalcija cianamīdam (nitrātus nesaturošam).

3. PRINCIPS

Kad izdarīta sadalīšana pēc Kjeldāla metodes, radušos amonija slāpekli izspiež ar nātrija hidroksīdu, uztver un nosaka sērskābes standartšķīdumā.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Atšķaidīta sērskābe (d = 1,54): viens tilpums sērskābes (d = 1,84) vienā tilpumā ūdens.

4.2. Kālija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.3. Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g katrai noteikšanai vai ekvivalents daudzums vara sulfāta pentahidrāta no 0,95 līdz 1,25 g katrai noteikšanai.

4.4. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 30 % NaOH (d = 1,33), amoniju nesaturošs.

4.5. Sērskābe: 0,1 N

4.6. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N } variantam a (skat. 2.1. metodi).

4.7. Sērskābe: 0,2 N

4.8. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N } variantam b (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.9. Sērskābe: 0,5 N

4.10. Nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N } variantam c (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.11. Indikatoru šķīdumi.

4.11.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā - pelēks un sārmainā šķīdumā- zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.11.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.12. Pumeka akmens viršanas ķermenīšu granulas, izmazgātas ar sālsskābi un izkarsētas.

4.13. Kālija tiocianāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts, skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

5.2. Piemērota tilpuma Kjeldāla kolba ar garu kaklu.

5.3. 50, 100 un 200 ml pipetes.

5.4. 250 ml mērkolba.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Šķīduma sagatavošana**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 1 g parauga un pārnes Kjeldāla kolbā. Pielej 50 ml atšķaidītas sērskābes (4.1.), 10 līdz 15 g kālija sulfāta (4.2.) un katalizatoru (4.3.). Lēni silda, lai atbrīvotos no ūdens, uzmanīgi vāra divas stundas, ļauj atdzist un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Vēlreiz atdzesē, suspensiju kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, pakrata un caur sausu filtru filtrē sausā kolbā.

7.2. **Šķīduma analīze**

Tā iegūtā šķīduma 50, 100 vai 200 ml ar pipeti pārnes atbilstoši izvēlētajam variantam (skat. 2.1. metodi) un atdestilē amonjaku, kā aprakstīts 2.1. metodē, pieliekot pietiekami daudz NaOH šķīduma (4.4.), lai nodrošinātu ievērojamu NaOH pārākumu.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu (bez parauga) un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot kālija tiocianāta standartšķīduma (4.13.) alikvotu daļu ar analizējamā parauga koncentrācijai tuvu koncentrāciju, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai tiek lietota pareiza metodika.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Rezultātus izsaka kā analīzei saņemtā mēslošanas līdzekļa slāpekļa (N) daudzumu procentos.

Variants a: % N = (50 - A) × 0,7.

Variants b: % N = (50 - A) × 0,7.

Variants c: % N = (35 - A) × 0,875.

2.3.2. metode

KOPĒJĀ SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA NITRĀTUS SATUROŠĀ KALCIJA CIANAMĪDĀ

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta procedūra kopējā slāpekļa noteikšanai kalcija cianamīdā.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Metode ir pielietojama kalcija cianamīdam, kas satur nitrātus.

3. PRINCIPS

Nitrātus saturošam kalcija cianamīdam tieši pielietot Kjeldāla metodi nevar. Šī iemesla dēļ, pirms izdara sadalīšanas reakciju pēc Kjeldāla, nitrātu slāpekli reducē līdz amonijam ar metālisku dzelzi un divvērtīgās alvas hlorīdu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Sērskābe (d = 1,84).

4.2. Ar ūdeņradi reducēts dzelzs pulveris.

4.3. Kālija sulfāts, analīzes kvalitātes, smalka pulvera veidā.

4.4. Sērskābes standartšķīdums: 0,1 N

4.5. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N

} variantam a (skat. 2.1. metodi).

4.6. Sērskābes standartšķīdums: 0,2 N

4.7. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N

} variantam b (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.8. Sērskābes standartšķīdums: 0,5 N

4.9. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N

} variantam c (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.10. Indikatoru šķīdumi.

4.10.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā - pelēks un sārmainā šķīdumā - zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.10.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.11. Divvērtīgās alvas hlorīda šķīdums.

120 g $SnCl_2$ $2H_2O$ izšķīdina 400 ml koncentrētā sālsskābē (d = 1,18) un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram. Šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram, un tas jāsagatavo tieši pirms lietošanas. Ir būtiski pārbaudīt alvas hlorīda reducēšanas spēju.

Piezīme

Izšķīdina 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ 2 mililitros koncentrētas sālsskābes (d = 1,18) un uzpilda ar ūdeni līdz 50 ml. Pēc tam pieliek 5g Segneta sāls (kālija nātrija tartrāta) un pietiekamu daudzumu nātrija bikarbonāta, lai litmusa papīrs uzrādītu bāzisku reakciju.

Titrē ar 0,1 N joda šķīdumu cietes šķīduma kā indikatora klātienē.

1ml joda šķīduma atbilst 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Tā sagatavotā šķīdumā vismaz 80 % no kopējā alvas daudzuma ir jābūt divvērtīgās alvas veidā. Titrējot jāizlieto vismaz 35 ml 0,1 N joda šķīduma.

4.12. Aptuveni 30% nātrija hidroksīda šķīdums NaOH (d = 1,33), amoniju nesaturošs.

4.13. Nitrāta-amonija standartšķīdums.

Nosver 2,5 g analīzes kvalitātes kālija nitrāta un 10,16 g analīzes kvalitātes amonija sulfāta, un tos ievieto 250 ml mērkolbā. Izšķīdina ūdenī un uzpilda līdz 250 ml. Šī šķīduma 1 ml satur 0,01 g slāpekļa.

4.14. Pumeka akmens viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

5. APARATŪRA

Skat. 2.3.1. metodi.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Šķīduma sagatavošana**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 1 g parauga un ievieto Kjeldāla kolbā. Pieliek 0,5 g dzelzs pulvera (4.2.) un 50 ml divvērtīgās alvas hlorīda šķīduma (4.11.), samaisa un atstāj uz pusstundu stāvēt. Stāvēšanas laikā atkārtoti samaisa pēc 10 un pēc 20 minūtēm. Pēc tam pievieno 10 g kālija sulfāta (4.3.) un 30 ml sērskābes (4.1.). Uzvāra un procesu turpina vienu stundu pēc tam, kad parādījušies balti dūmi. Atstāj atdzist un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Suspensiju kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, atdzesē un uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā. Tā vietā lai nolietu suspensiju nolūkā pielietot 2.1. metodes variantu a, b vai c, amonija slāpekli no šī šķīduma var atdestilēt arī tieši, ja pielikts pietiekami daudz nātrija hidroksīda, lai nodrošinātu lielu pārākumu (4.12.).

7.2. **Šķīduma analīze**

50, 100 vai 200 ml tā iegūtā šķīduma pārnes ar pipeti atbilstoši 2.1. metodes variantam a, b vai c. Amonjaku atdestilē atbilstoši procesam, kas aprakstīts 2.1. metodē, pievēršot uzmanību tam, lai destilācijas kolbā būtu pielikts pietiekami liels daudzums nātrija hidroksīda šķīduma (4.12.), lai nodrošinātu lielu tā pārākumu.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu (bez parauga) un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot standartšķīdumu, kas satur amonija un nitrātu slāpekli daudzumos, kas ir tuvi cianamīda un nitrātu slāpekļa daudzumam nitrātus saturošā kalcija cianamīdā, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai lieto pareizu metodiku.

Šim nolūkam Kjeldāla kolbā ielej 20 ml standartšķīduma (4.13.).

Analīzi veic saskaņā ar metodiku, kas aprakstīta 7.1. un 7.2. punktā.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Rezultātus izsaka kā analīzei saņemtā mēslošanas līdzekļa slāpekļa (N) daudzumu procentos.

Variants a: % N = (50 - A) × 0,7.

Variants b: % N = (50 - A) × 0,7.

Variants c: % N = (35 - A) × 0,875.

2.3.3. metode

KOPĒJĀ SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA URĪNVIELĀ

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta procedūra kopējā slāpekļa noteikšanai urīnvielā.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šī metode ir pielietojama vienīgi urīnvielas mēslošanas līdzekļiem, kas nesatur nitrātus.

3. PRINCIPS

Urīnvielu, vārot sērskābes klātienē, kvantitatīvi pārvērš amonjakā. Tā iegūto amonjaku atdestilē no bāziskas vides, destilātu uztver sērskābes standartšķīduma pārākumā. Sērskābes pārākumu attitrē ar sārma standartšķīdumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus.

4.1. Koncentrēta sērskābe (d = 1,84).

4.2. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 30 % NaOH (d = 1,33), amoniju nesaturošs.

4.3. Sērskābes standartšķīdums: 0,1 N

4.4. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,1 N } variantam a (skat. 2.1. metodi).

4.5. Sērskābes standartšķīdums: 0,2 N

4.6. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,2 N } variantam b (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.7. Sērskābes standartšķīdums: 0,5 N

4.8. Nātrija vai kālija hidroksīda standartšķīdums, karbonātus nesaturošs: 0,5 N } variantam c (skat. 2.1. metodes 2. piezīmi).

4.9. Indikatoru šķīdumi.

4.9.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā - pelēks un sārmainā šķīdumā - zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.9.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.10. Pumeka akmens viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

4.11. Urīnviela, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts, skat. 2.1. metodi “Amonija slāpekļa noteikšana”.

5.2. 500 ml mērkolba.

5.3. 25, 50 un 100 ml pipetes.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Parauga sagatavošana**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 2,5 g sagatavotā parauga, ievieto 300 ml Kjeldāla kolbā un samitrina ar 20 ml ūdens. Samaisa ar 20 ml koncentrētas sērskābes (4.1.) un pieliek dažas stikla pērlītes, lai izvairītos no vārīšanās ar grūdieniem. Lai izvairītos no izšļakstīšanās, kolbas kaklā ieliek piltuvi ar garu kātu. Sākumā silda lēni, pēc tam pastiprina sildīšanu, līdz parādās balti dūmi (30 līdz 40 minūtes).

Atdzesē un atšķaida ar 100 līdz 150 ml ūdens. Kvantitatīvi pārnes 500 ml mērkolbā, izmetot jebkādas nogulsnes. Atstāj atdzist līdz istabas temperatūrai. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un, ja vajadzīgs, filtrē caur sausu filtru sausā uztvērējā.

7.2. **Šķīduma analīze**

Ar precīzijas pipeti atbilstoši izvēlētajam variantam (skat. 2.1. metodi) pārnes 25, 50 vai 100 ml tā iegūtā šķīduma destilācijas kolbā. Atdestilē amonjaku, kā aprakstīts 2.1. metodē, pieliekot destilācijas kolbā pietiekamu daudzumu NaOH (d = 1,33) (4.2.), lai nodrošinātu lielu pārākumu.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu (bez parauga) un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot svaigi pagatavota urīnvielas šķīduma (4.11.) alikvotu daļu, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai lieto pareizu metodiku.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Rezultātus izsaka kā analīzei saņemtā mēslošanas līdzekļa slāpekļa (N) daudzumu procentos.

Variants a: % N = (50 - A) × 1,12.

Variants b: % N = (50 - A) × 1,12.

Variants c: % N = (35 - A) × 1,40.

2.4. metode

CIANAMĪDA SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta cianamīda slāpekļa noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Kalcija cianamīds un kalcija cianamīda/nitrāta maisījumi.

3. PRINCIPS

Cianamīda slāpekli izgulsnē sudraba kompleksa veidā un nogulsnēs to nosaka ar Kjeldāla metodi.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Ledus etiķskābe.

4.2. Amonjaka šķīdums, kas satur 10 svara procentus amonjaka (d = 0,96).

4.3. Sudraba amonjakāts, saskaņā ar Tollensa metodi.

Samaisa 500 ml 10 % sudraba nitrāta ($AgNO_3$) ūdens šķīduma ar 500 ml 10 % amonjaka šķīdumu (4.2.).

Bez vajadzības nepakļaut gaismas, siltuma vai gaisa iedarbībai. Šķīdums parasti saglabājas gadiem ilgi. Kamēr šķīdums ir dzidrs, reaģentam ir laba kvalitāte.

4.4. Koncentrēta sērskābe (d = 1,84).

4.5. Kālija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.6. Vara oksīds (CuO), 0,3 līdz 0,4 g katrai noteikšanai vai ekvivalents vara sulfāta pentahidrāta daudzums - 0,95 līdz 1,25 g katrai noteikšanai.

4.7. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 30 % NaOH (d = 1,33), amoniju nesaturošs.

4.8. 0,1 N sērskābe.

4.9. 0,1 N nātrija vai kālija hidroksīda šķīdums.

4.10. Indikatoru šķīdumi.

4.10.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus).

4.10.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.11. Pumeka akmens viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

4.12. Kālija tiocianāts, analīzes kvalitātes.

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts, skat. 2.1. metodi "Amonija slāpekļa noteikšana".

5.2. 500 ml mērkolba (piem., Stomana).

5.3. Piemērota tilpuma (300 līdz 500 ml) Kjeldāla kolba ar garu kaklu.

5.4. 50 ml pipete.

5.5. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Drošības pasākumi**

Strādājot ar jebkuru amonjakālu sudraba šķīdumu, ir jānēsā aizsargbrilles. Tikko kā uz šķidruma virsmas izveidojas plāna plēvīte, sakratot var notikt sprādziens, un tādēļ ir būtiski ievērot vislielāko piesardzību.

7.2. **Šķīduma sagatavošana analīzei**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0, 001 g nosver 2,5 g parauga un ievieto mazā stikla piestiņā. Paraugu trīs reizes saberž ar ūdeni, pēc katras beršanas ūdeni nolejot 500 ml Stomana mērkolbā. Paraugu kvantitatīvi pārnes Stomana mērkolbā, mazgājot ar ūdeni piestiņu, piestalu un piltuvi. Ar ūdeni uzpilda aptuveni līdz 400 ml. Pievieno 15 ml etiķskābes (4.1.). Ar rotācijas kratītāju krata divas stundas.

Uzpilda ar ūdeni līdz 500 ml, samaisa un nofiltrē.

Analīze jāizdara iespējami ātri.

7.3. **Šķīduma analīze**

50 ml filtrāta pārnes 250 ml vārglāzē.

Pieliek amonjaka šķīdumu (4.2.) līdz vāji bāziskai reakcijai un pievieno 30 ml silta amonija sudraba nitrāta (4.3.), lai izgulsnētu dzeltenu sudraba cianamīda kompleksu.

Atstāj uz nakti, nofiltrē un nogulsnes mazgā ar aukstu ūdeni, līdz tās nemaz nesatur amonija jonu.

Filtru ar nogulsnēm vēl mitru ieliek Kjeldāla kolbā, pievieno 10 līdz 15 g kālija sulfāta (4.5.), katalizatoru (4.6.) norādītajā proporcijā, pēc tam 50 ml ūdens un 25 ml koncentrētas sērskābes (4.4.).

Kolbu lēni silda, uzmanīgi saskalojot, līdz saturs sāk vārīties. Pastiprina sildīšanu, vāra līdz kolbas saturs kļūst bezkrāsains vai bāli zaļš.

Turpina sildīt vienu stundu, pēc tam ļauj atdzist.

No Kjeldāla kolbas šķidrumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, pieliek dažas pumeka akmens viršanas granulas (4.11.) un pielej ūdeni lai kopējais tilpums būtu aptuveni 350 ml. Samaisa un atdzesē.

Atbilstoši 2.1. metodes variantam a atdestilē amonjaku, pieliekot pietiekamu NaOH (4.7.) daudzumu, lai tas būtu ievērojamā pārākumā.

7.4. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos veic tukšo mēģinājumu (bez parauga) un ņem to vērā gala rezultātu aprēķinos.

7.5. **Kontroles mēģinājums**

Izmantojot kālija tiocianāta standartšķīduma (4.12.) alikvotu daļu, kas atbilst 0,05 g slāpekļa, pirms analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai lieto pareizu metodiku.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Rezultātus izsaka kā analīzei saņemtā mēslošanas līdzekļa cianamīda slāpekļa (N) daudzumu procentos.

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

2.5. metode

SPEKTROFOTOMETRISKA BIURETA NOTEIKŠANA URĪNVIELĀ

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta procedūra biureta noteikšanai urīnvielā.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Metodi pielieto tikai urīnvielas analīzei.

3. PRINCIPS

Sārmainā vidē kālija nātrija tartrāta klātienē biurets un divvērtīgais varš veido violetu vara savienojumu. Pie viļņa garuma aptuveni 546 nm (nanometri) izmēra šķīduma optisko blīvumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un nekādus slāpekļa savienojumus. Šajā noteikšanā ūdens kvalitāte ir īpaši svarīga.

4.1. Metanols.

4.2. Sērskābes šķīdums, aptuveni 0,1 N.

4.3. Nātrija hidroksīda šķīdums, aptuveni 0,1 N.

4.4. Kālija nātrija tartrāta bāzisks šķīdums.

Viena litra mērkolbā izšķīdina 40 g nātrija hidroksīda 500 mililitros ūdens un ļauj atdzist. Pieliek 50 g kālija nātrija tartrāta ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). Uzpilda līdz zīmei. Pirms lietošanas atstāj stāvēt uz 24 stundām.

4.5. Vara sulfāta šķīdums.

Viena litra mērkolbā izšķīdina 15 g vara sulfāta ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 500 ml ūdens. Uzpilda līdz zīmei.

4.6. Svaigi pagatavots biureta standartšķīdums.

250 ml mērkolbā izšķīdina ūdenī 0,250 g tīra biureta [1]. Uzpilda līdz 250 ml. Šī šķīduma 1ml satur 0,001 g biureta.

4.7. Indikatora šķīdums.

100 ml mērkolbā izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola, uzpilda līdz 100 ml. Ja palikušas nogulsnes, nofiltrē.

5. APARATŪRA

5.1. Spektrofotometrs vai fotometrs ar filtriem un ar jutību un precizitāti, kas ļauj izdarīt atkārtojamus mērījumus zemāk par 0,5 % T [2].

5.2. 100, 250 un 1 000 ml mērkolbas.

5.3. 2, 5, 10, 20, 25 un 50 ml pipetes vai 25 ml birete, kas graduēta pa 0,05 ml.

5.4. 250 ml vārglāze.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Standartlīknes izgatavošana**

Pārnes 0, 2, 5, 10, 20, 25 un 50 ml biureta standartšķīduma (4.6.) alikvotas daļas attiecīgi septiņās 100 ml mērkolbās. Uzpilda ar ūdeni līdz aptuveni 50 ml, pievieno vienu pilienu indikatora (4.7.) un, ja nepieciešams, neitralizē ar 0,1 N sērskābi (4.2.). Kratot pievieno 20 ml bāziska tartrāta šķīduma (4.4.), pēc tam 20 ml vara sulfāta šķīduma (4.5.).

[1] Biuretu iepriekš var tīrīt, mazgājot ar amonjaka šķīdumu (10%), pēc tam ar acetonu un izžāvējot vakuumā.
[2] Skat. 9. punktu "Pielikums".

Piezīme

Šie šķīdumi ir jāiemēra ar divām precīzijas biretēm vai, labāk, ar pipetēm.

Ar destilētu ūdeni uzpilda līdz 100 ml, samaisa un atstāj uz 15 minūtēm pie 30+/- 2 °C.

Pieņemot "O" koncentrācijas biureta šķīdumu par atskaites punktu, izmēra katra šķīduma absorbciju pie viļņa garuma aptuveni 546 nm, izmantojot piemērota biezuma ķivetes.

Uzzīmē kalibrēšanas līkni, atliekot uz ordinātas absorbcijas lielumus un atliekot uz abscisas atbilstošos biureta daudzumus miligramos.

7.2. **Analizējamā šķīduma sagatavošana**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 10 g sagatavotā parauga; 250 ml mērkolbā to izšķīdina aptuveni 150 mililitros ūdens un uzpilda līdz zīmei. Ja vajadzīgs, nofiltrē.

1. piezīme

Ja analizējamais paraugs satur vairāk par 0,015 g amonija slāpekļa, to 250 ml vārglāzē izšķīdina 50 ml metanola (4.1.). Ietvaicējot samazina tilpumu līdz 25 ml. Kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Ja vajadzīgs, nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā.

2. piezīme

Opalescences likvidēšana: ja klāt ir koloidi, filtrējot var rasties grūtības. Tādā gadījumā analizējamo šķīdumu sagatavo sekojoši: analizējamo paraugu izšķīdina 150 ml ūdens, pievieno 2 ml 1 N sālsskābi un šķidrumu filtrē caur diviem ļoti smalkiem gludiem filtriem 250 ml mērkolbā. Filtrus mazgā ar ūdeni. Uzpilda līdz zīmei. Turpina procesu atbilstoši metodei, kas aprakstīta 7.3. "Noteikšana".

7.3. **Noteikšana**

Atbilstoši sagaidāmajam biureta saturam 25 vai 50 ml šķīduma (7.2.) ar pipeti pārnes 100 ml mērkolbā un, ja vajadzīgs, neitralizē ar 0,1 N reaģentu (4.2. vai 4.3.), lietojot metilsarkano kā indikatoru, un pieliek (ar to pašu precizitāti, kā sagatavojot standartlīkni) 20 ml kālija nātrija tartrāta bāziska šķīduma (4.4.) un 20 ml vara sulfāta šķīduma (4.5.). Uzpilda līdz zīmei, rūpīgi samaisa un atstāj stāvēt 15 minūtes pie 30+/- 2 °C.

Pēc tam izdara fotometriskos mērījumus un aprēķina urīnvielā esošā biureta daudzumu.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Ja "C" ir biureta svars miligramos, kas nolasīts no standartlīknes, un V ir alikvotas daļas tilpums, tad:

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

9. PIELIKUMS

Ja "Jo" ir monohromātiskā starojuma (ar noteiktu viļņa garumu) intensitāte, pirms tas ir izgājis caur caurspīdīgu vidi un J ir starojuma intensitāte pēc iziešanas caur šo vidi, tad:

— caurlaidības koeficients: $T = \frac{J}{J_o}$

— absorbcija: $O = \frac{J_o}{J}$

— optiskais blīvums: $E = log\ O$

— vienības optiskais blīvums: $k = \frac{E}{s}$

— īpatnējais ekstinkcijas koeficients: $K = \frac{E}{c \times s}$

kur:

s = slāņa biezums centimetros;

c = koncentrācija miligramos litrā;

k = katrai vielai specifisks koeficients pēc Lamberta-Bēra likuma.

2.6. metode

DAŽĀDU FORMU SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA VIENĀ PARAUGĀ

2.6.1. metode

DAŽĀDU FORMU SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA VIENĀ PARAUGĀ MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻOS, KAS SATUR NITRĀTU, AMONIJA, URĪNVIELAS UN CIANAMĪDA SLĀPEKLI

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta procedūra jebkuras formas slāpekļa noteikšanai jebkuras citas formas klātienē.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Jebkurš mēslošanas līdzeklis, uz ko attiecas Direktīva 76/116/EEK un kas satur dažādu formu slāpekli.

3. PRINCIPS

3.1. **Kopējais šķīstošais un nešķīstošais slāpeklis**

Saskaņā ar standarta mēslošanas līdzekļu sarakstu (Direktīvas 76/116/EEK I pielikums), šī noteikšana ir piemērojama ražojumiem, kas satur kalcija cianamīdu.

3.1.1. Ja klāt nav nitrātu, pārbaudāmo paraugu mineralizē pēc tiešās Kjeldāla metodes.

3.1.2. Nitrātu klātbūtnē pētāmo paraugu mineralizē pēc Kjeldāla metodes, kad paraugs ir reducēts ar metālisku dzelzi un divvērtīgās alvas hlorīdu.

Abos gadījumos amoniju nosaka atbilstoši 2.1. metodei.

Piezīme

Ja analīze uzrāda, ka nešķīstošā slāpekļa saturs ir vairāk par 0,5, tad secina, ka mēslošanas līdzeklis satur citas nešķīstošā slāpekļa formas, kas nav iekļautas Direktīvas 75/116/EEK sarakstā.

3.2. **Šķīstošā slāpekļa formas**

No dažādām alikvotām daļām, kas ņemtas no viena un tā paša parauga šķīduma, tiek noteiktas sekojošās formas:

3.2.1. kopējais šķīstošais slāpeklis:

3.2.1.1. nitrātiem neesot klāt - ar tiešo Kjeldāla metodi;

3.2.1.2. nitrātu klātbūtnē - ar Kjeldāla metodi alikvotai daļai, kas ņemta no šķīduma pēc reducēšanas ar Ulša metodi; amoniju abos gadījumos nosaka, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2.2. kopējais šķīstošais slāpeklis, izņemot nitrātu slāpekli - ar Kjeldāla metodi pēc nitrātu slāpekļa eliminēšanas skābā vidē ar divvērtīgās dzelzs sulfātu, amoniju nosakot, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2.3. nitrātu slāpeklis – nosaka kā starpību:

3.2.3.1. ja kalcija cianamīds nav klāt - kā starpību starp 3.2.1.2. un 3.2.2. vai starp kopējo šķīstošo slāpekli (3.2.1.2.) un amonija un urīnvielas organiskā slāpekļa summu (3.2.4.+3.2.5.);

3.2.3.2. kalcija cianamīda klātienē - kā starpību starp 3.2.1.2. un 3.2.2. vai starp 3.2.1.2. un summu 3.2.4.+3.2.5.+3.2.6.;

3.2.4. amonija slāpeklis:

3.2.4.1. ja klāt ir tikai amonija slāpeklis vai amonija slāpeklis kopā ar nitrātu slāpekli, tad izmanto 1. metodi;

3.2.4.2. urīnvielas slāpekļa un/vai cianamīda slāpekļa klātienē ar aukstu destilāciju pēc tam, kad šķīdums padarīts nedaudz bāzisks, absorbējot amonjaku sērskābes standartšķīdumā, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2.5. urīnvielas slāpeklis:

3.2.5.1. pārvēršot ar ureāzi amonjakā, ko titrē ar sālsskābes standartšķīdumu;

vai

3.2.5.2. gravimetriski ar ksanthidrolu: līdzgulsnēto biuretu bez lielas kļūdas var skaitīt kopā ar urīnvielas slāpekli, jo tā saturs kompleksajos mēslošanas līdzekļos pēc absolūtā lieluma parasti ir mazs;

vai

3.2.5.3. kā starpību, atbilstoši sekojošai tabulai:

Variants	Nitrātu slāpeklis	Amonija slāpeklis	Cianamīda slāpeklis	Starpība
1.	nav	Ir	ir	(3.2.1.1.)-(3.2.4.2.+3.2.6.)
2.	ir	Ir	ir	(3.2.2.)-(3.2.4.2.+3.2.6.)
3.	nav	Ir	nav	(3.2.1.1.)-(3.2.4.2.)
4.	ir	Ir	nav	(3.2.2.)-(3.2.4.2.)

3.2.6. cianamīda slāpeklis – nogulsnējot kā sudraba savienojumu; slāpekli nogulsnēs nosaka ar Kjeldāla metodi.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu un slāpekļa savienojumus.

4.1. Kālija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.2. Ar ūdeņradi reducētas dzelzs pulveris (uzrādītajam dzelzs daudzumam jāspēj reducēt vismaz 50 g nitrātu slāpekļa).

4.3. Kālija tiocianāts, analīzes kvalitātes.

4.4. Kālija nitrāts, analīzes kvalitātes.

4.5. Amonija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.6. Urīnviela, analīzes kvalitātes.

4.7. Atšķaidīta sērskābe 1:1 pēc tilpuma.

4.8. Sērskābes standartšķīdums: 0,2 N.

4.9. Koncentrēts nātrija hidroksīda ūdens šķīdums, aptuveni 30 % NaOH (svars/tilpums), amoniju nesaturošs.

4.10. Nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīdums, karbonātus nesaturošs.

4.11. Divvērtīgās alvas hlorīda šķīdums

120 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ izšķīdina 400 ml koncentrētā sālsskābē (d = 1,18) un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram. Šķīdumam jābūt pilnīgi dzidram, un tas jāsagatavo tieši pirms lietošanas.

Piezīme

Ir būtiski pārbaudīt alvas hlorīda reducēšanas spēju: Izšķīdina 0,5 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ 2ml koncentrētā sālsskābē (d = 1,18) un uzpilda ar ūdeni līdz 50 ml. Pēc tam pieliek 5g Segneta sāls (kālija nātrija tartrāta) un pietiekamu daudzumu nātrija bikarbonāta, lai litmusa papīrs uzrādītu bāzisku reakciju.

Titrē ar 0,1 N joda šķīdumu cietes šķīduma kā indikatora klātienē.

1ml 0,1 N joda šķīduma atbilst 0,01128 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Tā sagatavotā šķīdumā vismaz 80 % no kopējā alvas daudzuma ir jābūt divvērtīgās alvas veidā. Titrējot jāizlieto vismaz 35 ml 0,1 N joda šķīduma.

4.12. Sērskābe (d = 1,84).

4.13. Atšķaidīta sālsskābe 1:1 pēc tilpuma.

4.14. Etiķskābe: 96 līdz 100 %.

4.15. Sērskābes šķīdums, kas satur aptuveni 30 % H_2SO_4 (svars/tilpums).

4.16. Divvērtīgās dzelzs sulfāts, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4.17. Sērskābes standartšķīdums: 0,1 N.

4.18. Oktilspirts.

4.19. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums.

4.20. Nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīdums (karbonātus nesaturošs).

4.21. Piesātināts bārija hidroksīda šķīdums.

4.22. Nātrija karbonāta šķīdums: 10 % (svars/tilpums).

4.23. Sālsskābe: 2 N.

4.24. Sālsskābes standartšķīdums: 0,1 N.

4.25. Ureāzes šķīdums.

0,5 g aktīvas ureāzes suspendē 100 ml destilētā ūdens. Ar 0,1 N sālsskābi (4.24.) noregulē pH = 5,4 - mērot ar pH metru.

4.26. Ksanthidrols.

5 % šķīdums etanolā vai metanolā (4.31.) (nelietot preparātus, kuriem ir liels nešķīstošās vielas saturs). Šķīdumu tumšā vietā cieši noslēgtā pudelē var glabāt trīs mēnešus.

4.27. Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g uz vienu noteikšanu vai ekvivalents vara sulfāta pentahidrāta daudzums - 0,95 līdz 1,25 g uz vienu noteikšanu.

4.28. Viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

4.29. Indikatoru šķīdumi.

4.29.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) indikatora šķīduma.

4.29.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.30. Indikatoru papīri.

Litmusa, bromtimolzilā (vai citi, kas ir jutīgi pH intervālā no 6 līdz 8).

4.31. Etanols vai metanols: 95 % šķīdums.

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts.

Skat. 2.1. metodi.

5.2. Aparāts amonija slāpekļa noteikšanai atbilstoši 7.2.5.3. metodikai (skat. 6. zīmējumu).

Aparāts sastāv no īpašas formas divkaklu uztvērēja ar pieslīpētu kaklu, savienotājcaurules ar uzmavu izšļakstīšanās novēršanai un perpendikulāras caurulītes gaisa ievadīšanai. Caurules var pievienot uztvērējam ar vienkāršu gumijas aizbāzni, kurā ir caurumi. Ir svarīgi, lai caurulīšu, pa kurām tiek ielaists gaiss, galiem būtu piemērota forma, jo gāzes burbulīšiem ir jāsadalās uztvērējā un absorberī esošo šķīdumu visā tilpumā. Vislabākais risinājums ir nelieli sēnes veida paplašinājumi ar ārējo diametru 20 mm un sešām 1 mm atverēm pa perimetru.

5.3. Aparāts urīnvielas slāpekļa noteikšanai ar ureāzes metodiku (7.2.6.1.).

Tas sastāv no 300 ml Erlenmeijera kolbas ar dalāmo piltuvi un nelielu absorberi (skat. 7. zīmējumu).

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

5.5. pH metrs.

5.6. Regulējams sildāmais skapis.

5.7. Stikla priekšmeti:

— 2, 5, 10, 20, 25, 50 un 100 ml pipetes,

— 300 un 500 ml Kjeldāla kolbas ar garu kaklu,

— 100, 250, 500 un 1 000 ml mērkolbas,

— filtrtīģeļi ar poru diametru 5 līdz 15 μ,

— piestiņas.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. ANALĪZES TEHNIKA

7.1. **Kopējais šķīstošais un nešķīstošais slāpeklis**

7.1.1. *Ja nitrātu nav klāt*

7.1.1.1. **Sadalīšanas reakcija**

Ar precizitāti līdz 0,001 g nosver paraugu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. To ievieto destilācijas aparāta kolbā (5.1.). Pievieno 10 līdz 15 g kālija sulfāta (4.1.), katalizatoru (4.27.) un dažas viršanas granulas (4.28.). Pēc tam pielej 50 ml sērskābes (4.7.) un rūpīgi samaisa. Sākumā silda lēni, laiku pa laikam pamaisot, līdz izbeidzas putu veidošanās. Pēc tam silda tā, lai šķidrums visu laiku vārītos, un vārīšanu turpina vienu stundu pēc tam, kad šķidrums kļuvis dzidrs, neļaujot organiskajām vielām pielipt kolbas sāniem. Ļauj atdzist. Maisot uzmanīgi pielej apmēram 350 ml ūdens. Pārliecinās, ka izšķīšana ir tik pilnīga, cik iespējams. Ļauj atdzist un savieno kolbu ar destilācijas aparātu (5.1.).

7.1.1.2. **Amonjaka destilācija**

Ar precīzijas pipeti aparāta uztvērējā pārnes 50 ml sērskābes 0,2 N standartšķīduma (4.8.). Pieliek indikatoru (4.29.1. vai 4.29.2.). Nodrošina, lai dzesinātāja gals būtu vismaz 1 cm zem šķīduma līmeņa.

Ievērojot nepieciešamo piesardzību, lai izvairītos no amonjaka zudumiem, destilācijas kolbā uzmanīgi ielej koncentrētu nātrija hidroksīda šķīdumu (4.9.) pietiekamā daudzumā, lai šķidrums kļūtu stipri bāzisks (120 ml parasti pietiek); pārbauda, pievienojot dažus pilienus fenolftaleina. Destilācijas beigās šķīdumam kolbā vēl arvien jābūt stipri bāziskam). Sildīšanu noregulē tā, lai pusstundā atdestilētu 150 ml. Ar indikatora papīru (4.30.) pārbauda, vai destilācija ir pabeigta. Ja tā nav, atdestilē vēl 50 ml un atkārto pārbaudi, līdz papildu destilāta reakcija ar indikatora papīru (4.30.) ir neitrāla. Pēc tam nolaiž uztvērēju, atdestilē vēl dažus mililitrus un noskalo dzesinātāja galu. Skābes pārākumu attitrē ar 0,2 N nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.10.), līdz indikators maina krāsu.

7.1.1.3. **Tukšais mēģinājums**

Tukšo mēģinājumu izdara identiskos apstākļos un to ņem vērā, aprēķinot gala rezultātu.

7.1.1.4. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, ar pipeti ienesot aparāta (5.1.) uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.8.),

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīduma ml, kas izlietoti analīzē,

M = analizējamā parauga svars gramos.

7.1.2. *Nitrātu klātienē*

7.1.2.1. **Analizējamais paraugs**

Ar precizitāti līdz 0,001 g nosver tādu parauga daudzumu, kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu slāpekļa.

7.1.2.2. **Nitrātu reducēšana**

Analizējamo paraugu nelielā piestiņā sajauc ar 50 ml ūdens. Ar minimālu destilētā ūdens daudzumu pārnes 500 ml Kjeldāla kolbā. Pieliek 5 g reducētas dzelzs (4.2.) un 50 ml hlorīda šķīduma (4.11.). Sakrata un atstāj stāvēt pusstundu. Stāvēšanas laikā vēlreiz sakrata pēc 10 un 20 minūtēm.

7.1.2.3. **Sadalīšana pēc Kjeldāla**

Pielej 30 ml sērskābes (4.12.), 5 g kālija sulfāta (4.1.), noteikto daudzumu katalizatora (4.27.) un dažas viršanas granulas (4.28.). Kolbu nedaudz pieliektu uzmanīgi silda. Lēni pastiprina sildīšanu un bieži sakrata šķidrumu, lai maisījums paliktu suspendētā stāvoklī: šķidrums kļūst tumšāks, pēc tam kļūst gaišs, veidojoties dzeltenzaļai bezūdens dzelzs sulfāta suspensijai. Pēc tam, kad radies dzidrs šķīdums, turpina sildīšanu vienu stundu, uzturot šķīduma vārīšanos. Atstāj atdzist. Uzmanīgi kolbas saturā ielej mazu ūdens daudzumu un pa pamazām pielej 100 ml ūdens. Samaisa un kolbas saturu pārnes 500 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Samaisa. Nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.1.2.4. **Šķīduma analīze**

Destilācijas aparāta (5.1.) kolbā ar pipeti pārnes alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. Ar destilētu ūdeni atšķaida līdz aptuveni 350 ml, pieliek dažas viršanas granulas (4.28.), pievieno kolbu destilācijas aparātam un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2.

7.1.2.5. **Tukšais mēģinājums**

Skat. 7.1.1.3.

7.1.2.6. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts, ar pipeti ienesot aparāta (5.1.) uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.8.),

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē,

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt 7.1.2.4. ņemtajā alikvotā daļā.

7.2. **Šķīstošā slāpekļa formas**

7.2.1. *Analizējamā šķīduma sagatavošana*

Ar 1 mg precizitāti nosver 10 g parauga un ievieto 500 ml mērkolbā.

7.2.1.1. **Ja mēslošanas līdzekļi nesatur cianamīda slāpekli**

Kolbā pielej 50 ml ūdens un pēc tam 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.13.). Sakrata un atstāj stāvēt, līdz beidzas oglekļa dioksīda izdalīšanās. Pēc tam pielej 400 ml ūdens un ar rotācijas kratītāju (5.4.) krata vienu stundu. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, samaisa un nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2.1.2. **Ja mēslošanas līdzekļi satur cianamīda slāpekli**

Kolbā pielej 400 ml ūdens un dažus pilienus metilsarkanā (4.29.2.). Ja vajadzīgs, šķīdumu paskābina ar etiķskābi (4.14.). Pielej 15 ml etiķskābes (4.14.). Ar rotācijas kratītāju (5.4.) krata divas stundas. Ja nepieciešams, šīs operācijas laikā ar etiķskābi (4.14.) no jauna paskābina šķīdumu. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, nekavējoši nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā un tūlīt nosaka cianamīda slāpekli.

Abos gadījumos dažādās slāpekļa šķīstošās formas nosaka tajā pašā dienā, kad ir pagatavots šķīdums, sākot ar cianamīda slāpekli un urīnvielas slāpekli, ja tie ir klāt.

7.2.2. *Kopējais šķīstošais slāpeklis*

7.2.2.1. **Ja nitrātu nav klāt**

300 ml Kjeldāla kolbā ar pipeti pārnes filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. Pielej 15 ml koncentrētas sērskābes (4.12.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.27.) un dažas viršanas granulas (4.28.). Sākumā silda uzmanīgi, lai sākas reakcija, un pēc tam augstākā temperatūrā, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un skaidri parādās balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz aptuveni 500 ml ar ūdeni un pieliek dažas viršanas granulas (4.28.). Savieno kolbu ar destilācijas aparātu (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2.

7.2.2.2. **Ja nitrāti ir klāt**

Ar precīzijas pipeti pārnes 500 ml Erlenmeijera kolbā filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu slāpekļa. Šajā analīzes posmā kopējais slāpekļa daudzums nav svarīgs. Pievieno 10 ml 30 % sērskābes (4.15.), 5 g reducētas dzelzs (4.2.) un nekavējoties apklāj Erlenmeijera kolbu ar pulksteņstiklu. Lēni silda, līdz reakcija ir vienmērīga, bet ne strauja. Šajos apstākļos pārtrauc sildīšanu un atstāj kolbu vismaz uz trim stundām istabas temperatūrā. Ar ūdeni šķidrumu kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, atstājot Erlenmeijera kolbā neizšķīdušo dzelzi, un uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Rūpīgi samaisa un ar precīzijas pipeti 300 ml Kjeldāla kolbā pārnes alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. Pielej 15 ml koncentrētas sērskābes (4.12.), 0,4g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.27.) un dažas viršanas granulas (4.28.). Sākumā silda uzmanīgi, lai sākas sadalīšanās, un pēc tam augstākā temperatūrā, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un skaidri parādās balti dūmi. Pēc atdzesēšanas šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida līdz aptuveni 500 ml ar ūdeni un pieliek dažas viršanas granulas (4.28.). Savieno kolbu ar destilācijas aparātu (5.1.) un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2.

7.2.2.3. **Tukšais mēģinājums**

Skat. 7.1.1.3.

7.2.2.4. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts ar pipeti ienesot aparāta (5.1.) uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.8.),

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē,

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt atbilstoši 7.2.2.1. vai 7.2.2.2. ņemtajā alikvotā daļā.

7.2.3. *Kopējais šķīstošais slāpeklis, izņemot nitrātu slāpekli*

Ar precīzijas pipeti pārnes 300 ml Erlenmeijera kolbā filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 50 mg nosakāmā slāpekļa. Atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml, pieliek 5 g divvērtīgās dzelzs sulfāta (4.16.), 20 ml koncentrētas sērskābes (4.1.) un dažas viršanas granulas (4.28.). Sākumā silda lēni, pēc tam pastiprina sildīšanu, līdz parādās balti dūmi. Turpina reakciju 15 minūtes. Pārtrauc sildīt, pievieno vara oksīdu (4.27.) kā katalizatoru un uztur tādu temperatūru, lai baltie dūmi izdalītos vēl 10 līdz 15 minūtes. Pēc atdzišanas saturu kvantitatīvi pārnes no Kjeldāla kolbas aparāta destilācijas kolbā (5.1.). Atšķaida ar ūdeni līdz aptuveni 500 ml un pieliek dažas viršanas granulas (4.28.). Kolbu pievieno destilācijas aparātam un turpina noteikšanu, kā aprakstīts 7.1.1.2.

7.2.3.1. **Tukšais mēģinājums**

Skat. 7.1.1.3.

7.2.3.2. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts ar pipeti ienesot aparāta (5.1.) uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.8.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.2.4. *Nitrātu slāpeklis*

7.2.4.1. **Ja nav klāt kalcija cianamīda**

Aprēķina kā starpību starp 7.2.2.4. un 7.2.3.2. iegūtajiem rezultātiem un/vai rezultātu, kas iegūts 7.2.2.4. un rezultātu summu, kas iegūta (7.2.5.2. vai 7.2.5.5.) un (7.2.6.3. vai 7.2.6.5., vai 7.2.6.6.).

7.2.4.2. **Kalcija cianamīda klātienē**

Aprēķina kā starpību starp 7.2.2.4. un 7.2.3.2. iegūtajiem rezultātiem un starp 7.2.2.4. iegūto rezultātu un rezultātu summu, kas iegūta (7.2.5.5.), (7.2.6.3. vai 7.2.6.5, vai 7.2.6.6.) un (7.2.7.).

7.2.5. *Amonija slāpeklis*

7.2.5.1. **Ja klāt ir tikai amonija slāpeklis vai amonija slāpeklis kopā ar nitrātu slāpekli**

Ar precīzijas pipeti pārnes destilācijas aparāta (5.1.) kolbā filtrāta (7.2.1.1.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg amonija slāpekļa. Pielej ūdeni, lai kopējais tilpums būtu aptuveni 350 ml un pieliek dažas viršanas granulas (4.28.), lai atvieglotu vārīšanos. Kolbu pievieno destilācijas aparātam, pieliek 20 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.9.) un destilē, kā aprakstīts 7.1.1.2.

7.2.5.2. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts ar pipeti ienesot aparāta (5.1.) uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.8.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.2.5.3. **Urīnvielas un/vai cianamīda slāpekļa klātienē**

Ar precīzijas pipeti pārnes aparāta (5.2.) sausā kolbā filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg amonija slāpekļa. Pēc tam samontē aparātu. Ar pipeti 300 ml Erlenmeijera kolbā ielej 50 ml 0,1 N sērskābes standartšķīduma (4.17.) un pielej ūdeni, lai šķidruma līmenis būtu aptuveni 5 cm virs izvadcaurules gala. Caur reakcijas trauka sānu kaklu ielej destilētu ūdeni, lai tilpums būtu aptuveni 50 ml. Samaisa. Lai gaisa caurpūšanas laikā izvairītos no putošanās, piepilina dažus pilienus oktilspirta (4.18.). Pēc tam šķīdumu padara bāzisku, pielejot 50 ml piesātināta kālija karbonāta šķīduma (4.19.) un tūlīt sāk tā atbrīvotā amonjaka izvadīšanu no aukstās suspensijas. Šim nolūkam vajadzīgo stipro gaisa plūsmu (plūsmas ātrums ir aptuveni trīs litri minūtē) iepriekš tīra, laižot caur skalotnēm, kas satur atšķaidītu sērskābi un atšķaidītu nātrija hidroksīdu. Saspiestā gaisa vietā ir iespējams strādāt arī vakuumā (ūdens strūklas sūknis), pie noteikuma, ka ieplūdes caurule pietiekami hermētiski ir savienota ar uztvērēja trauku, ko izmanto amonjaka uztveršanai. Amonjaka izdalīšanās parasti beidzas pēc trim stundām. Tomēr ir pareizi to pārbaudīt, nomainot uztvērēja kolbu. Kad operācija ir pabeigta, kolbu atdala no aparāta, noskalo caurules galu un uztvērēja kolbas sienas ar nedaudz ūdens. Skābes pārākumu attitrē ar nātrija hidroksīda 0,1 N standartšķīdumu (4.20.), līdz indikators kļūst pelēks (4.29.1.).

7.2.5.4. **Tukšais mēģinājums**

Skat. 7.1.1.3.

7.2.5.5. **Rezultātu izteikšana**

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts ar pipeti ienesot aparāta (5.2.) Erlenmeijera kolbā 50 ml 0,1 N sērskābes standartšķīduma (4.17.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.2.6. *Urīnvielas slāpeklis*

7.2.6.1. **Ureāzes metode**

Ar precīzijas pipeti pārnes 500 ml mērkolbā filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 250 mg urīnvielas slāpekļa. Lai izgulsnētu fosfātus, pielej nedaudz piesātināta bārija hidroksīda šķīduma, līdz nogulsnes vairs neizdalās. Pēc tam bārija jonu pārākumu (un šķīdumā esošos kalcija jonus) izgulsnē ar 10 % kālija karbonāta šķīdumu (4.22.).

Ļauj nogulsnēties un pārbauda, vai izgulsnēšanās ir notikusi pilnīgi. Uzpilda līdz zīmei, samaisa un nofiltrē caur kroku filtru. Ar pipeti 50 ml filtrāta pārnes aparāta (5.3.) 300 ml Erlenmeijera kolbā. Paskābina filtrātu ar 2 N sālsskābi (4.23.) līdz pH 3 (mērot ar pH metru) (5.5.). Pēc tam ar 0,1 N nātrija hidroksīdu (4.20.) paceļ pH līdz 5,4.

Lai izvairītos no amonjaka zudumiem, sadalot ar ureāzi, Erlenmeijera kolbu noslēdz ar korķi, kam ir pilināmā piltuve un mazs slēgs, kurā ir precīzi 2 ml 0,1 N sālsskābes standartšķīduma (4.24.). No pilināmās piltuves ievada 20 ml ureāzes šķīduma (4.25.) un atstāj uz vienu stundu pie 20 līdz 25 °C. Pēc tam ar pipeti pilināmajā piltuvē ievada 25 ml 0,1 N sālsskābes standartšķīduma (4.24.), ielaiž to caur piltuvi šķīdumā un piltuvi izskalo ar nedaudz ūdens. Tādā pašā veidā kvantitatīvi pārnes Erlenmeijera kolbā aizsargslēga saturu. Skābes pārākumu attitrē ar 0,1 N nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.20.) līdz pH 5,4 (mērot ar pH metru).

7.2.6.2. **Tukšais mēģinājums**

Skat. 7.1.1.3.

7.2.6.3. **Rezultātu izteikšana**

$$\%\ \mathrm{N}\left(\text{Èurînvielas}\right) = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{M}$$

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā precīzi tādos pašos apstākļos kā veicot analīzi;

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

Piezīmes

1. Pēc izgulsnēšanas ar bārija hidroksīda un kālija karbonāta šķīdumiem uzpilda līdz zīmei, nofiltrē un neitralizē iespējami ātri.

2. Titrēšanas pārbaudi var izdarīt arī ar indikatoru (4.29.2.), bet gala punktu tā ir grūtāk konstatēt.

7.2.6.4. **Gravimetriskā metode ar ksanthidrolu**

Ar precīzijas pipeti pārnes 250 ml vārglāzē filtrāta (7.2.1.1. vai 7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg urīnvielas. Pielej 40 ml etiķskābes (4.14.). Ar stikla spieķīti maisa vienu minūti, atstāj nogulsnēties uz 5 minūtēm. Iefiltrē caur plakano filtru 100 ml vārglāzē, mazgā ar dažiem mililitriem etiķskābes (4.14.), pēc tam pa pilienam pievieno 10 ml ksanthidrola (4.26.), visu laiku maisot ar stikla spieķīti. Atstāj, līdz parādās nogulsnes, tad maisa atkal vienu vai divas minūtes. Atstāj mierā pusotru stundu. Nofiltrē caur iepriekš izžāvētu un nosvērtu stikla filtrtiģeli, viegli nospiežot nogulsnes; trīs reizes mazgā ar 5 ml etanola (4.31.), nemēģinot atbrīvoties no visas etiķskābes. Ievieto žāvējamā skapī un 1 stundu tur 130 °C temperatūrā (neļaut pacelties temperatūrai virs 145 °C). Eksikatorā ļauj atdzist un nosver.

7.2.6.5. **Rezultātu izteikšana**

$$\%\ \mathrm{N\ urînviela + biruets} = \frac{6{,}67 \times m_1}{M_2}$$

kur:

m_1 = iegūto nogulšņu svars gramos;

M_2 = analizējamā parauga svars gramos, kas ir analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

Ieved tukšā mēģinājuma korekciju. Biuretu parasti bez lielas kļūdas var analizēt kopā ar urīnvielu, jo tā saturs pēc absolūtās vērtības kompleksajos mēslošanas līdzekļos ir mazs.

7.2.6.6. **Aprēķināšanas metode pēc starpības**

Urīnvielas slāpekli var aprēķināt arī atbilstoši sekojošai tabulai:

Variants	Nitrātu N	Amonija N	Cianamīda N	Urīnvielas N
1	nav	ir	ir	(7.2.2.4.)-(7.2.5.5.+7.2.7.)
2	ir	ir	ir	(7.2.3.2.)-(7.2.5.5.+7.2.7.)
3	nav	ir	nav	(7.2.2.4.)-(7.2.5.5.)
4	ir	ir	nav	7.2.3.2.)-(7.2.5.5.)

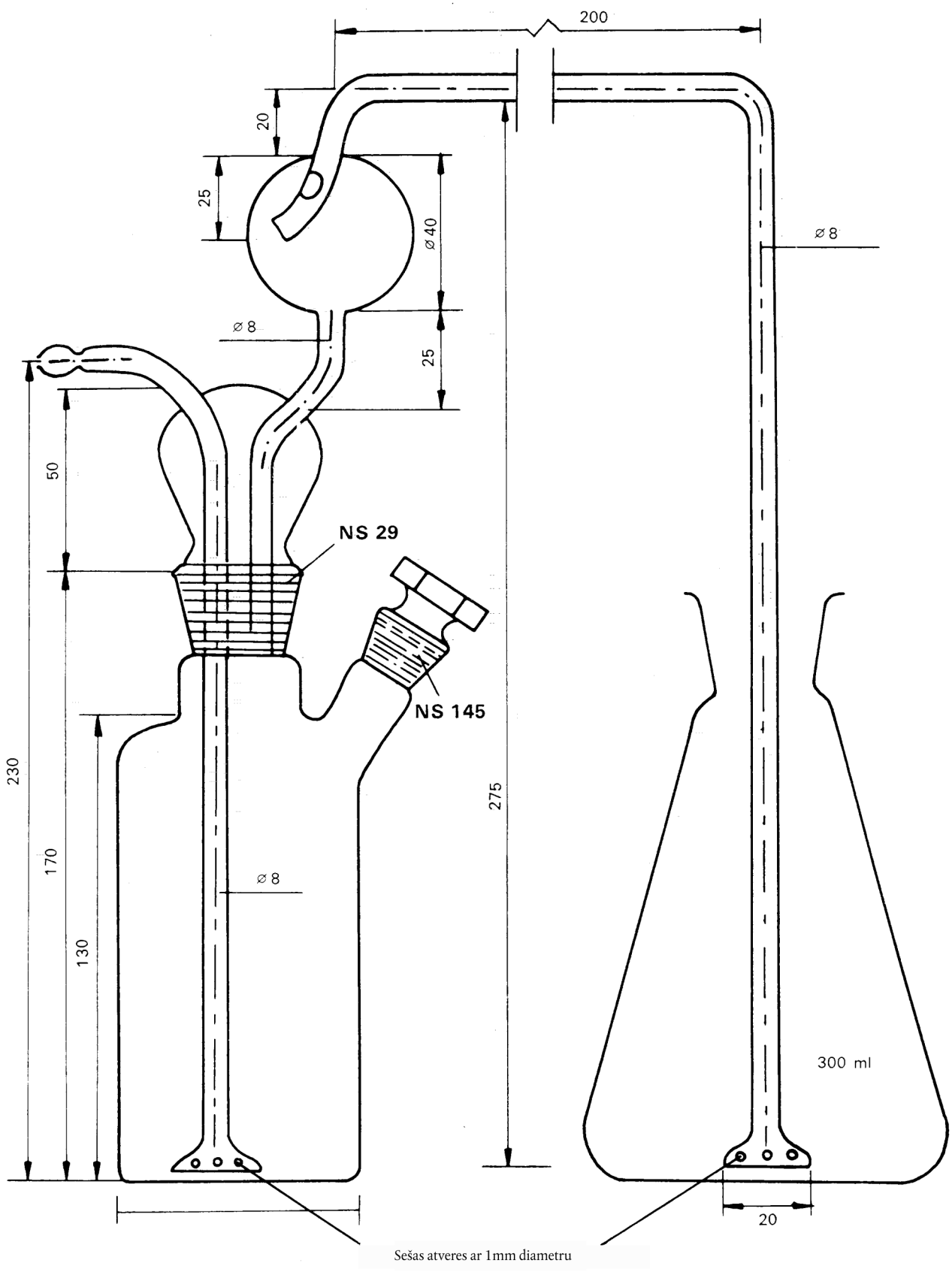
7.2.7. *Cianamīda slāpeklis*

Ņem filtrāta (7.2.1.2.) alikvotu daļu, kas satur 10 līdz 30 mg cianamīda slāpekļa un ievieto 250 ml vārglāzē. Turpina analīzi atbilstoši 2.4. metodei.

8. REZULTĀTU VERIFIKĀCIJA

8.1. Dažos gadījumos var konstatēt starpību starp kopējo slāpekli, kas tieši noteikts no nosvērta parauga (7.1.), un kopējo šķīstošo slāpekli (7.2.2.). Tomēr starpībai nevajadzētu būt lielākai par 0,5 %. Ja tā ir lielāka, mēslošanas līdzeklis satur nešķīstošā slāpekļa formas, kas nav direktīvas 76/116/EEK sarakstā.

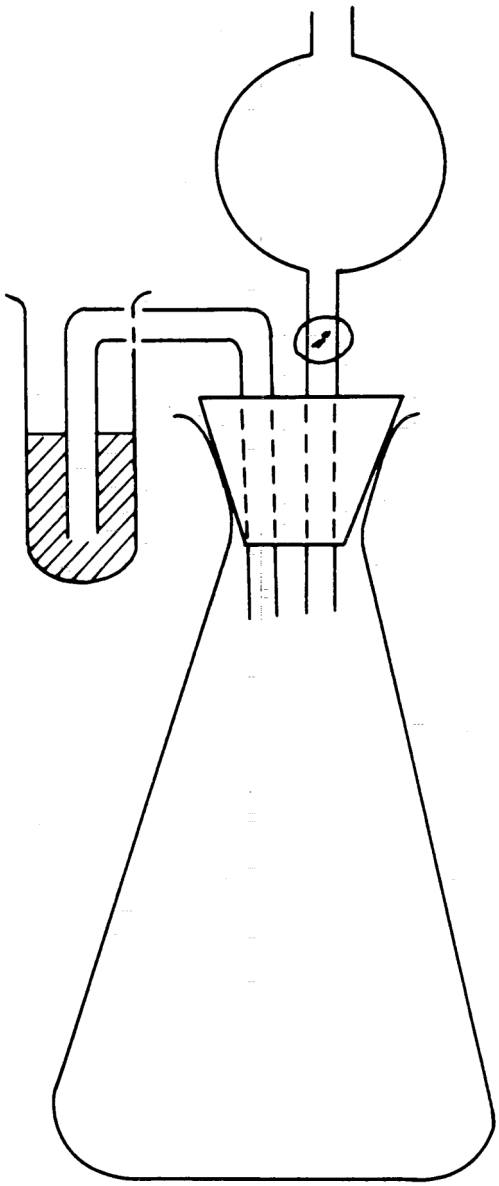
8.2. Ar standartšķīdumu, kas satur dažādu formu slāpekli proporcijās, kuras ir tuvas analizējamā parauga proporcijām, pirms katras analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai izmanto pareizu metodiku. Šo standartšķīdumu gatavo no kālija tiocianāta (4.3.), kālija nitrāta (4.4.), amonija sulfāta (4.5.) un urīnvielas (4.6.).



6. zīmējums

Aparāts amonija slāpekļa noteikšanai

(7.2.5.3.)



7. zīmējums

Aparāts urīnvielas slāpekļa noteikšanai

(7.2.6.1.)

2.6.2. metode

DAŽĀDU FORMU SLĀPEKĻA NOTEIKŠANA MĒSLOŠANAS LĪDZEKĻOS, KAS SATUR TIKAI NITRĀTU, AMONIJA UN URĪNVIELAS SLĀPEKLI

1. MĒRĶIS

Šī dokumenta mērķis ir detalizēti aprakstīt dažādu formu slāpekļa vienkāršotu noteikšanas metodi mēslošanas līdzekļos, kas slāpekli satur vienīgi nitrātu amonija un urīnvielas veidā.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Šo metodi var izmantot visiem mēslošanas līdzekļiem, kas minēti direktīvā 76/116/EEK un satur tikai nitrātu, amonija un urīnvielas slāpekli.

3. PRINCIPS

Ar viena parauga šķīduma dažādām porcijām nosaka sekojošu formu slāpekli:

3.1. Kopīgo šķīstošo slāpekli:

3.1.1. ja nitrātu nav klāt, ar tiešo Kjeldāla metodi;

3.1.2. nitrātu klātienē daļas šķīduma sadalīšana ar Kjeldāla metodi pēc reducēšanas ar Ulša metodi; amoniju abos gadījumos nosaka, kā aprakstīts 2.1. metodē;

3.2. kopējo šķīstošo slāpekli, izņemot nitrātu slāpekli - ar Kjeldāla metodi pēc nitrātu slāpekļa izvadīšanas ar divvērtīgās dzelzs sulfātu skābā vidē; amoniju nosaka, kā aprakstīs 2.1. metodē;

3.3. nitrātu slāpekli kā starpību starp 3.1.2. un 3.2. vai starp kopējo šķīstošo slāpekli (3.1.2.) un amonija un urīnvielas slāpekļa summu (3.4.+3.5.);

3.4. amonija slāpekli, ar auksto destilāciju pēc pasārmināšanas; amonjaku uztver sērskābes šķīdumā un nosaka, kā norādīts 2.2. metodē;

3.5. urīnvielas slāpekli ar vienu no sekojošām metodēm:

3.5.1. ar ureāzi, pārvēršot amonjakā, ko nosaka, titrējot ar sālsskābes standartšķīdumu;

3.5.2. gravimetriski, lietojot ksanthidrolu: biuretu var līdzgulsnēt kopā ar urīnvielu, nepielaižot lielu kļūdu; tā līmenis kompleksos mēslošanas līdzekļos pēc absolūtās vērtības parasti ir zems;

3.5.3. pēc starpības, atbilstoši tabulai:

Variants	Nitrātu slāpeklis	Amonija slāpeklis	Starpības
1	nav	ir	(3.1.1.)-(3.4.)
2	ir	ir	(3.2.)-(3.4.)

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Kālija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.2. Dzelzs, analīzes kvalitātes, reducēta ar ūdeņradi (norādītajam dzelzs daudzumam jāreducē vismaz 50 mg nitrātu slāpekļa).

4.3. Kālija nitrāts, analīzes kvalitātes.

4.4. Amonija sulfāts, analīzes kvalitātes.

4.5. Urīnviela, analīzes kvalitātes.

4.6. Sērskābes šķīdums: 0,2 N.

4.7. Koncentrēts nātrija hidroksīda ūdens šķīdums, aptuveni 30 % NaOH (svars/tilpums), amoniju nesaturošs.

4.8. Nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīdums, karbonātus nesaturošs.

4.9. Sērskābe (d = 1,84).

4.10. Atšķaidīta sālsskābe 1:1 pēc tilpuma.

4.11. Etiķskābe: 96 līdz100 %.

4.12. Sērskābes šķīdums, kas satur aptuveni 30 % H_2SO_4 (svars/tilpums).

4.13. Divvērtīgās dzelzs sulfāts, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4.14 Sērskābes standartšķīdums: 0,1 N.

4.15. Oktilspirts.

4.16. Piesātināts kālija karbonāta šķīdums.

4.17. Nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N šķīdums.

4.18. Piesātināts bārija hidroksīda šķīdums.

4.19. Nātrija karbonāta šķīdums: 10 % (svars/tilpums).

4.20. Sālsskābe: 2 N.

4.21. Sālsskābes standartšķīdums: 0,1 N.

4.22. Ureāzes šķīdums.

0,5 g aktīvas ureāzes suspendē 100 ml destilētā ūdens. Ar 0,1 N sālsskābi (4.21.), mērot ar pH metru, noregulē pH = 5,4.

4.23. Ksanthidrols.

5 % šķīdums etanolā vai metanolā (4.28.) (nelietot preparātus, kuriem ir liels nešķīstošās vielas saturs). Šķīdumu tumšā vietā cieši noslēgtā pudelē var glabāt trīs mēnešus.

4.24. Katalizators.

Vara oksīds (CuO): 0,3 līdz 0,4 g uz noteikšanu vai ekvivalents vara sulfāta pentahidrāta $5H_2O$ daudzums - 0,95 līdz 1,25 g uz noteikšanu.

4.25. Viršanas granulas, mazgātas sālsskābē un izkarsētas.

4.26. Indikatoru šķīdumi.

4.26.1. Jaukts indikators.

Šķīdums A: izšķīdina 1 g metilsarkanā 37 ml 0,1 N nātrija hidroksīda šķīdumā un uzpilda ar ūdeni līdz 1 litram.

Šķīdums B: izšķīdina ūdenī 1g metilenzilo un uzpilda līdz 1 litram.

Samaisa vienu tilpumu A ar diviem tilpumiem B.

Šis indikators skābā šķīdumā ir violets, neitrālā šķīdumā pelēks un sārmainā šķīdumā zaļš. Lieto 0,5 ml (10 pilienus) indikatora šķīduma.

4.26.2. Metilsarkanā indikatora šķīdums.

Izšķīdina 0,1 g metilsarkanā 50 ml 95 % etanola. Uzpilda ar ūdeni līdz 100 ml un, ja nepieciešams, nofiltrē. Šo indikatoru (četrus vai piecus pilienus) var lietot iepriekšējā vietā.

4.27. Indikatoru papīri.

Litmusa, bromtimolzilā (vai citi, kas ir jutīgi pH intervālā no 6 līdz 8).

4.28. Etanols vai metanols: 95 % šķīdums (svars/tilpums).

5. APARATŪRA

5.1. Destilācijas aparāts.

Skat. 2.1. metodi.

5.2. Aparāts amonija slāpekļa noteikšanai (7.5.1.).

Skat. 2.6.1. metodi un 6. zīmējumu.

5.3. Aparāts urīnvielas slāpekļa noteikšanai ar ureāzes metodi (7.6.1.).

Skat. 2.6.1. metodi un 7. zīmējumu.

5.4. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

5.5. pH metrs.

5.6. Stikla priekšmeti:

— 2, 5, 10, 25, 50 un 100 ml pipetes,

— 300 un 500 ml Kjeldāla kolbas ar garu kaklu,

— 100, 250, 500 un 1 000 ml mērkolbas,

— filtrtīģeļi ar poru diametru 5 līdz 15 µ,

— piestiņa.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. METODES

7.1. **Šķīduma sagatavošana analīzei**

Ar precizitāti līdz 1 mg nosver 10 g parauga un pārnes 500 ml mērkolbā. Pielej 50 ml ūdens un pēc tam 20 ml atšķaidītas sālsskābes (4.10.). Sakrata. Atstāj mierā, līdz beidzas CO_2 izdalīšanās. Pielej 400 ml ūdens, krata vienu stundu; uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, homogenizē, nofiltrē caur sausu filtru sausā traukā.

7.2. **Kopējais slāpeklis**

7.2.1. *Ja klāt nav nitrātu*

300 ml Kjeldāla kolbā ar pipeti ielej filtrāta (7.1.) daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.9.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.) un dažas stikla pērlītes, lai regulētu vārīšanos. Vispirms silda mēreni, lai reakcija sāktos, pēc tam stiprāk, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un nepārprotami parādās balti dūmi. Pēc atdzišanas šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida ar ūdeni aptuveni līdz 500 ml un pieliek dažas pumeka akmens viršanas granulas (4.25.). Kolbu pievieno destilācijas aparātam (5.1.) un veic noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.2.2. *Nitrātu klātienē*

500 ml Erlenmeijera kolbā ar pipeti ielej filtrāta (7.1.) daļu, kas satur ne vairāk par 40 mg nitrātu slāpekļa. Šajā analīzes posmā kopējais slāpekļa saturs nav svarīgs. Pieliek 10 ml 30 % sērskābes (4.12.), 5 g reducētās dzelzs (4.2.) un Erlenmeijera kolbu tūlīt apsedz ar pulksteņstiklu. Uzmanīgi silda, līdz reakcija rit spēcīgi, bet ne vētraini. Pārtrauc sildīt un atstāj vismaz uz trim stundām istabas temperatūrā. Šķidrumu kvantitatīvi pārnes 250 ml mērkolbā, neņemot vērā neizšķīdušo dzelzi. Ar ūdeni uzpilda līdz zīmei. Rūpīgi samaisa. Ar pipeti pārnes 300 ml Kjeldāla kolbā daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg slāpekļa. Pievieno 15 ml koncentrētas sērskābes (4.9.), 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.) un dažas stikla pērlītes, lai kontrolētu vārīšanos. Vispirms silda mēreni, lai reakcija sāktos, pēc tam stiprāk, līdz šķidrums kļūst bezkrāsains vai viegli zaļgans un nepārprotami parādās balti dūmi. Pēc atdzišanas, šķīdumu kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā, atšķaida ar ūdeni aptuveni līdz 500 ml un pieliek dažas pumeka akmens viršanas granulas (4.25.). Kolbu pievieno destilācijas aparātam (5.1.) un veic noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.2.3. *Tukšais mēģinājums*

Tukšo mēģinājumu izdara identiskos apstākļos un to ņem vērā, aprēķinot gala rezultātu.

7.2.4. *Rezultātu izteikšana*

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīduma (4.8.) ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas veikts, ievietojot aparāta uztvērējā 50 ml 0,2 N sērskābes šķīduma (4.6.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīduma (4.8.) ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir analīzei ņemtajā alikvotā daļā (7.2.1. vai 7.2.2.).

7.3. **Kopējais slāpeklis, izņemot nitrātu slāpekli**

7.3.1. *Analīze*

300 ml Kjeldāla kolbā ar pipeti ielej filtrāta (7.1.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 50 mg nosakāmā slāpekļa. Atšķaida līdz 100 ml ar ūdeni, pievieno 5 g divvērtīgās dzelzs sulfāta (4.13.), 20 ml koncentrētas sērskābes (4.9.), un dažas stikla pērlītes, lai kontrolētu vārīšanos. Vispirms silda mēreni, lai reakcija sāktos, pēc tam stiprāk, līdz parādās balti dūmi. Reakciju turpina 15 minūtes. Pārtrauc sildīšanu, kā katalizatoru pievieno 0,4 g vara oksīda vai 1,25 g vara sulfāta (4.24.). Atsāk sildīšanu un uztur balto dūmu veidošanos 10 līdz 15 minūtes. Pēc atdzišanas šķīdumu no Kjeldāla kolbas kvantitatīvi pārnes destilācijas kolbā (5.1.). Atšķaida ar ūdeni aptuveni līdz 500 ml un pieliek dažas pumeka akmens viršanas granulas (4.2.). Kolbu pievieno destilācijas aparātam un veic noteikšanu, kā aprakstīts 2.6.1. metodes 7.1.1.2. punktā.

7.3.2. *Tukšais mēģinājums*

Skat. 7.2.3.

7.3.3. *Rezultātu izteikšana*

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N šķīduma (4.8.) ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas veikts, ievietojot aparāta uztvērējā (4.8.) 50 ml 0,2 N sērskābes standartšķīduma (4.6.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,2 N standartšķīduma (4.8.) ml, kas izlietoti analīzē;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.4. **Nitrātu slāpeklis**

Izrēķina kā starpību starp:

7.2.4.-(7.5.3.+7.6.3.),

vai

7.2.4.-(7.5.3.+7.6.5.),

vai

7.2.4.-(7.5.3.+7.6.6.).

7.5. **Amonija slāpeklis**

7.5.1. *Analīze*

Ar precīzijas pipeti pārnes aparāta (5.2.) sausā kolbā filtrāta (7.1.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg amonija slāpekļa. Pēc tam samontē aparātu. Ar pipeti 300 ml Erlenmeijera kolbā ielej precīzi 50 ml 0,1 N sērskābes standartšķīduma (4.14.) un pielej tik daudz ūdens, lai šķidruma līmenis būtu aptuveni 5 cm virs izvadcaurules gala. Caur reakcijas trauka sānu kaklu ielej destilētu ūdeni, lai tilpums būtu aptuveni 50 ml. Saskalo. Lai gaisa caurpūšanas laikā izvairītos no putošanās, piepilina dažus pilienus oktilspirta (4.15.). Pielej 50 ml piesātināta kālija karbonāta šķīduma (4.16.) un tūlīt sāk tā atbrīvotā amonjaka izvadīšanu no aukstās suspensijas. Šim nolūkam vajadzīgo intensīvo gaisa plūsmu (plūsmas ātrums ir aptuveni trīs litri minūtē) iepriekš tīra, laižot caur skalotnēm, kas satur atšķaidītu sērskābi un atšķaidītu nātrija hidroksīdu. Saspiestā gaisa vietā ir iespējams strādāt arī vakuumā (ūdens strūklas sūknis), pie noteikuma, ka aparāta savienojumi ir hermētiski.

Amonjaka izdalīšanās parasti beidzas pēc trim stundām.

Tomēr ir pareizi to pārbaudīt, nomainot uztvērēja Erlenmeijera kolbu. Kad operācija ir pabeigta, Erlenmeijera kolbu atdala no aparāta, ar nedaudz ūdens noskalo izejas caurules galu un uztvērēja Erlenmeijera kolbas sienas. Skābes pārākumu attitrē ar nātrija hidroksīda 0,1 N standartšķīdumu (4.17.).

7.5.2. *Tukšais mēģinājums*

Skat 7.2.3.

7.5.3. *Rezultātu izteikšana*

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

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma (4.17.) ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā, kas izdarīts ar pipeti ienesot aparāta (5.2.) Erlenmeijera kolbā 50 ml 0,1 N sērskābes standartšķīduma (4.14.);

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma (4.17.) ml, kas izlietoti analīzē;

M = parauga svars gramos, kas ir analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.6. **Urīnvielas slāpeklis**

7.6.1. *Ureāzes metode*

Ar pipeti uz 500 ml mērkolbu pārnes filtrāta (7.1.) daļu, kas satur ne vairāk par 250 mg urīnvielas slāpekļa. Lai izgulsnētu fosfātus, pielej atbilstošu daudzumu piesātināta bārija hidroksīda šķīduma (4.18.), līdz turpmāka tā pielikšana vairs nerada nogulsnes. Bārija jonu pārākumu (un šķīdumā esošos kalcija jonus) izgulsnē ar10 % kālija karbonāta šķīdumu (4.19.).Ļauj nogulsnēties un pārbauda, vai izgulsnēšanās ir notikusi pilnīgi. Uzpilda līdz zīmei, samaisa un nofiltrē caur kroku filtru. Ar pipeti 50 ml filtrāta pārnes aparāta (5.3.) 300 ml Erlenmeijera kolbā. Paskābina ar 2 N sālsskābi (4.20.) līdz pH 3 (mērot ar pH metru). Pēc tam ar 0,1 N nātrija hidroksīdu (4.17.) paceļ pH līdz 5,4. Lai, hidrolizējot ar ureāzi, izvairītos no amonjaka zudumiem, Erlenmeijera kolbu noslēdz ar korķi, kam ir pilināmā piltuve un mazs aizsargslēgs, kurā ir precīzi 2 ml 0,1 N sālsskābes standartšķīduma (4.21.). No pilināmās piltuves ievada 20 ml ureāzes šķīduma (4.22.) un atstāj uz vienu stundu pie 20 līdz 25 °C. Pēc tam ar pipeti pilināmajā piltuvē ievada 25 ml 0,1 N sālsskābes standartšķīduma (4.2.), ielaiž to caur piltuvi šķīdumā un piltuves sienas apskalo ar nedaudz ūdens. Tādā pašā veidā kvantitatīvi pārnes Erlenmeijera kolbā aizsargslēga saturu. Skābes pārākumu attitrē ar 0,1 N nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.17.) līdz pH 5,4 (mērot ar pH metru).

Piezīmes

1. Pēc izgulsnēšanas ar bārija hidroksīda un kālija karbonāta šķīdumiem iespējami ātri uzpilda līdz zīmei, nofiltrē un neitralizē.

2. Titrēšanu var izdarīt arī indikatora (4.26.) klātienē, bet gala punktu tā ir grūtāk konstatēt.

7.6.2. *Tukšais mēģinājums*

Skat. 7.2.3.

7.6.3. *Rezultātu izteikšana*

$$\%\ \mathrm{N}\left(\begin{matrix}\text{È}\\ \text{urŸnvielas}\end{matrix}\right) = \frac{(a - A) \times 0{,}14}{M}$$

kur:

a = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma (4.17.) ml, kas izlietoti tukšajā mēģinājumā precīzi tādos pašos apstākļos kā veicot analīzi;

A = nātrija vai kālija hidroksīda 0,1 N standartšķīduma (4.17.) ml, kas izlietoti analīzē'

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir klāt analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

7.6.4. *Gravimetriskā metode ar ksanthidrolu*

Ar pipeti 100 ml vārglāzē pārnes filtrāta (7.1.) alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 20 mg urīnvielas. Pielej 40 ml etiķskābes (4.11.). Ar stikla spieķīti maisa vienu minūti. Atstāj nogulsnēties uz 5 minūtēm. Filtrē, mazgā ar dažiem mililitriem etiķskābes (4.11.), pēc tam pa pilienam pievieno 10 ml ksanthidrola (4.23.), visu laiku maisot ar stikla spieķīti. Atstāj, līdz parādās nogulsnes, tad maisa atkal vienu vai divas minūtes. Atstāj mierā pusotru stundu. Nofiltrē caur iepriekš izžāvētu un nosvērtu stikla filtrtīģeli pie nedaudz samazināta spiediena; trīs reizes mazgā ar 5 ml etanola (4.28.), nemēģinot atbrīvoties no visas etiķskābes. Ievieto žāvējamā skapī un 1 stundu tur 130 °C temperatūrā (neļaut pacelties temperatūrai virs 145 °C). Eksikatorā ļauj atdzist un nosver.

7.6.5. *Rezultātu izteikšana*

$$\%\ \mathrm{N}\ (\textit{urînvielas}) = \frac{6{,}67 \times m}{M}$$

kur:

m = iegūto nogulšņu svars gramos;

M = analizējamā parauga svars gramos, kas ir analīzei ņemtajā alikvotā daļā.

Ieved tukšā mēģinājuma korekciju. Biuretu parasti bez lielas kļūdas var analizēt kopā ar urīnvielu, jo tā saturs kompleksajos mēslošanas līdzekļos pēc absolūtās vērtības ir mazs.

7.6.6. *Aprēķināšanas metode pēc starpības*

Urīnvielas slāpekli var aprēķināt arī atbilstoši sekojošai tabulai:

Variants	Nitrātu N	Amonija N	Urīnvielas N
1	nav	ir	(7.2.4.)-(7.5.3.)
2	ir	ir	(7.3.3.)-(7.5.3.)

8. REZULTĀTU PĀRBAUDE

Ar standartšķīdumu, kas satur dažādu formu slāpekli proporcijās, kas ir tuvas analizējamā parauga proporcijām, pirms katras analīzes pārbauda, vai aparāts pareizi darbojas un vai izmanto pareizo metodiku. Šo standartšķīdumu gatavo no kālija nitrāta (4.3.), amonija sulfāta (4.4.) un urīnvielas (4.5.) titrētiem šķīdumiem.

3. metode

FOSFORS

3.1. metode

EKSTRAHĒŠANA

3.1.1. metode

FOSFORA EKSTRAHĒŠANA AR MINERĀLSKĀBĒM

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta minerālskābēs šķīstoša fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Metode pielietojama tikai fosfātu mēslošanas līdzekļiem, kas ir minēti direktīvas 76/116/EEK I pielikumā.

3. PRINCIPS

Mēslošanas līdzekļa fosfora ekstrahēšana ar slāpekļskābes un sērskābes maisījumu.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Sērskābe (d_{20} = 1,84).

4.2. Slāpekļskābe (d_{20} = 1,40).

5. IEKĀRTA

Laboratorijas standartiekārta.

5.1. Vismaz 500 ml Kjeldāla kolba vai 250 ml apaļdibena kolba ar stikla cauruli, kas veido atteces dzesinātāju.

5.2. 500 ml mērkolba.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 2,5 g sagatavota parauga un ievieto to sausā Kjeldāla kolbā.

7.2. **Ekstrahēšana**

Pielej 15 ml ūdens un maisa, lai viela suspendētos. Pielej 20 ml slāpekļskābes (4.2.) un uzmanīgi pievieno 30 ml sērskābes (4.1.).

Kad sākotnēji straujā reakcija ir aprimusi, kolbas saturu lēni uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai un 30 minūtes vāra. Ļauj atdzist un pēc tam maisot uzmanīgi pievieno aptuveni 150 ml ūdens. Turpina vārīt 15 minūtes.

Pilnīgi atdzesē un kvantitatīvi pārnes šķidrumu 500 ml mērkolbā. Uzpilda līdz zīmei, samaisa un filtrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, pirmo filtrāta porciju izmetot.

7.3. **Noteikšana**

Tā iegūtā šķīduma alikvotai daļai fosfora noteikšanu veic pēc 3.2. metodes.

3.1.2. metode

2% SKUDRSKĀBĒ (20 g litrā) ŠĶĪSTOŠA FOSFORA EKSTRAHĒŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta 2 % skudrskābē (20 g litrā) šķīstoša fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Tikai mīkstie dabīgie fosfāti.

3. PRINCIPS

Lai atšķirtu cietos dabīgos fosfātus no mīkstiem dabīgiem fosfātiem, skudrskābē šķīstošo fosforu ekstrahē specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

4.1. Skudrskābe, 2 % (20 g litrā).

Piezīme

82 ml skudrskābes (koncentrācija 98 līdz 100 %; d_{20} = 1,22) uzpilda ar destilētu ūdeni līdz 5 litriem.

5. APARATŪRA

Laboratorijas standartiekārta.

5.1. 500 ml mērkolba (piem., Stomana).

5.2. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 5 g sagatavotā parauga un ievieto to sausā 500 ml Stomana mērkolbā (5.1.) ar platu kaklu.

7.2. **Ekstrahēšana**

Visu laiku ar roku rotējot kolbu, pie 20 ± 1 °C (4.1.) pievieno skudrskābi, līdz tā ir apmēram 1 cm zem zīmes. Uzpilda līdz zīmei. Aizkorķē kolbu ar gumijas korķi un 30 minūtes krata ar rotācijas kratītāju (5.2.) pie 20 ± 2 °C.

Šķīdumu nofiltrē caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, sausā stikla traukā. Pirmo filtrāta porciju izmet.

7.3. **Noteikšana**

Fosforu nosaka pilnīgi dzidra filtrāta alikvotā daļā pēc 3.2. metodes.

3.1.3. metode

2% CITRONSKĀBĒ (20 g litrā) ŠĶĪSTOŠA FOSFORA EKSTRAHĒŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā aprakstīta 2 % citronskābē (20 g litrā) šķīstoša fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Pielietojama tikai dažādu veidu tomasmiltiem (skat. šīs direktīvas I A pielikumu).

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana no mēslošanas līdzekļa ar 2 % citronskābi (20 g litrā) specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. 2 % citronskābes šķīdums (20 g litrā), kas pagatavots no kristalizētas citronskābes ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$).

Piezīme

Šī citronskābes šķīduma koncentrāciju pārbauda, titrējot tā 10 ml ar nātrija hidroksīda 0,1 N standartšķīdumu, par indikatoru lietojot fenolftaleīnu.

Ja šķīduma koncentrācija ir pareiza, tiek izlietoti 28,55 ml standartšķīduma.

5. APARATŪRA

5.1. Rotācijas kratītājs (35 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Analīzi izdara produktam tūlīt pēc saņemšanas pēc rūpīgas samaisīšanas, lai nodrošinātu, ka paraugs ir viendabīgs. Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 mg nosver 5 g sagatavotā parauga un ievieto to sausā 600 ml kolbā ar pietiekami platu kaklu, lai šķidrumu varētu rūpīgi kratīt.

7.2. **Ekstrahēšana**

20 ± 1 °C temperatūrā pielej 500 ± 1 ml citronskābes šķīduma. Lejot reaģenta pirmos mililitrus, enerģiski krata ar roku, lai neveidotos piciņas un lai viela neliptu pie kolbas sāniem. Kolbu aizkorķē ar gumijas korķi un krata ar rotācijas kratītāju (5.1.) tieši 30 minūtes pie 20 ± 2 °C.

Caur fosfātus nesaturošu sausu kroku filtru nekavējoši filtrē sausā traukā un pirmos 20 ml filtrāta izmet. Turpina filtrēt, līdz iegūst fosfora noteikšanai pietiekams filtrāta daudzumus.

7.3. **Noteikšana**

Ekstrahētā fosfora noteikšanu tā iegūtā šķīduma alikvotai daļai veic pēc 3.2. metodes.

3.1.4. metode

NEITRĀLĀ AMONIJA CITRĀTĀ ŠĶĪSTOŠA FOSFORA EKSTRAHĒŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta neitrālā amonija citrātā šķīstoša fosfora noteikšanas metode.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visi mēslošanas līdzekļi, kuriem ir konstatētā šķīdība neitrālā amonija citrātā (skat. Direktīvas 76/116/EEK I pielikumu).

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana 65 °C temperatūrā ar neitrālu amonija citrāta šķīdumu (pH 7) specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Neitrāls amonija citrāta šķīdums (pH 7).

Šim šķīdumam vienā litrā jāsatur 185 g kristalizētas citronskābes, tā blīvumam jābūt 1,09 pie 20 °C un pH vērtībai jābūt 7.

Reaģentu sagatavo sekojoši:

370 g kristāliskas citronskābes ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) izšķīdina apmēram 1,5 l ūdens un šķīdumu aptuveni neitralizē, pielejot 345 ml amonija hidroksīda šķīduma (28 līdz 29 % NH_3). Ja NH_3 koncentrācija ir zemāka par 28 %, pieliek atbilstoši lielāku amonija hidroksīda šķīduma daudzumu un citronskābi atšķaida attiecīgi mazākā ūdens daudzumā.

Atdzesē un precīzi neitralizē, turot pH metra elektrodus iegremdētus šķīdumā. Pa pilienam pieliek amonija hidroksīdu (28 līdz 29 % NH_3.), visu laiku maisot ar mehānisko maisītāju, līdz iegūst precīzi pH 7 pie 20 °C. Šajā punktā uzpilda tilpumu līdz diviem litriem un vēlreiz pārbauda pH. Reaģentu glabā noslēgtā traukā un regulāri pārbauda pH.

5. APARATŪRA

5.1. Divu litru glāze.

5.2. pH metrs.

5.3. 200 vai 250 ml Erlenmeijera kolba.

5.4. 500 ml mērkolbas un 2 000 ml mērkolba.

5.5. Ūdens vanna, kuru var termostatēt pie 65 °C, apgādāta ar piemērotu maisītāju (skat. 8. zīmējumu).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

1 vai 3 g analizējamā mēslošanas līdzekļa (skat. direktīvas I A un B pielikumu) pārnes 200 vai 250 ml Erlenmeijera kolbā, kurā ir 100 ml amonija citrāta šķīduma, kas iepriekš sasildīts līdz 65 °C.

7.2. **Šķīduma analīze**

Erlenmeijera kolbu aizkorķē un krata, lai suspendētu mēslošanas līdzekli, neveidojot piciņas. Uz mirkli izņem korķi, lai izlīdzinātu spiedienu, vēlreiz aizkorķē kolbu. Kolbu ievieto ūdens vannā, kas tiek termostatēta pie precīzi 65 °C, un pievieno kratītājam (skat. 8. zīmējumu). Kratīšanas laikā suspensijas līmenim kolbā visu laiku jāatrodas zem ūdens līmeņa ūdens vannā [1]. Mehānisko kratīšanu noregulē tā, lai nodrošinātu nogulšņu pilnīgu atrašanos suspendētā stāvoklī.

Krata precīzi vienu stundu, pēc tam izņem Erlenmeijera kolbas no ūdens vannas.

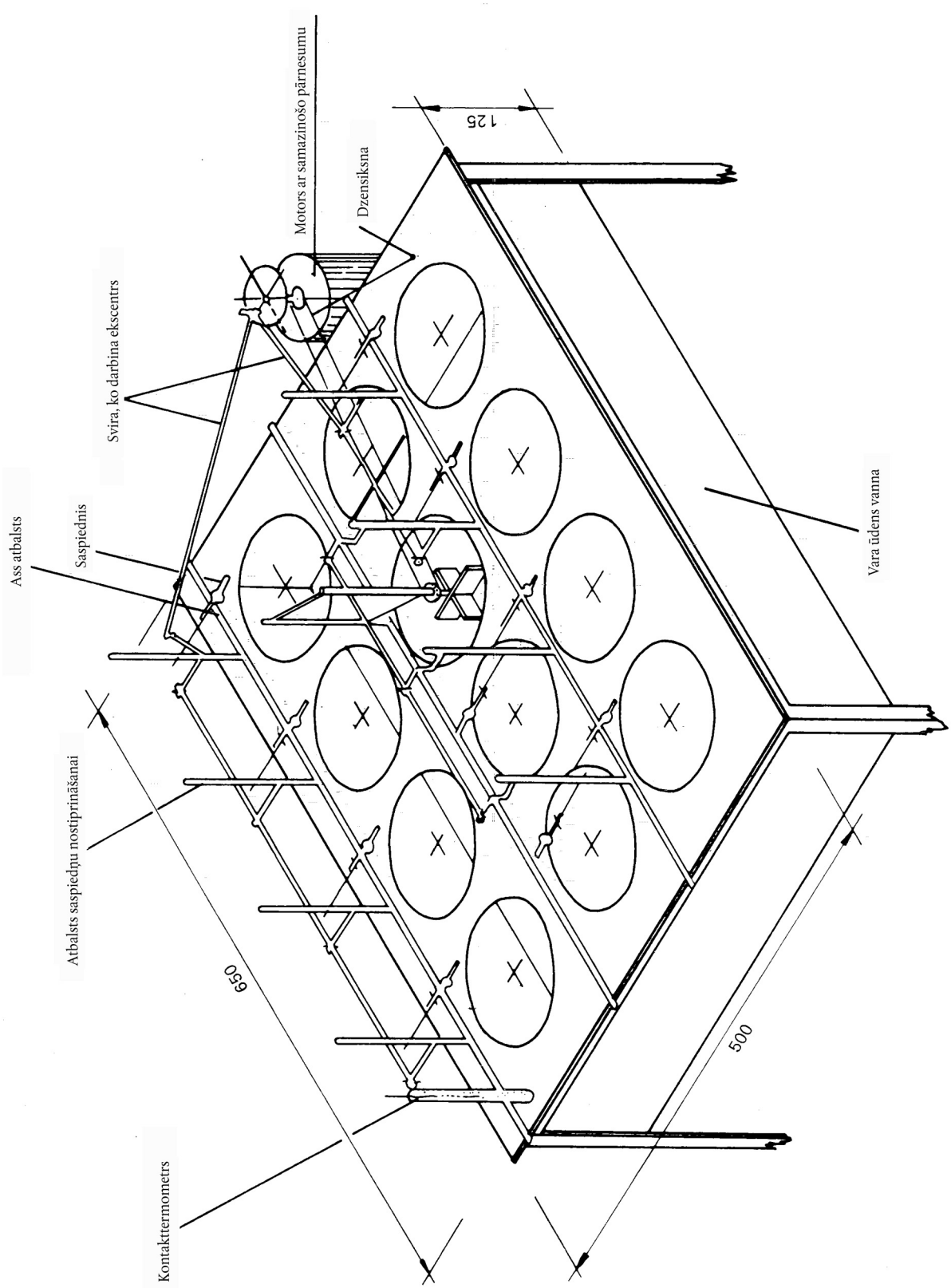
Tekošā ūdenī tūlīt atdzesē līdz istabas temperatūrai un saturu nekavējoši ar ūdens strūkliņas palīdzību (ar strūkleni) pārnes no Erlenmeijera kolbas 500 ml mērkolbā. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Rūpīgi samaisa. Caur sausu kroku filtru (vidēja blīvuma, fosfātus nesaturošs) filtrē sausā traukā, izmet pirmo filtrāta daļu (apmēram 50 ml).

Pēc tam ievāc apmēram 100 ml dzidra filtrāta.

7.3. **Noteikšana**

Tā iegūtajā šķīdumā fosforu nosaka pēc 3.2. metodes.

[1] Ja nav pieejams mehāniskais kratītājs, kolbu var kratīt ar roku ik pa piecām minūtēm.


Motors ar samazinošo pārnesumu
Dzensiksna
125
Svira, ko darbina ekscentrs
Ass atbalsts
Saspiednis
Vara ūdens vanna
Atbalsts saspiedņu nostiprināšanai
650
500
Kontakttermometrs

8. zīmējums

3.1.5. metode

EKSTRAHĒŠANA AR BĀZISKU AMONIJA CITRĀTU

3.1.5.1. metode

Šķīstošā fosfora noteikšana pēc Petermana metodes pie 65 °C

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta bāziskā amonija citrātā šķīstoša fosfora noteikšanas metode.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Tikai izgulsnētam kalcija hidrogenfosfāta dihidrātam ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$).

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana 65 °C temperatūrā ar bāzisku amonija citrāta šķīdumu (Petermana šķīdums) specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

Destilēts ūdens vai demineralizēts ūdens, kam ir tie paši raksturlielumi kā destilētam ūdenim.

4.1. Petermana šķīdums.

4.2. Raksturojums

Citronskābe ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$): 173 g litrā.

Amonjaka šķīdums: 42 g litrā amonija slāpekļa.

pH starp 9,4 un 9,7.

Pagatavošana no diamonija citrāta

Piecu litru mērkolbā aptuveni 3 500 ml destilēta ūdens izšķīdina 931 g diamonija citrāta (molekulmasa = 226,19). Ieliek vannā ar tekošu ūdeni, samaisa, atdzesē un mazās devās pieliek amonjaka šķīdumu. Piemēram, ja jāsasniedz d_4^{20}= 0,906, kas atbilst 20,81 svara % amonija slāpekļa, tad jāizlieto 502 ml amonjaka šķīduma. Šķīdumu pie temperatūras 20 °C uzpilda ar destilētu ūdeni līdz zīmei. Samaisa.

Pagatavošana no citronskābes un amonjaka šķīduma

Piecu litru traukā aptuveni 2 500 mililitros destilēta ūdens izšķīdina 865 g citronskābes monohidrāta. Trauku ieliek ledus vannā un, visu laiku kratot, mazās devās pieliek amonjaka šķīdumu no piltuves, kuras kāts ir iegremdēts citronskābes šķīdumā. Piemēram, ja jāsasniedz d_4^{20}= 0,906, kas atbilst 20,81 svara % amonija slāpekļa, tad jāizlieto 1 114 ml amonjaka šķīduma. Šķīdumu pārnes 5 litru mērkolbā un pie šķīduma temperatūras 20 °C uzpilda ar destilētu ūdeni līdz zīmei. Samaisa.

Amonija slāpekļa saturu pārbauda sekojoši

Pārnes 25 ml šķīduma 250 ml mērkolbā un ar destilētu ūdeni uzpilda līdz zīmei. Samaisa. Ar 2.1. metodi nosaka amonija slāpekļa saturu 25 ml šī šķīduma. Ja šķīdums ir pareizās koncentrācijas, ir jāizlieto 15 ml 0,5 N H_2SO_4.

Ja amonija slāpeklis ir vairāk par 42 g litrā, no NH_3 var atbrīvoties, izspiežot ar inertas gāzes plūsmu vai viegli pasildot, lai atgrieztos pie pH 9,7. Izdara otru noteikšanu.

Ja amonija slāpeklis ir mazāk par 42 g litrā, ir jāpieliek amonjaka šķīdums pēc svara:

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

vai pēc tilpuma: $V = \frac{M}{0{,}906}$ pie 20 °C.

Ja V ir mazāks par 25 ml, to pielej tieši piecu litru kolbā, kopā ar citronskābes pulveri, kura svars ir V × 0,173 g.

Ja V ir lielāks par 25 ml, ērtāk ir pagatavot 1 litru jauna reaģenta sekojoši.

Nosver 173 g citronskābes. Izšķīdina to 500 ml ūdens un, ievērojot norādīto piesardzību, pielej ne vairāk par 225+V × 1 206 ml amonjaka šķīduma, kas tika lietots, lai pagatavotu 5 litrus reaģenta. Uzpilda ar ūdeni līdz zīmei. Samaisa.

Šo litru šķīduma samaisa ar iepriekš pagatavotajiem 4 975 ml.

5. APARATŪRA

5.1. Ūdens vanna, ko var termostatēt pie 65 ± 1 °C.

5.2. 500 ml mērkolba (piem., Stomana).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 1 g sagatavotā parauga un to pārnes 500 ml mērkolbā (5.2.).

7.2. **Ekstrahēšana**

Pielej 200 ml bāziskā amonija citrāta šķīduma (4.1.). Aizkorķē kolbu un enerģiski krata ar roku, lai izvairītos no piciņu veidošanās un novērstu vielas pielipšanu malām.

Kolbu ieliek ūdens vannā pie 65 °C un pirmajā pusstundā ik pa piecām minūtēm pakrata. Pēc katras kratīšanas paceļ korķi, lai izlīdzinātu spiedienu. Ūdens līmenim ūdens vannā jābūt virs šķīduma līmeņa kolbā. Atstāj kolbu ūdens vannā pie 65 °C vēl stundu un pakrata ik pa desmit minūtēm. Izņem kolbu, atdzesē līdz aptuveni 20 °C, uzpilda ar ūdeni līdz 500 ml zīmei. Samaisa un caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, filtrē sausā traukā un izmet pirmo filtrāta daļu.

7.3. **Noteikšana**

Ekstrahētā fosfora noteikšanu izdara tā iegūtā šķīduma alikvotai daļai ar 3.2. metodi.

3.1.5.2. metode

Šķīstošā fosfora ekstrahēšana ar Petermana metodi istabas temperatūrā

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta aukstā bāziskā amonija citrātā šķīstoša fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Tikai sasmalcinātiem fosfātiem.

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana aptuveni 20 °C temperatūrā ar bāzisku amonija citrāta šķīdumu (Petermana šķīdums) specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

Skat. 3.1.5.1. metodi.

5. APARATŪRA

5.1. Laboratorijas standartiekārta un 250 ml mērkolba (piem., Stomana).

5.2. Rotācijas kratītājs (30 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 2,5 g sagatavota parauga un to ievieto 250 ml mērkolbā (5.1.).

7.2. **Ekstrahēšana**

Pielej 20 °C temperatūrā nedaudz Petermana šķīduma, ļoti stipri krata, lai neveidotos piciņas un lai viela nepieliptu kolbas sāniem. Uzpilda ar Petermana šķīdumu līdz zīmei un aizkorķē kolbu ar gumijas korķi.

Divas stunda krata ar rotācijas kratītāju (5.2.). Nekavējoties filtrē sausā traukā caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, un filtrāta pirmo porciju izmet.

7.3. **Noteikšana**

Tā iegūtā parauga alikvotā daļā fosforu nosaka ar 3.2. metodi.

3.1.5.3. metode

Žulī (*Joulie*) bāziskā amonija citrātā šķīstoša fosfora ekstrahēšana

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta Žulī bāziskā amonija citrātā šķīstoša fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visi vienkāršie un kompleksie fosfora mēslošanas līdzekļi, kuros fosfors ir kalcija alumīnija savienojuma formā.

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana enerģiski kratot ar specifisku bāzisku amonija citrāta šķīdumu aptuveni 20 °C temperatūrā (ja vajadzīgs, oksīna klātienē).

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Žulī amonija citrāta bāziskais šķīdums.

Šis šķīdums satur 400 g citronskābes un 153 g NH_3 litrā. Tā brīvā amonjaka saturs ir aptuveni 55 g litrā. To var pagatavot ar vienu no zemāk aprakstītajām metodēm.

4.1.1. Viena litra mērkolbā izšķīdina 400 g citronskābes ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) aptuveni 600 mililitros amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925, t.i., 200 g NH_3 litrā). Citronskābi pieber pakāpeniski 50 līdz 80 g lielās porcijās, uzturot temperatūru zem 50 °C. Uzpilda ar ūdeni līdz vienam litram.

4.1.2. Viena litra mērkolbā izšķīdina 432 g divaizvietotā amonija citrāta ($C_6H_{14}N_2O_7$) 300 mililitros ūdens. Pielej 440 ml amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925). Uzpilda ar ūdeni līdz vienam litram.

Piezīme

Kopējā amonija satura pārbaude.

10 ml citrāta šķīduma paraugu ielej 250 ml mērkolbā. Uzpilda ar destilētu ūdeni līdz zīmei. Amonija slāpekļa saturu nosaka 25 ml šī šķīduma pēc 2.1. metodes.

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

Šajos apstākļos reaģentu uzskata par pareizu, ja titrēšanā izlietoto mililitru skaits ir starp 17,7 un 18 ml.

Ja tā nav, pievieno 4,25 ml amonjaka šķīduma (d_{20} = 0,925) uz katru 0,1 ml, kas ir izlietots mazāk par augstāk norādītajiem 18 ml.

4.2. 8-hidroksihinolīna (oksīna) pulveris.

5. APARATŪRA

5.1. Laboratorijas standartiekārta un maza stikla vai porcelāna piestiņa ar piestalu.

5.2. 500 ml mērkolbas.

5.3. 1 000 ml mērkolba.

5.4. Rotācijas kratītājs (30 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajiem 0,0005 g nosver 1 g sagatavotā parauga un ieber nelielā piestiņā, samitrināšanai pieliek apmēram 10 pilienus citrāta (4.1.) un ar piestalu ļoti rūpīgi saberž.

7.2. **Ekstrahēšana**

Pievieno 20 ml amonija citrāta (4.1.) un sajauc pastas veidā. Atstāj apmēram uz vienu minūti.

Šķidrumu nolej 500 ml mērkolbā, atstājot daļiņas, kas varētu būt palikušas pēc iepriekšējās mitrās sasmalcināšanas. Atlikumam pielej 20 ml citrāta šķīduma (4.1.), saberž tāpat kā iepriekš un nolej šķidrumu mērkolbā. Procesu atkārto četras reizes tā, lai piektās reizes beigās visu produktu varētu ieliet mērkolbā. Šajos procesos izlietotā citrāta daudzumam jābūt aptuveni 100 ml.

Piestiņu un piestalu virs mērkolbas noskalo ar 40 ml destilēta ūdens.

Aizkorķēto mērkolbu trīs stundas krata ar rotācijas kratītāju (5.4.).

Kolbu atstāj mierā uz 15 līdz 16 stundām, tad vēlreiz krata trīs stundas tādos pašos apstākļos. Visa procesa laikā temperatūra ir 20 ± 2 °C.

Mērkolbu uzpilda ar destilētu ūdeni līdz zīmei. Nofiltrē caur sausu filtru, izmet pirmo filtrāta porciju, dzidro filtrātu savāc sausā traukā.

7.3. **Noteikšana**

Tā iegūtā šķīduma alikvotā daļā ekstrahēto fosforu nosaka ar 3.2. metodi.

8. PAPILDINĀJUMS

Oksīna lietošana padara iespējamu šīs metodes izmantošanu magniju saturošiem mēslošanas līdzekļiem. Oksīnu iesaka lietot, ja magnija un fosforskābes anhidrīda daudzuma attiecība ir lielāka par 0,03 (Mg/P_2O_5>0,03). Tādā gadījumā samitrinātam analizējamam paraugam pieliek 3 g oksīna. Ja magnija nav klāt, tomēr nav sagaidāms, ka oksīna lietošana traucētu noteikšanu. Ja ir zināms, ka magnija nav klāt, oksīnu var arī nelietot.

3.1.6. metode

ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠĀ FOSFORA NOTEIKŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta ūdenī šķīstošā fosfora noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visi fosfora mēslošanas līdzekļi, ieskaitot kombinētos mēslošanas līdzekļus, kuros jānosaka ūdenī šķīstošais fosfors.

3. PRINCIPS

Fosfora ekstrahēšana ūdenī, kratot specifiskos apstākļos.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

5. APARATŪRA

5.1. 500 ml mērkolba.

5.2. Rotācijas kratītājs (30 līdz 40 apgriezieni minūtē).

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajiem 0,001 g nosver 5 g sagatavotā parauga un ievieto 500 ml mērkolbā.

7.2. **Ekstrahēšana**

Mērkolbā ielej 450 ml ūdens, kura temperatūrai jābūt starp 20 un 25 °C.

Krata ar rotācijas kratītāju (5.2.) 30 minūtes.

Pēc tam uzpilda ar ūdeni līdz zīmei, kratot rūpīgi samaisa un caur sausu kroku filtru, kas nesatur fosfātus, nofiltrē sausā traukā.

7.3. **Noteikšana**

Tā iegūtā šķīduma alikvotā daļā ekstrahēto fosforu nosaka ar 3.2. metodi.

3.2. metode

EKSTRAHĒTĀ FOSFORA NOTEIKŠANA

(Gravimetriskā metode, izmantojot hinolīna fosformolibdātu)

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta fosfora noteikšanas procedūra pēc ekstrahēšanas no mēslošanas līdzekļiem.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Metode ir pielietojama dažādu formu fosfora noteikšanai visos fosfora mēslošanas līdzekļu ([1]) ekstraktos.

3. PRINCIPS

Pēc iespējamas hidrolīzes fosforu skābā vidē izgulsnē hinolīna fosformolibdāta veidā.

Pēc filtrēšanas un mazgāšanas nogulsnes žāvē pie 250 °C un nosver.

Augstāk minētajos apstākļos savienojumi, kas var būt šķīdumā (neorganiskās skābes un organiskās skābes, amonija joni, šķīstošie silikāti u.c.), netraucē noteikšanu, ja nogulsnēšanai lieto reaģentu, kura sastāvā ir nātrija molibdāts vai amonija molibdāts.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Koncentrēta slāpekļskābe (d_{20} = 1,40).

4.2. Reaģenta pagatavošana.

4.2.1. Nātrija molibdātu saturoša reaģenta pagatavošana.

Šķīdums A: Izšķīdina 70 g nātrija molibdāta dihidrāta 100 mililitros destilēta ūdens.

Šķīdums B: Izšķīdina 60 g citronskābes monohidrāta 100 mililitros destilēta ūdens un pievieno 85 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

Šķīdums C: Lai iegūtu šķīdumu C, maisot ielej šķīdumu A šķīdumā B.

Šķīdums D: Pie 50 ml destilēta ūdens pielej 35 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.), pēc tam 5 ml svaigi pārdestilēta hinolīna. Šo šķīdumu pievieno šķīdumam C, rūpīgi samaisa un atstāj uz nakti tumsā. Pēc tam uzpilda līdz 500 ml ar destilētu ūdeni, vēlreiz sajauc un nofiltrē caur piltuvi ar iekausētu stikla filtru (5.6.).

4.2.2. Amonija molibdātu saturoša reaģenta pagatavošana.

Šķīdums A: Viegli sildot un laiku pa laikam samaisot, izšķīdina 100 g amonija molibdāta 300 mililitros destilēta ūdens.

Šķīdums B: Izšķīdina 120 g citronskābes monohidrāta 200 mililitros destilēta ūdens un pievieno 170 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

([1]) Minerālskābēs šķīstošais fosfors, ūdenī šķīstošais fosfors, amonija citrātā šķīstošais fosfors, 2 % citronskābē šķīstošais fosfors un 2 % skudrskābē šķīstošais fosfors.

Šķīdums C: 10 ml svaigi pārdestilēta hinolīna pielej pie 70 ml koncentrētas slāpekļskābes (4.1.).

Šķīdums D: Enerģiski maisot, lēni ielej šķīdumu A šķīdumā B. Pēc rūpīgas sajaukšanas šim maisījumam pievieno šķīdumu C un uzpilda līdz 1 litram. Atstāj stāvēt uz divām dienām tumsā un nofiltrē caur piltuvi ar iekausētu stikla filtru (5.6.).

Reaģentus 4.2.1. un 4.2.2. var lietot vienādi; abi ir jāglabā tumsā noslēgtās polietilēna pudelēs.

5. APARATŪRA

5.1. Laboratorijas standartiekārta un 500 ml Erlenmeijera kolba ar platu kaklu.

5.2. 10, 25 un 50 ml pipetes.

5.3. Stikla filtrtīģeļi ar poru lielumu 5 līdz 20 µ.

5.4. Bihnera pudele.

5.5. Žāvējamais skapis, noregulēts pie 250 ± 10 °C.

5.6. Piltuve ar iekausētu stikla filtru ar poru lielumu 5 līdz 20 µ.

6. PROCEDŪRA

6.1. **Šķīduma sagatavošana**

Ar pipeti paņem mēslošanas līdzekļa ekstrakta alikvotu daļu (skat. 2. tabulu), kas satur aptuveni 0,01 g P_2O_5, un to ielej 500 ml Erlenmeijera kolbā. Pievieno 15 ml koncentrētas slāpekļskābes [1] (4.1.) un atšķaida ar ūdeni līdz aptuveni 100 ml.

2. tabula

Fosfātu šķīdumu alikvoto daļu noteikšana

% P_2O_5 mēsl. līdzeklī	% P mēsl. līdzeklī	Analīzes paraugs (g)	Atšķaidījums (līdz ml)	Paraugs (ml)	Atšķaidījums (līdz ml)	Izgulsnējamais paraugs (ml)	Hinolīna fosformolibdāta konversijas koeficients (F) % par P_2O_5	Hinolīna fosformolibdāta konversijas koeficients (F') % par P
5-10	2,2-4,4	1	500	-	-	50	32,074	13,984
		5	500	-	-	10	32,074	13,984
10-25	4,4-11,0	1	500	-	-	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+25	+11	1	500	-	-	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

[1] 21 ml, ja šķīdums, no kura ir jāizgulsnē, satur vairāk par 15 ml citrāta šķīduma (neitrāla citrāta, Petermana vai Žulī bāziskā citrāta).

6.2. **Hidrolīze**

Ja ir domājams, ka šķīdumā ir metafosfāti, pirofosfāti vai polifosfāti, sekojošā veidā izdara hidrolīzi.

Erlenmeijera kolbas saturu lēni uzsilda līdz vārīšanās temperatūrai un tur šajā temperatūrā, līdz hidrolīze ir pabeigta (parasti tam vajadzīga viena stunda). Jāņem vērā, ka, lai izvairītos no zudumiem izšļakstīšanās dēļ un no pārliekas iztvaikošanas, kuras rezultātā sākotnējais tilpums samazinās vairāk nekā divreiz, kolbai jāuzliek atteces dzesinātājs. Pēc hidrolīzes šķīdumu ar destilēto ūdeni uzpilda līdz sākotnējam tilpumam.

6.3. **Tīģeļa nosvēršana**

Filtrtīģeli (5.3.) vismaz 15 minūtes žāvē žāvējamā skapī pie 250 ± 10 °C. Atdzesē eksikatorā, pēc tam nosver.

6.4. **Izgulsnēšana**

Erlenmeijera kolbā esošo skābo šķīdumu silda, līdz tas sāk vārīties, tad sāk hinolīna fosformolibdāta izgulsnēšanu, pa pilienam pieliekot 40 ml izgulsnēšanas reaģenta (4.2.1. vai 4.2.2.) ([1]), visu laiku maisot. Ievieto Erlenmeijera kolbu tvaika vannā, atstāj tur uz 15 minūtēm, laiku pa laikam sakratot. Šķīdumu var filtrēt tūlīt vai pēc atdzišanas.

6.5. **Filtrēšana un mazgāšana**

Šķīdumu filtrē vakuumā dekantējot. Nogulsnes Erlenmeijera kolbā mazgā ar 30 ml ūdens. Nolej un nofiltrē šķīdumu. Šo procesu atkārto piecas reizes. Nogulšņu atlikumu kvantitatīvi pārnes filtrtīģelī, skalojot ar ūdeni. Četras reizes mazgā ar 20 ml ūdens, katru reizi pirms ūdens papildināšanas ļaujot šķidrumam iztecēt no tīģeļa. Rūpīgi nožāvē nogulsnes.

6.6. **Žāvēšana un svēršana**

Filtrtīģeļa ārpusi noslauka ar filtrpapīru. Ievieto tīģeli žāvējamā skapī un atstāj tur pie 250 °C (5.5.) līdz nemainīgam svaram (parasti 15 minūtes); ļauj atdzist eksikatorā līdz istabas temperatūrai un ātri nosver.

6.7. **Tukšais mēģinājums**

Katrai noteikšanu sērijai izdara tukšo mēģinājumu, lietojot vienīgi reaģentus un šķīdinātājus proporcijās, kādas lieto ekstrakcijā (citrāta šķīdumu utt.), un ņem tukšo mēģinājumu vērā gala rezultāta aprēķinā.

6.8. **Pārbaude**

Noteikšanu izdara, izmantojot kālija dihidrogenfosfāta šķīdumu, kas satur 0,01 g P_2O_5.

([1]) Lai izgulsnētu no fosfātu šķīdumiem, kas satur vairāk nekā 15 ml citrāta šķīduma (neitrāla, Petermana vai Žulī šķīduma), kas ir ticis paskābināts ar 21 ml koncentrētas slāpekļskābes (skat. zemsvītras piezīmi pie 6.1.), lieto 80 ml izgulsnēšanas reaģenta.

7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Ja ir lietoti 2. tabulā dotie paraugi analīzēm un atšķaidījumi, ir izmantojama sekojošā formula:

% P mēslošanas līdzeklī = (A-a) × F'

vai

% P_2O_5 mēslošanas līdzeklī = (A-a) × F

kur:

A = hinolīna fosformolibdāta svars gramos;

a = hinolīna fosformolibdāta svars gramos, kas iegūts tukšajā mēģinājumā;

F un F' = koeficienti, kas doti 2. tabulas divās pēdējās ailēs.

Analizējamiem paraugiem un atšķaidījumiem, kas atšķiras no 2. tabulā dotajiem, ir izmantojama sekojošā formula:

$$\% \text{ P mēslošanas līdzeklī} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

vai

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

kur:

f un *f'* = hinolīna fosformolibdāta konversijas koeficienti pārrēķināšanai par P_2O_5=0,032074 (*f*) vai par P=0,013984 (*f'*);

D = atšķaidīšanas koeficients;

M = analizētā parauga svars gramos.

4. metode

KĀLIJS

4.1. metode

ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠĀ KĀLIJA NOTEIKŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta ūdenī šķīstošā kālija noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visi Direktīvas 76/116/EEK I pielikuma sarakstā esošie kālija mēslošanas līdzekļi.

3. PRINCIPS

Analizējamā paraugā esošo kāliju izšķīdina ūdenī. Pēc vielu, kas var traucēt kvantitatīvu noteikšanu, aizvadīšanas vai saistīšanas kāliju izgulsnē viegli bāziskā vidē kālija tetrafenīlborāta veidā.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Formaldehīds.

Dzidrs formaldehīda šķīdums, 25 līdz 35 %.

4.2. Kālija hlorīds, analīzes kvalitātes.

4.3. 10 N nātrija hidroksīda šķīdums.

Jāpievērš vērība, lai tiktu lietots tikai kāliju nesaturošs nātrija hidroksīda šķīdums.

4.4. Indikatora šķīdums.

0,5 g fenolftaleīna izšķīdina 90 % etanolā un uzpilda līdz 100 ml.

4.5. *EDTA* šķīdums.

Izšķīdina 4 g etilendiamīna tetraetiķskābes dihidrogendinātrija sāļa ūdenī 100 ml mērkolbā. Uzpilda līdz zīmei un samaisa.

Šo reaģentu glabā plastmasas traukā.

4.6. *STPB* šķīdums

Izšķīdina 32,5 g nātrija tetrafenilborāta 480 ml ūdens un pieliek 2 ml nātrija hidroksīda šķīduma (4.3.) un 20 ml magnija hlorīda šķīduma (100 g $MgCl_2$:$6H_2O$ litrā).

Maisa 15 minūtes un nofiltrē caur smalko bezpelnu filtru.

Šo reaģentu glabā plastmasas traukā.

4.7. Šķidrums mazgāšanai.

20 ml *STPB* šķīduma (4.6.) atšķaida ar ūdeni līdz 1 000 ml.

4.8. Bromūdens.

Piesātināts broma šķīdums ūdenī.

5. APARATŪRA

5.1. 1 000 ml mērkolbas.

5.2. 250 ml vārglāze.

5.3. Stikla filtrtīģeļi ar poru lielumu 5 līdz 20 µ.

5.4. Žāvējamais skapis, noregulēts pie 120 ± 10 °C.

5.5. Eksikators.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

Kālija sāļu gadījumā paraugs ir jāsaberž pietiekami smalki, lai analīzei iegūtu pārstāvošu paraugu. Ar šiem produktiem jārīkojas atbilstoši 1. metodes 6. punkta a) apakšpunktam.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

Ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver 10 g sagatavotā parauga (5 g kālija sāļiem, kas satur vairāk par 50 % kālija oksīda). Ievieto paraugu 600 ml vārglāzē ar aptuveni 400 ml ūdens.

Uzsilda līdz viršanai un vāra 30 minūtes. Atdzesē, kvantitatīvi pārnes 1 000 ml mērkolbā, uzpilda līdz zīmei, samaisa un nofiltrē sausā traukā. Izmet pirmos 50 ml filtrāta (skat.7.6. piezīmi par procedūru).

7.2. **Alikvotas daļas sagatavošana izgulsnēšanai**

250 ml vārglāzē ar pipeti pārnes filtrāta alikvotu daļu, kas satur 25 līdz 50 mg kālija (skat. 3. tabulu). Ja vajadzīgs, papildina ar ūdeni līdz 50 ml.

Lai atbrīvotos no traucētājiem, pievieno 10 ml *EDTA* šķīduma (4.5.), dažus pilienus fenolftaleīna šķīduma (4.4.) un maisot pa pilienam piepilina nātrija hidroksīda šķīdumu (4.3.), līdz fenolftaleīns kļūst sarkans, pēc tam beidzot pievieno vēl dažus pilienus nātrija hidroksīda, lai nodrošinātu tā pārākumu (parasti 1 ml nātrija hidroksīda ir pietiekami, lai neitralizētu paraugu un nodrošinātu pārākumu).

Lai izdalītos lielākā daļa amonjaka (skat.7.6. punkta b) piezīmi attiecībā uz procedūru) viegli silda 15 minūtes.

Ja vajadzīgs, pielej ūdeni, lai tilpums būtu aptuveni 60 ml.

Šķīdumu uzvāra, noņem vārglāzi no sildītāja un pielej 10 ml formaldehīda (4.1.). Pievieno dažus pilienus fenolftaleīna un, ja nepieciešams, vēl nedaudz nātrija hidroksīda, līdz parādās izteikti sarkana krāsa. Apklāj glāzi ar pulksteņstiklu un novieto to uz tvaika vannas uz 15 minūtēm.

7.3. **Tīģeļa svēršana**

Filtrtīģeli (skat. 5. punktu "Aparatūra") žāvējamā skapī (5.4.) pie 120 °C žāvē līdz konstantam svaram (aptuveni 15 minūtes).

Tīģelim ļauj eksikatorā atdzist, pēc tam nosver.

7.4. **Izgulsnēšana**

Noņem vārglāzi no tvaika vannas, maisot pa pilienam pieliek 10 ml *STPB* šķīduma (4.6.). Piepilināšanai vajadzīgas apmēram divas minūtes. Pirms filtrēšanas pagaida vismaz 10 minūtes.

7.5. **Filtrēšana un mazgāšana**

Filtrē nosvērtā filtrtīģelī vakuumā, vārglāzi izskalo ar šķīdumu mazgāšanai (4.7.), nogulsnes trīs reizes mazgā ar šķīdumu mazgāšanai (kopā 60 ml mazgāšanas šķīduma) un divas reizes ar 5 līdz 10 ml ūdens.

Nogulsnes rūpīgi izžāvē.

7.6. **Žāvēšana un svēršana**

Ar filtrpapīru noslauka tīģeļa ārpusi. Tīģeli ar saturu ievieto žāvējamā skapī uz pusotru stundu pie 120 °C. Eksikatorā ļauj atdzist līdz istabas temperatūrai un ātri nosver.

Piezīme attiecībā uz procedūru

a) Ja filtrāts ir tumšas krāsas, 100 ml mērkolbā pārnes alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 100 mg K_2O, pievieno bromūdeni un vāra, lai izdalītos broma pārākums. Pēc atdzesēšanas uzpilda līdz zīmei, nofiltrē un filtrāta alikvotā daļā kvantitatīvi nosaka kāliju.

b) Ja amonija slāpeklis nav klāt vai ir nedaudz, vārīt 15 minūtes nav nepieciešams.

7.7. **Alikvotas daļas, kas jāņem paraugiem, un konversijas koeficienti**

3. tabula

4. metodei

% K_2O mēsl. līdzeklī	%K mēsl. līdzeklī	Analiz. paraugs (g)	Ekstrakta šķīdums atšķaidīšanai (ml)	Atšķaidījums (līdz ml)	Alikvota daļa, kas jāņem izgulsnēšanai (ml)	Konversijas koeficients (F) $\frac{\%\ K_2O}{g\ TPBK}$	Konversijas koeficients (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	-		10	131,400	109,060
			vai 50	250	50	131,400	109,060
vairāk par 50	vairāk par 41,5	5	-	-	10	262,800	218,120
			vai 50	250	50	262,800	218,120

7.8. **Tukšais mēģinājums**

Katrai noteikšanu sērijai izdara tukšo mēģinājumu, lietojot vienīgi reaģentus un šķīdinātājus proporcijās, kādas lieto analīzē, un ņem to vērā gala rezultāta aprēķinā.

7.9. **Kontroles mēģinājums**

Lai labi apgūtu analīzes metodiku, izdara noteikšanu kālija hlorīda alikvotai daļai, kas satur ne vairāk par 40 mg K_2O.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Ja ir lietoti 2. tabulā dotie analīžu paraugi un atšķaidījumi, ir izmantojama sekojošā formula:

% K_2O mēslošanas līdzeklī = (A-a) × F

vai

% K mēslošanas līdzeklī = (A-a) × F'

kur:

A = no parauga iegūto nogulšņu svars gramos;

a = tukšajā mēģinājumā iegūto nogulšņu svars gramos;

F un F' = koeficienti (skat. 3. tabulu).

Analizējamiem paraugiem un atšķaidījumiem, kas atšķiras no 3. tabulā dotajiem, ir izmantojama sekojošā formula:

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

vai

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

kur:

f = konversijas koeficients *KTPB* pārrēķināšanai par K_2O = 0,1314;

f' = konversijas koeficients *KTPB* pārrēķināšanai par K = 0,109;

D = atšķaidīšanas koeficients;

M = analizētā parauga svars gramos.

5. metode

MAGNIJS

5.1. metode

ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠĀ MAGNIJA NOTEIKŠANA

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta ūdenī šķīstošā magnija noteikšanas procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Tikai mēslošanas līdzekļiem, kuriem Direktīvas 76/116/EEK I A pielikumā paredzēta ūdenī šķīstošā magnija uzrādīšana.

3. PRINCIPS

Magnija šķīdināšana, vārot analizējamo paraugu ūdenī.

Pirmā titrēšana ar *EDTA*: titrē Ca+Mg eriohroma melnā T klātienē. Otrā titrēšana ar *EDTA*: titrē Ca kalceīna vai kolkonkarbonskābes klātienē. Magniju nosaka pēc starpības.

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens.

4.1. Magnija 0,05 molārs standartšķīdums.

Nosver 2,016 g magnija oksīda, kas iepriekš divas stundas karsēts 600 °C temperatūrā. Ievieto kolbā ar 100 ml ūdens. Maisot pievieno 120 ml aptuveni 1 N sālsskābi. Pēc izšķīšanas kvantitatīvi pārnes 1 litra mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar ūdeni un samaisa.

Šķīduma stiprumu pārbauda gravimetriski kā fosfātu.

1 ml šķīduma jāsatur 0,1216 g Mg (= 0,2016 g MgO).

4.2. 0,05 molārs *EDTA* šķīdums.

Nosver 18,61 g etilendiamīntetraetiķskābes dihidrogendinātrija sāls ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$), to ievieto 1 litra vārglāzē un izšķīdina 600 līdz 800 ml ūdens. Šķīdumu kvantitatīvi pārnes viena litra mērkolbā. Uzpilda līdz zīmei un samaisa. Pārbauda šo šķīdumu ar standartšķīdumu (4.1.), ņemot no tā 20 ml paraugu un titrējot atbilstoši analīzes procedūrai (7.4.1.).

1ml *EDTA* šķīduma būtu jāatbilst 1,216 mg Mg vai 2,016 mg MgO un 2,004 mg Ca vai 2,804 mg CaO (skat. 9.1. un 9.6.).

4.3. 0,05 molārs kalcija standartšķīdums.

Nosver 5,004 g sausa kalcija karbonāta. To ievieto vārglāzē ar aptuveni 100 ml ūdens. Maisot pakāpeniski pielej 120 ml aptuveni 1N sālsskābes.

Uzsilda līdz viršanai, lai izdalītos oglekļa dioksīds, atdzesē, kvantitatīvi pārnes viena litra mērkolbā, uzpilda ar ūdeni līdz zīmei un sajauc. Šo šķīdumu pārbauda ar *EDTA* šķīdumu (4.2.) atbilstoši analīzes procedūrai 7.4.2. Šī šķīduma 1 ml būtu jāsatur 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) un jāatbilst 1mililitram 0,05 molāra *EDTA* šķīduma.

4.4. Kalceīna indikators.

Piestā rūpīgi sajauc 1 g kalceīna ar 100 g nātrija hlorīda. Lieto 10 mg šī maisījuma. Indikators maina krāsu no zaļas uz oranžu. Titrēšana jāizdara līdz iegūst oranžu krāsu bez zaļas nokrāsas.

4.5. Kalkonkarbonskābes indikators.

Izšķīdina 400 mg kalkonkarbonskābes 100 ml metanola. Lieto 3 pilienus šī šķīduma. Šis indikators mainās no sarkana uz zilu. Titrēšana jāizdara līdz iegūst zilu krāsu bez sarkanas nokrāsas.

4.6. Eriohroma melnā T indikators.

Izšķīdina 300 mg eriohroma melnā T 25 ml propilspirta maisījumā ar 15 ml trietanolamīna. Lieto 3 pilienus šī šķīduma. Šis indikators mainās no sarkana uz zilu, un titrēšana jāizdara līdz iegūst zilu krāsu bez sarkanas nokrāsas. Tas maina krāsu tikai magnija klātienē. Ja vajadzīgs, pieliek 0,1 ml standartšķīduma (4.1.).

Kad ir klāt gan kalcijs, gan magnijs, *EDTA* vispirms veido kompleksu ar kalciju, pēc tam veido kompleksu ar magniju. Šajā gadījumā abus šos elementus nosaka vienlaicīgi.

4.7. Kālija cianīds.

2 % *KCN* ūdens šķīdums.

4.8. Kālija cianīda un kālija hidroksīda šķīdums.

Izšķīdina 280 g KOH un 66 g *KCN* ūdenī, uzpilda līdz 1 litra tilpumam un samaisa.

4.9. pH 10 buferšķīdums.

Izšķīdina 33 g amonija hlorīda 200 ml ūdens, pievieno 250 ml amonjaka šķīdumu (d = 0,91), uzpilda ar ūdeni līdz 500 ml un samaisa. Šī šķīduma pH ir regulāri jāpārbauda.

5. APARATŪRA

5.1. Magnētiskais vai mehāniskais maisītājs.

5.2. pH metrs.

5.3. 500 ml mērkolbas.

5.4. 300 ml vārglāzes.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs**

5 g parauga nosver ar precizitāti līdz 1 mg un ievieto 500 ml mērkolbā.

7.2. **Šķīdums**

Pielej aptuveni 300 ml ūdens un pusstundu vāra. Atdzesē, uzpilda līdz zīmei, samaisa un nofiltrē.

7.3. **Kontroles mēģinājums**

Izdara noteikšanu tādām šķīdumu (4.1.) un (4.3.) alikvotām daļām, lai Ca/Mg attiecība būtu vienāda ar paraugā sagaidāmo.

Šim nolūkam ņem a) mililitrus standartšķīduma (4.3.) un (b - a) mililitrus standartšķīduma (4.1.).

a) un b) ir *EDTA* šķīduma mililitru skaits, kas izlietots divās titrēšanās, analizējot paraugu. Šī procedūra ir pareiza vienīgi tad, ja *EDTA*, kalcija un magnija standartšķīdumi ir precīzi ekvivalenti. Ja tā nav, ir jāizdara nepieciešamās korekcijas.

7.4. **Noteikšana**

7.4.1. *Titrēšana eriohroma melnā T klātienē*

Analizējamā šķīduma alikvotu daļu (7.5.) ar pipeti ielej 300 ml vārglāzē un atšķaida ar ūdeni līdz apmēram 100 ml. Pielej 5 ml buferšķīduma (4.9.). Ar pH metru izmērītajam pH jābūt 10,5 ± 0,1. Pielej 2 ml kālija cianīda šķīduma (4.7.) un trīs pilienus eriohroma melnā T indikatora (4.6.). Viegli maisa un titrē ar *EDTA* šķīdumu (4.2.) (9.2., 9.3. un 9.4.). "b" ir 0,05 molāra *EDTA* šķīduma mililitru skaits.

7.4.2. *Titrēšana kalcēna vai kalkonkarbonskābes klātienē*

Analizējamā šķīduma alikvotu daļu, kas vienāda ar augstāk minētajā titrēšanā ņemto, ar pipeti ielej 300 ml vārglāzē un atšķaida ar ūdeni līdz apmēram 100 ml. Pielej 10 ml *KOH/KCN* šķīduma (4.8.) un indikatoru (4.4. vai 4.5.). Viegli maisa un titrē ar *EDTA* šķīdumu (9.2., 9.3. un 9.4.). "a" ir 0,05 molāra *EDTA* šķīduma mililitru skaits.

7.5. **Alikvotas daļas, kas jāņem paraugam titrēšanai**

Mēslošanas līdzekļa veids	Alikvota daļa, kas jāņem katrai titrēšanai (ml)	Parauga daudzums, kas ir vienā alikvota daļā (g)
Kalcija un magnija nitrāts	20	0,200
Magnija amonija sulfāts-nitrāts	50	0,500
Neapstrādāti kālija sāļi	25	0,250
Kālija magnija hlorīds	25	0,250
Kālija magnija sulfāts	25	0,250

Piezīme

1. Visiem šiem mēslošanas līdzekļiem analizējamais paraugs ir 5 g un kopējais analizējamā šķīduma tilpums ir 500 ml.

2. Titrējot ar eriohroma melno T, izlietotā *EDTA* daudzums nedrīkst stipri pārsniegt 25 ml, pretējā gadījumā ir jāsamazina alikvota daļa.

   Tomēr pēdējo palielināt ir iespējams.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

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

vai

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

kur:

T = *EDTA* šķīduma stiprums;

T' = *EDTA* šķīduma stiprums.

Ja šķīdums ir precīzi 0,05 M, *T* ir vienāds ar 0,02016 g MgO vai *T'* ir vienāds ar 0,1216 g Mg.

M = parauga svars gramos, kas ir klāt vienā paraugam ņemtajā alikvotā daļā (7.5.).

9. IEVĒRĪBAI

9.1. *EDTA*-metāls steheometriskā attiecība kompleksometriskās analīzēs vienmēr ir 1:1, kāda arī nebūtu metāla valence, kaut arī *EDTA* ir četrvērtīga. *EDTA* titrēšanas šķīdumi un standartšķīdumi tādēļ ir molāri, nevis normāli.

9.2. Kompleksometrijas indikatori bieži ir jutīgi pret gaisa iedarbību un šķīdumi titrējot var kļūt bāli. Tādā gadījumā ir jāpieliek viens vai divi pilieni indikatora. Šo efektu novēro, ja lieto eriohroma melno un kalkonkarbonskābi.

9.3. Metālu-indikatoru kompleksi dažreiz ir relatīvi stabili, un krāsas maiņai ir vajadzīgs zināms laiks.

Tādēļ pēdējos *EDTA* pilienus ir jāpieliek lēni un, pieliekot vienu pilienu 0,05 molāra magnija šķīduma (4.1.) vai kalcija šķīduma (4.3.), ir jānodrošina, lai krāsas maiņas punkts netiktu pārsniegts.

Tas īpaši attiecas uz eriohroma-magnija kompleksu.

9.4. Indikatora krāsas maiņa nav jāvēro no augšas, bet horizontāli cauri šķīdumam, un glāze ir jānovieto pret baltu fonu labā apgaismojumā.

Krāsas maiņu labi var novērot arī, ja vārglāzi novieto uz matēta stikla plāksnes, ko no apakšas apgaismo (25 vatu spuldze).

9.5. Analīze no ķīmiķa prasa zināmu pieredzi. Ķīmiķim, starp citu, būtu jāpacenšas pavērot krāsu maiņas ar standartšķīdumiem (4.1. un 4.3.).

Ir ieteicams noteikšanas vienmēr izdarīt vienam un tam pašam ķīmiķim.

9.6. Garantēta stipruma *EDTA* šķīduma lietošana (piemēram, *Titrisol* vai *Normex*) var vienkāršot standartšķīdumu (4.1., 4.2. un 4.3.) ekvivalences pārbaudi.

6. metode

HLORS

6.1. metode

HLORĪDU NOTEIKŠANA, JA KLĀT NAV ORGANISKO VIELU

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta hlorīdu noteikšanas procedūra, ja klāt nav organisko vielu.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visiem mēslošanas līdzekļiem, kuri nesatur organiskās vielas.

3. PRINCIPS

Hlorīdus, kas izšķīdināti ūdenī, nogulsnē skābā vidē ar sudraba nitrāta standartšķīduma pārākumu. Pārākumu attitrē ar amonija tiocianātu trīsvērtīgās dzelzs amonija sulfāta klātienē (Volharda metode).

4. REAĢENTI

Destilēts vai demineralizēts ūdens, hloru nesaturošs.

4.1. Nitrobenzols vai dietilēteris.

4.2. Slāpekļskābe: 10 N.

4.3. Indikatora šķīdums.

Izšķīdina ūdenī 40 g trīsvērtīgās dzelzs amonija sulfāta $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$ un uzpilda ar ūdeni līdz vienam litram.

4.4. Sudraba nitrāta standartšķīdums: 0,1 N.

4.5. Amonija tiocianāta standartšķīdums: 0,1 N.

Pagatavošana.

Tā kā šis sālis ir higroskopisks un to nevar izžāvēt bez sadalīšanās iespējas, ir ieteicams nosvērt aptuveni 9 g, izšķīdināt ūdenī un uzpildīt līdz vienam litram. Titrējot ar 0,1 N $AgNO_3$, pieregulē līdz 0,1 N.

5. APARATŪRA

5.1. Rotācijas kratītājs (30 līdz 40 apgriezieni minūtē).

5.2. Biretes.

5.3. 500 ml mērkolba.

5.4. 250 ml koniskā (Erlenmeijera) kolba.

6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Skat. 1. metodi.

7. PROCEDŪRA

7.1. **Paraugs un šķīduma pagatavošana**

Nosver 5 g parauga ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g, ievieto 500 ml mērkolbā un pielej 450 ml ūdens. Pusstundu maisa ar kratītāju (5.1.); uzpilda līdz 500 ml ar destilētu ūdeni; samaisa un nofiltrē vārglāzē.

7.2. **Noteikšana**

Ņem filtrāta alikvotu daļu, kas satur ne vairāk par 0,150 g hlorīda. Piemēram, 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) vai 100 ml (1 g). Ja ņemtais paraugs ir mazāks par 50 ml, tilpums ir jāuzpilda ar destilētu ūdeni līdz 50 ml.

Pievieno 5 ml 10 N slāpekļskābes (4.2.), 20 ml indikatora šķīduma (4.3.) un divus pilienus amonija tiocianāta standartšķīduma (šī pēdējā reaģenta paraugu ņem no biretes, kas šim nolūkam ir nostādīta uz nulli).

Pēc tam no biretes pieliek sudraba nitrāta standartšķīdumu (4.4.), līdz ir sasniegts 2 līdz 5 ml pārākums. Pielej 5 ml nitrobenzola vai 5 ml dietilētera (4.1.) un stipri sakrata, lai notiktu nogulšņu aglomerācija. Sudraba nitrāta pārākumu attitrē ar 0,1 N amonija tiocianātu (4.5.), līdz parādās sarkanbrūna krāsa, kas nepazūd pēc tam, kad kolba ir viegli pakratīta.

Piezīme

Nitrobenzols vai dietilēteris (bet vislabāk nitrobenzols) aizkavē sudraba hlorīdu reaģēt ar tiocianāta joniem. Tā panāk skaidru krāsas maiņu.

7.3. **Tukšais mēģinājums**

Tādos pašos apstākļos izdara tukšo mēģinājumu un ņem to vērā gala rezultāta aprēķinā.

7.4. **Kontroles mēģinājums**

Pirms noteikšanām pārbauda metodes precizitāti, izmantojot svaigi pagatavota kālija hlorīda šķīduma alikvotu daļu, tādu, lai šī daļa saturētu zināmu daudzumu hlorīda, kas būtu tuvu 100 mg.

8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Analīzes rezultātu izsaka kā hlorīda procentus, ko satur analīzei saņemtais paraugs.

Hlorīda (Cl) procentus aprēķina pēc formulas:

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

kur:

Vz = 0,1 N sudraba nitrāta šķīduma mililitru skaits;

Vcz = 0,1 N sudraba nitrāta šķīduma mililitru skaits, kas izlietots tukšajā mēģinājumā;

Va = 0,1 N amonija tiocianāta šķīduma mililitru skaits;

Vca = 0,1 N amonija tiocianāta šķīduma mililitru skaits, kas izlietots tukšajā mēģinājumā;

M = ņemtā parauga svars gramos (7.2.).

7. metode

MALUMA SMALKUMS

7.1. metode

MALUMA SMALKUMA NOTEIKŠANA (SAUSĀ PROCEDŪRA)

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta maluma smalkuma noteikšanas sausā procedūra.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Visiem *EEC* tipa mēslošanas līdzekļiem, kuriem ir uzdotas maluma smalkuma prasības, izmantojot 0,63 un 0,160 mm sietus.

3. PRINCIPS

Mehāniski sijājot, nosaka produktu daudzumu, kuru granulas ir lielākas par 0,63 mm, un produktu daudzumu, kuru granulu lielums ir starp 0,16 un 0,63 mm. Aprēķina maluma smalkumu procentos.

4. APARATŪRA

4.1. Mehāniskais sietu kratītājs.

4.2. Standartizmēru sieti (20 cm diametrs un 5 cm augstums) ar attiecīgi 0,16 un 0,63 mm atverēm.

5. PROCEDŪRA

Ar precizitāti līdz tuvākajiem 0,05 g nosver 50 g parauga. Uz kratītāja (4.1.) samontē divus sietus un savākšanas trauku, sietu ar lielākajām atverēm liek augšā. Analizējamo paraugu ievieto augšējā sietā. Sijā 10 minūtes un aizvāc apakšā savākto daļu. Vēlreiz iedarbina iekārtu un pēc vienas minūtes pārbauda, vai šajā laikā apakšā savāktais daudzums pārsniedz 250 mg. Procesu atkārto (katru reizi vienu minūti), līdz savāktais daudzums ir mazāks par 250 mg. Atsevišķi nosver abos sietos palikušo materiālu.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Parauga smalkums %, ko uzrāda siets ar 0,63 mm atverēm = $(50 - M_1) \times 2$

Parauga smalkums %, ko uzrāda siets ar 0,16 mm atverēm = $(50 - (M_1+M_2) \times 2$

kur:

M_1 = sietā ar 0,63 mm atverēm palikušā atlikuma svars gramos;

M_2 = sietā ar 0,16 mm atverēm palikušā atlikuma svars gramos.

Atliekas no sieta ar 0,63 mm atverēm jau ir izņemtas.

Šo aprēķinu rezultātus noapaļo līdz tuvākajiem veseliem procentiem.

7.2. metode

MALUMA SMALKUMA NOTEIKŠANA MĪKSTIEM DABĪGAJIEM FOSFĀTIEM

1. SATURS

Šajā dokumentā izklāstīta maluma smalkuma noteikšana mīkstiem dabīgajiem fosfātiem.

2. PIELIETOŠANAS JOMA

Mīksti dabīgie fosfāti.

3. PRINCIPS

Paraugiem ar smalkām daļiņām var notikt aglomerācija, kas sauso sijāšanu padara grūtu. Tādēļ parasti lieto slapjo sijāšanu.

4. REAĢENTI

Nātrija heksametafosfāta šķīdums: 1 %.

5. APARATŪRA

5.1. Standartizmēru sieti (20 cm diametrs un 5 cm augstums) ar attiecīgi 0,125 un 0,063 mm atverēm; savākšanas trauki.

5.2. Stikla piltuve ar 20 cm diametru, iestiprināta statīvā.

5.3. 250 ml vārglāzes.

5.4. Žāvējamais skapis.

6. ANALĪZES METODE

6.1. **Parauga sagatavošana**

Ar precizitāti līdz tuvākajiem 0,05 g nosver 50 g vielas. Abas sieta puses nomazgā ar ūdeni, un sietu ar 0,125 mm atverēm novieto virs sieta ar 0,063 mm atverēm.

6.2. **Procedūra**

Analizējamo paraugu ievieto augšējā sietā. Sijā zem nelielas auksta ūdens strūklas (var lietot krāna ūdeni), līdz cauri iztecējušais ūdens ir praktiski dzidrs. Jāpievērš vērība, lai ūdens strūkla būtu tāda, lai apakšējais siets nekad nepiepildītos ar ūdeni.

Kad liekas, ka atlikums augšējā sietā nemainās, šo sietu noņem un novieto uz savākšanas trauka.

Dažas minūtes turpina slapjo sijāšanu caur apakšējo sietu, līdz cauri iztecējušais ūdens ir praktiski dzidrs.

Novieto 0,125 mm sietu atpakaļ uz 0,063 sieta. Visas nogulsnes no uztveršanas trauka pārnes atpakaļ virsējā sietā un vēlreiz atsāk sijāšanu zem nelielas ūdens strūklas, līdz ūdens atkal kļūst gandrīz dzidrs.

Katru no atlikumiem, izmantojot piltuvi, kvantitatīvi pārnes atsevišķā vārglāzē. Katru atlikumu suspendē, piepildot vārglāzes ar ūdeni. Atstāj stāvēt 1 minūti, nolej tik daudz ūdens, cik iespējams.

Ieliek vārglāzes žāvējamā skapī uz divām stundām pie 150 °C.

Ļauj vārglāzēm atdzist, ar otu noņem sauso atlikumu un nosver.

7. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Šo aprēķinu rezultātus noapaļo līdz tuvākajiem veseliem procentiem.

Parauga smalkums %, ko uzrāda atlikums sietā ar 0,125 mm atverēm = $(50 - M_1) \times 2$

Parauga smalkums %, ko uzrāda atlikums sietā ar 0,063 mm atverēm = $(50 - (M_1+M_2) \times 2$

kur:

M_1 = sietā ar 0,125 mm atverēm palikušā atlikuma svars gramos;

M_2 = sietā ar 0,063 mm atverēm palikušā atlikuma svars gramos.

8. IEVĒRĪBAI

Ja pēc sijāšanas ir redzamas piciņas, analīze ir jāatkārto sekojošā veidā.

Pastāvīgi maisot, 50 g parauga lēni ieber viena litra kolbā, kurā ir 500 ml nātrija heksametafosfāta. Kolbu aizkorķē un ar roku enerģiski krata, lai sadrupinātu piciņas. Visu suspensiju pārnes virsējā sietā un rūpīgi izmazgā kolbu. Turpina analīzi, kā aprakstīts 6.2.