31977L0535

22.8.1977 *URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI* L 213/1

DIREKTIVA KOMISIJE
z dne 22. junija 1977
o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z metodami vzorčenja in analize gnojil

(77/535/EGS)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 76/116/EGS z dne 18. decembra 1975 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z gnojili [1] in zlasti člena 9(2) Direktive,

ker omenjena direktiva predpisuje uradne kontrole gnojil EGS zaradi preverjanja skladnosti z zahtevami, določenimi na podlagi zakonov in drugih predpisov Skupnosti, v zvezi s kakovostjo in sestavo gnojil;

ker so ukrepi, predvideni v tej direktivi, v skladu z mnenjem Odbora za prilagajanje tehničnemu napredku direktiv, ki se nanašajo na odpravljanje tehničnih ovir v trgovini z gnojili,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice sprejmejo potrebne ukrepe, da zagotovijo vzorčenje in analize za uradne kontrole gnojil EGS na podlagi člena 8(1) in (2) Direktive Sveta 76/116/EGS z dne 18. decembra 1975 v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi k tej direktivi.

Člen 2

1. Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 19. decembra 1977. O tem takoj obvestijo Komisijo.

2. Države članice zagotovijo, da je Komisija obveščena o besedilih določb nacionalne zakonodaje, sprejetih na področju, ki ga ureja ta direktiva.

Člen 3

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 22. junija 1977

Za Komisijo

Étienne DAVIGNON

Član Komisije

[1] UL L 24, 30. 1. 1976, str. 21.

PRILOGA I

METODA VZORČENJA ZA KONTROLO GNOJIL

UVOD

Pravilno vzorčenje je težko delo, ki zahteva največjo previdnost. Potreba po pridobitvi dovolj reprezentativnega vzorca za uradno preskušanje gnojil torej ne more biti preveč poudarjena.

Metodo vzorčenja, ki je opisana spodaj, morajo z vso natančnostjo uporabiti strokovnjaki z izkušnjami na področju običajnih postopkov vzorčenja.

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Vzorci, namenjeni za uradno preskušanje kakovosti in sestave gnojil, se odvzamejo v skladu s spodaj opisanimi metodami. Tako dobljeni vzorci so reprezentativni za vzorčeno količino.

2. POOBLAŠČENI USLUŽBENCI, KI OPRAVLJAJO VZORČENJE

Vzorce odvzamejo strokovnjaki, ki jih je za to pooblastila država članica.

3. OPREDELITVE

Vzorčeni delež: Količina izdelka, ki sestavlja enoto in ima enolične lastnosti.

Prirastni vzorec: Količina, odvzeta z ene točke na vzorčenem deležu.

Združeni vzorec: Skupek prirastnih vzorcev, odvzetih iz istega vzorčenega deleža.

Reducirani vzorec: Reprezentativni del združenega vzorca, dobljen iz združenega s postopkom redukcije.

Končni vzorec: Reprezentativni del reduciranega vzorca.

4. APARATURE

4.1 Aparature za vzorčenje morajo biti izdelane iz snovi, ki ne morejo vplivati na lastnosti izdelkov, namenjenih vzorčenju. Takšne aparature lahko uradno odobrijo države članice.

4.2 **Aparature, priporočene za vzorčenje trdnih gnojil**

4.2.1 *Ročno vzorčenje*

4.2.1.1 Lopata s ploskim dnom in privzdignjenimi stranicami.

4.2.1.2 Sulica za vzorčenje z dolgim razcepom ali predelki. Dimenzije sulice za vzorčenje morajo ustrezati značilnostim vzorčenega deleža (globina posode, dimenzije vreče itd.) in velikosti delcev gnojila.

4.2.2 *Mehansko vzorčenje*

Odobrena mehanska aparatura se lahko uporabi za vzorčenje premikajočih se gnojil.

4.2.3 *Razdelilnik*

Za odvzem prirastnih vzorcev ter pripravo reduciranih in končnih vzorcev se lahko uporabi priprava za ločevanje vzorca na enake dele.

5. ZAHTEVE V ZVEZI S KOLIČINO

5.1 **Vzorčeni delež**

Velikost vzorčenega deleža mora biti takšna, da se lahko vzorči vsak izmed njegovih sestavnih delov.

5.2 **Prirastni vzorci**

5.2.1	*Razsuta gnojila*	*Najmanjše število prirastnih vzorcev*
5.2.1.1	Vzorčeni deleži, ki ne presegajo 2,5 tone:	sedem.
5.2.1.2	Vzorčeni deleži, katerih količina znaša od 2,5 do 80 ton:	$\sqrt{\text{20-kratnega števila ton vzorčenega deleža (1)}}$.
5.2.1.3	Vzorčeni deleži, ki presegajo 80 ton:	40.
5.2.2	*Pakirana gnojila*	*Najmanjše število paketov za vzorčenje* (2)
5.2.2.1	**Paketi, težji od 1 kg**	
5.2.2.1.1	Vzorčeni deleži manj kakor petih paketov:	vsi paketi.
5.2.2.1.2	Vzorčeni deleži od pet do 16 paketov:	štirje.
5.2.2.1.3	Vzorčeni deleži od 17 do 400 paketov:	$\sqrt{\text{števila paketov, ki sestavljajo vzorčeni delež (1)}}$.
5.2.2.1.4	Vzorčeni deleži, ki presegajo 400 paketov:	20.
5.2.2.2	**Paketi, lažji od 1 kg:**	štirje.

5.3 **Združeni vzorec**

Zahteva se le en združeni vzorec na vzorčeni delež. Skupna teža prirastnih vzorcev, ki sestavljajo združeni vzorec, ne sme biti manjša od:

5.3.1	*Razsuta gnojila:*	4 kg.
5.3.2	*Pakirana gnojila*	
5.3.2.1	Paketi, težji od 1 kg:	4 kg.
5.3.2.2	Paketi, lažji od 1 kg:	teža vsebine štirih izvornih gnojil.

5.4 **Končni vzorci**

Iz združenega vzorca se po potrebi po redukciji dobijo končni vzorci. Potrebna je analiza vsaj enega končnega vzorca. Vzorec za analizo ne sme biti lažji od 500 g.

(1) Kadar je dobljeno število ulomek, se zaokroži na naslednje celo število.
(2) Pri paketih, katerih vsebina ne presega 1 kg, bo prirastni vzorec vsebina enega izvornega paketa.

6. PREDPISI ZA ODVZEM, PRIPRAVO IN PAKIRANJE VZORCEV

6.1 **Splošno**

Vzorci se morajo odvzeti in pripraviti čim hitreje, ob upoštevanju potrebnih varnostnih ukrepov za zagotovitev, da bodo še vedno pomenili vzorčeno gnojilo. Instrumenti, površine in posode, namenjene za sprejem vzorcev, morajo biti čisti in suhi.

6.2 **Prirastni vzorci**

Prirastni vzorci se morajo odvzeti naključno iz vsega vzorčenega deleža in morajo biti približno enake velikosti.

6.2.1 *Razsuta gnojila*

Opravi se navidezna delitev vzorčenih deležev v skupino približno enako velikih delov. Število delov, ki ustreza številu prirastnih vzorcev, zahtevanih v skladu s 5.2, se izbere naključno, iz vsakega od teh delov pa se naredi vsaj en vzorec. Kadar pri vzorčenju velikih mas gnojil izpolnitev zahtev iz 5.1 ni mogoča, bi se moralo vzorčenje opraviti ob prenašanju vzorčenih deležev (ob nakladanju ali razkladanju). V tem primeru se vzorci odvzamejo iz naključno izbranih navideznih delov, ki se prenašajo, kakor je določeno zgoraj.

6.2.2 *Pakirana gnojila*

Ko se izbere zahtevano število paketov za vzorčenje, kakor je navedeno v 5.2, se odvzame del vsebine vsakega paketa. Po potrebi se vzorci odvzamejo po ločenem praznjenju paketov.

6.3 **Priprava združenega vzorca**

Združeni vzorec nastane z mešanjem prirastnih vzorcev.

6.4 **Priprava končnega vzorca**

Material v združenem vzorcu se previdno zmeša ([1]).

Če je treba, se količina združenega vzorca z mehanskim ločilnikom ali metodo deljenja na četrtine najprej zmanjša na vsaj 2 kg (reducirani vzorec).

Tako bodo pripravljeni vsaj trije končni vzorci, katerih količine so približno enake in ki ustrezajo zahtevam v zvezi s količino iz 5.4. Vsak vzorec se vnese v ustrezno, za zrak neprepustno posodo. Upoštevati je treba vsa opozorila, da bi se izognili spreminjanju značilnosti vzorca.

7. PAKIRANJE KONČNIH VZORCEV

Posode ali paketi se zapečatijo in etiketirajo (na zapečateni posodi ali paketu mora biti nalepljena vsa etiketa) tako, da se ne bodo mogli odpreti brez poškodovanja pečata.

8. ZAPIS O VZORČENJU

Voditi je treba zapis o vseh vzorčenjih, in to tako, da je vsak vzorčeni delež nedvoumno prepoznaven.

9. POŠILJANJE VZORCEV

Pri vsakem vzorčenem deležu je treba v pooblaščeni analitični laboratorij skupaj s potrebnimi podatki za analitika čim hitreje poslati vsaj en končni vzorec.

([1]) Vsako kepo je treba razbiti (če je treba, se izloči in znova vrne v vzorec).

PRILOGA II

METODE ZA ANALIZO GNOJIL

Kazalo

SPLOŠNE OPOMBE		57
1.	PRIPRAVA VZORCA	57
2.	DUŠIK	59
2.1	Določanje količine dušika v obliki amonijaka	59
2.2	Določanje količine dušika v obliki nitrata in amonijaka	69
2.2.1	Po Ulschu	69
2.2.2	Po Arndu	71
2.2.3	Po Devardu	73
2.3	Določanje količine skupnega dušika	78
2.3.1	V kalcijevem cianamidu brez nitratov	78
2.3.2	V kalcijevem cianamidu z nitrati	80
2.3.3	V urei	83
2.4	Določanje količine dušika v obliki cianamida	85
2.5	Določanje količine biureta v urei	88
2.6	Določanje količine različnih oblik dušika v istem vzorcu	91
2.6.1	V gnojilih, ki vsebujejo dušik v obliki nitrata, amonijaka, uree in cianamida	91
2.6.2	V gnojilih, ki vsebujejo dušik izključno v obliki nitrata, amonijaka in uree	105
3.	FOSFOR	112
3.1	Ekstrakcija	112
3.1.1	V mineralnih kislinah	112
3.1.2	V 2 % mravljični kislini	113
3.1.3	V 2 % citronski kislini	114
3.1.4	V nevtralnem amonijevem citratu	115
3.1.5	V alkalnem amonijevem citratu	118
3.1.5.1	V skladu s Petermannom pri 65 °	118
3.1.5.2	V skladu s Petermannom pri sobni temperaturi	120
3.1.5.3	V skladu z Jouliejem	121
3.1.6	V vodi	123
3.2	Določanje količine ekstrahiranega fosforja	124
4.	KALIJ	127
4.1	Določanje količine kalija, topnega v vodi	127

5.	MAGNEZIJ	131
5.1	Določanje količine magnezija, topnega v vodi	131
6.	KLOR	135
6.1	Določanje količine kloridov, če ni organskih snovi	135
7.	DROBNOST MLETJA	138
7.1	Določanje drobnosti suhega mletja	138
7.2	Določanje drobnosti mletja mehkih naravnih fosfatov	139

SPLOŠNE OPOMBE

Laboratorijska oprema

V opisih metod splošna laboratorijska oprema ni natančno določena, razen velikosti buck in pipet. Vsekakor pa morajo biti laboratorijske aparature dobro očiščene, zlasti kadar se določajo majhne količine elementov.

Kontrolni testi

Pred analizo je treba zagotoviti, da vse aparature delujejo dobro in da se analitska tehnika pravilno izvaja, ob uporabi, kadar je to primerno, kemičnih spojin znane sestave (npr. amonijevega sulfata, monokalijevega fosfata itd.). Kljub temu lahko rezultati pokažejo napačno kemično sestavo analiziranih gnojil, če se analitske tehnike ne uporabljajo dosledno. Na drugi strani pa je večje število določanj empirično in relativno za izdelke s kompleksno kemično sestavo. Zaželeno je, da bi laboratoriji uporabljali standardna referenčna gnojila z natančno določeno sestavo.

Metoda 1

PRIPRAVA VZORCA ZA ANALIZO

1. PODROČJE UPORABE

V tem dokumentu je določen postopek priprave vzorca, odvzetega iz končnega vzorca, za analizo.

2. PRINCIP

Pripravo končnega vzorca, prejetega v laboratoriju, sestavlja skupina postopkov, ki navadno vključujejo presejanje, mletje in mešanje, opravijo pa se tako, da:

— je po eni strani tudi najmanjša stehtana količina, določena s temi analitskimi metodami, reprezentativna za laboratorijski vzorec,

— po drugi strani drobnost delcev gnojila ne more biti spremenjena tako, da bi znatno vplivala na topnost v različnih ekstrakcijskih reagentih.

3. APARATURE

Razdelilnik za vzorce (po želji).

Sita z 0,2- do 0,5-milimetrskimi luknjicami.

250-mililitrske bučke z zamaški.

Porcelanasto pestilo in terilnica ali mlin.

4. IZBIRA POSTOPKA

Uvodna opomba

Če je produkt ustrezen, je treba shraniti le reprezentativni del končnega vzorca.

4.1 **Končni vzorci, ki se ne smejo zmleti**

Kalcijev nitrat, kalcijev magnezijev nitrat, natrijev nitrat, naravni natrijev nitrat (čilski nitrat), kalcijev cianamid, dušik-kalcijev cianamid, amonijev sulfat, amonijevi nitrati z več kakor 30 % N, urea, bazična žlindra, naravni fosfat, pretvorjen v delno topnega, obarjeni dikalcijev fosfat dihidrat, kalcinirani fosfat, aluminijev kalcijev fosfat, mehko zmleti rudninski fosfat.

4.2 **Končni vzorci, ki jih je treba deliti in katerih deleži se morajo zmleti**

To so produkti, pri katerih se nekatera določanja opravijo brez poprejšnjega mletja (na primer finost mletja), druga pa po mletju. Vključujejo vsa sestavljena gnojila, ki vsebujejo naslednje fosfatne sestavine: bazično žlindro, aluminijev kalcijev fosfat, kalcinirani fosfat, mehko zmleti rudninski fosfat in naravni fosfat, pretvorjen v delno topnega. V ta namen se z razdelilnikom za vzorce ali z metodo deljenja na četrtine razdeli končni vzorec na čimbolj enaka deleža.

4.3 **Končni vzorci, pri katerih se vsa določanja opravijo na zmletem izdelku**

Zmleti je treba le reprezentativni delež končnega vzorca. To so vsa druga gnojila na seznamu, ki niso bila navedena v 4.1 in 4.2.

5. METODA

Delež končnega vzorca, navedenega v 4.2 in 4.3, se hitro preseje skozi sito z 0,5-milimetrskimi luknjicami. Preostanek se grobo zmelje, tako da se dobi produkt, v katerem je najmanjše možno število delcev in ki se nato zmelje. Mletje mora potekati v takšnih okoliščinah, da se snov ne segreje preveč. Postopek se ponovi tolikokrat, kolikokrat je potrebno, da ni več nobenega ostanka, in mora biti opravljen čim hitreje, da bi se izognili izgubljanju ali dodatnemu pridobivanju novih sestavin (voda, amonijak). Produkt se ves zmlet in presejan vnese v čisto posodo, ki se lahko zamaši.

Pred vsakim tehtanjem za analizo je treba ves vzorec dobro premešati.

6. POSEBNI PRIMERI

(a) **Gnojila, sestavljena iz mešanice več vrst kristalov**

Pri teh zelo pogosto pride do ločevanja. Zato sta ključnega pomena drobljenje in nadaljnje sejanje vzorca skozi sito z 0,200-milimetrskimi luknjicami. Na primer: mešanice amonijevega fosfata in kalijevega nitrata. Pri teh produktih je priporočljivo mletje celotnega končnega vzorca.

(b) **Ostanki, ki jih je težko zmleti in ne vsebujejo spojin za gnojenje**

Stehta se ostanek in pri računanju končnega vzorca se upošteva tudi njegova masa.

(c) **Izdelki, ki razpadejo pri segrevanju**

Pri mletju se je treba izogniti segrevanju, zato je bolj priporočljiva uporaba terilnice. Na primer: sestavljena gnojila, ki vsebujejo kalcijev cianamid in ureo.

(d) **Izdelki, ki so nenavadno vlažni ali pa se z mletjem spremenijo v pasto**

Da bi zagotovili homogenost, je treba izbrati sito z najmanjšimi luknjicami, ki so primerne za razbijanje kepic ročno ali s pestilom. To se lahko zgodi pri mešanicah, pri katerih nekatere sestavine vsebujejo kristalno vodo.

Metode 2

DUŠIK

Metoda 2.1

DOLOČANJE KOLIČINE DUŠIKA V OBLIKI AMONIJAKA

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki amonijaka.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa amonijeva gnojila, skupaj s sestavljenimi, v katerih je dušik izključno v obliki amonijevih soli ali amonijevih soli skupaj z nitrati.

Ni uporabna za gnojila, ki vsebujejo ureo, cianamid ali druge organske dušikove spojine.

3. PRINCIP

Izpodrivanje amonijaka s presežkom natrijevega hidroksida; destilacija; določanje vsebnosti amonijaka v dani prostornini standardne žveplove kisline in titracija presežka kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena solna kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode.

4.2 Žveplova kislina: 0,1 N

4.3 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N } za različico a.

4.4 Žveplova kislina: 0,2 N

4.5 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N } za različico b (glej opombo 2).

4.6 Žveplova kislina: 0,5 N

4.7 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 N } za različico c (glej opombo 2).

4.8 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.9 Raztopine indikatorjev.

4.9.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se nato do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilen modrega se raztopi v vodi in se dolije do prostornine enega litra.

Zmeša se en volumski del A z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih raztopinah in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorja.

4.9.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do prostornine 100 ml se dolije z vodo in se po potrebi filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.10 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.11 Amonijev sulfat za analizo.

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo, sestavljena iz bučke z ovalnim dnom ustrezne kapacitete in z brizgalno glavo povezana s kondenzatorjem.

Opomba 1

Različne vrste opreme, ki so odobrene in priporočene za to določanje, so prikazane na slikah 1, 2, 3 in 4, skupaj z vsemi sestavnimi deli.

5.2 Pipete, 10, 20, 25, 50, 100 in 200 ml.

5.3 500-mililitrska merilna bučka.

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. ANALITSKA METODA

7.1 **Priprava raztopine**

Na vzorcu se naredi preskus topnosti v vodi pri sobni temperaturi in v razmerju 2 % (masa/prostornina). V skladu z indikacijami iz tabele 1 se na 0,001 g natančno odtehta 5 ali 7 ali 10 g pripravljenega vzorca in se prenese v 500-mililitrsko merilno bučko. Glede na rezultate preskusa topnosti se nadaljuje takole:

(a) *Izdelki, ki so popolnoma topni v vodi*

V bučko se doda ustrezna količina vode, potrebna za raztapljanje vzorca; strese se in se po popolni raztopitvi dopolni do končne prostornine in temeljito premeša.

(b) *Izdelki, ki niso popolnoma topni v vodi*

V bučko se doda 50 ml vode in nato 20 ml solne kisline (4.1). Strese se. Pusti se in se počaka, dokler se ne konča razvijanje ogljikovega dioksida. Doda se 400 ml vode in se pol ure stresa z rotacijskim stresalnikom (5.4). Do končne prostornine se dolije z vodo, se premeša in filtrira skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

7.2 **Analiza raztopine**

V skladu z izbrano različico se v bučko vnese točno odmerjena količina standardne žveplove kisline, kakor je nakazano v tabeli 1. Doda se ustrezna količina izbrane raztopine indikatorja (4.9.1 ali 4.9.2) in po potrebi tudi voda, da bi dobili prostornino, ki znaša vsaj 50 ml. Konec cevi podaljška kondenzatorja mora biti pod površino raztopine.

Z merilno pipeto se v skladu s podrobnostmi iz tabele prenese v destilacijsko bučko aparature alikvotni delež [1] bistre raztopine. Doda se voda, da bi dosegli skupno prostornino 350 ml, in nekaj vrelnih kamenčkov, da bi lahko nadzorovali vrenje.

Sestavi se aparatura za destilacijo in se poskrbi, da ne bi prišlo do izgube amonijaka, vsebini destilacijske bučke pa se doda 10 ml koncentrirane raztopine natrijevega hidroksida (4.8) ali 20 ml reagenta, če je bilo uporabljene 20 ml solne kisline (4.1), da bi raztopili preskusni vzorec. Bučka se postopoma segreva, da bi se izognili burnemu vrenju. Ko se vrenje začne, se destilira s hitrostjo približno 100 ml na 10 do 15 minut; celotna prostornina destilata naj bi bila približno 250 ml [2]. Ko je sproščanje amonijaka končano, se zniža lega sprejemne stekleničke za toliko, da pride vrh podaljška kondenzatorja nad površino tekočine.

Nastali destilat se preskusi z ustreznimi reagenti za zagotovitev, da je amonijak popolnoma destiliran. Podaljšek kondenzatorja se spere z malo vode, presežek kisline pa titrira s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida, ki je bil predpisan za uporabljeno različico (glej opombo 2).

Opomba 2

Za retitracijo se lahko uporabijo standardne raztopine različnih koncentracij, če prostornine, uporabljene za titriranje, niso večje od 40 do 45 ml.

7.3 **Slepi test**

Slepi test se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, tako da se uporabi alikvotni delež sveže pripravljene raztopine amonijevega sulfata (4.11), ki vsebuje največjo količino dušika, predpisano za izbrano različico.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultati analize se izrazijo kot odstotek dušika v obliki amonijaka v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo (prineseni vzorec).

9. PRILOGE

Kakor je bilo natančno določeno v opombi 1 v 5.1 „Aparature“, slike 1, 2, 3 in 4 veljajo za sestavne dele različnih vrst opreme, ki se uporablja v tem dokumentu.

---

[1] Količina amonijakovega dušika v alikvotnem deležu, odvzetem v skladu s tabelo 1, bo približno:
– 0,05 g za različico a,
– 0,10 g za različico b,
– 0,20 g za različico c.

[2] Kondenzator mora biti nastavljen tako, da je zagotovljen stalen tok kondenzata. Destilacija naj bi bila končana v 30 do 40 minutah.

Tabela 1

Določanje količine amonijakovega dušika ter amonijakovega in nitratovega dušika v gnojilih

Tabela tehtanja, razredčevanja in računanja, ki se morajo opraviti za vsako od različic a, b in c te metode

Različica a

Približna največja količina dušika za destilacijo: 50 mg.

0,1 N žveplova kislina, ki se vnese v sprejemno bučko: 50 ml.

Retitracija z 0,1 N NaOH ali KOH.

Deklaracija (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destiliranje (ml)	Izražanje rezultata [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

Različica b

Približna največja količina dušika za destilacijo: 100 mg.

0,2 N žveplova kislina, ki se vnese v sprejemno bučko: 50 ml.

Retitracija z 0,2 N NaOH ali KOH.

Deklaracija (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destiliranje (ml)	Izražanje rezultata [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

Različica c

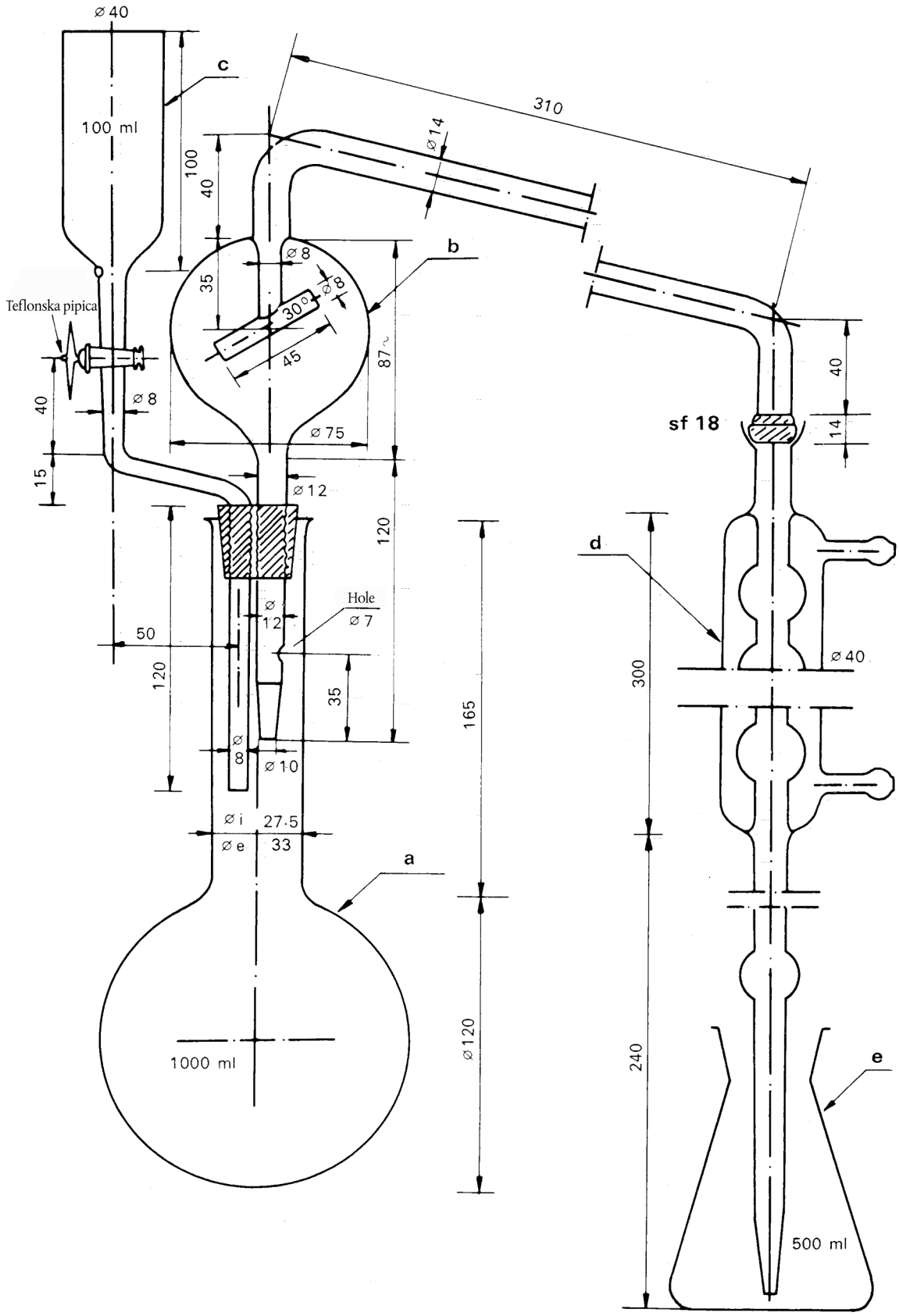
Približna največja količina dušika za destilacijo: 200 ml.

0,5 N žveplova kislina, ki se vnese v sprejemno bučko: 35 ml.

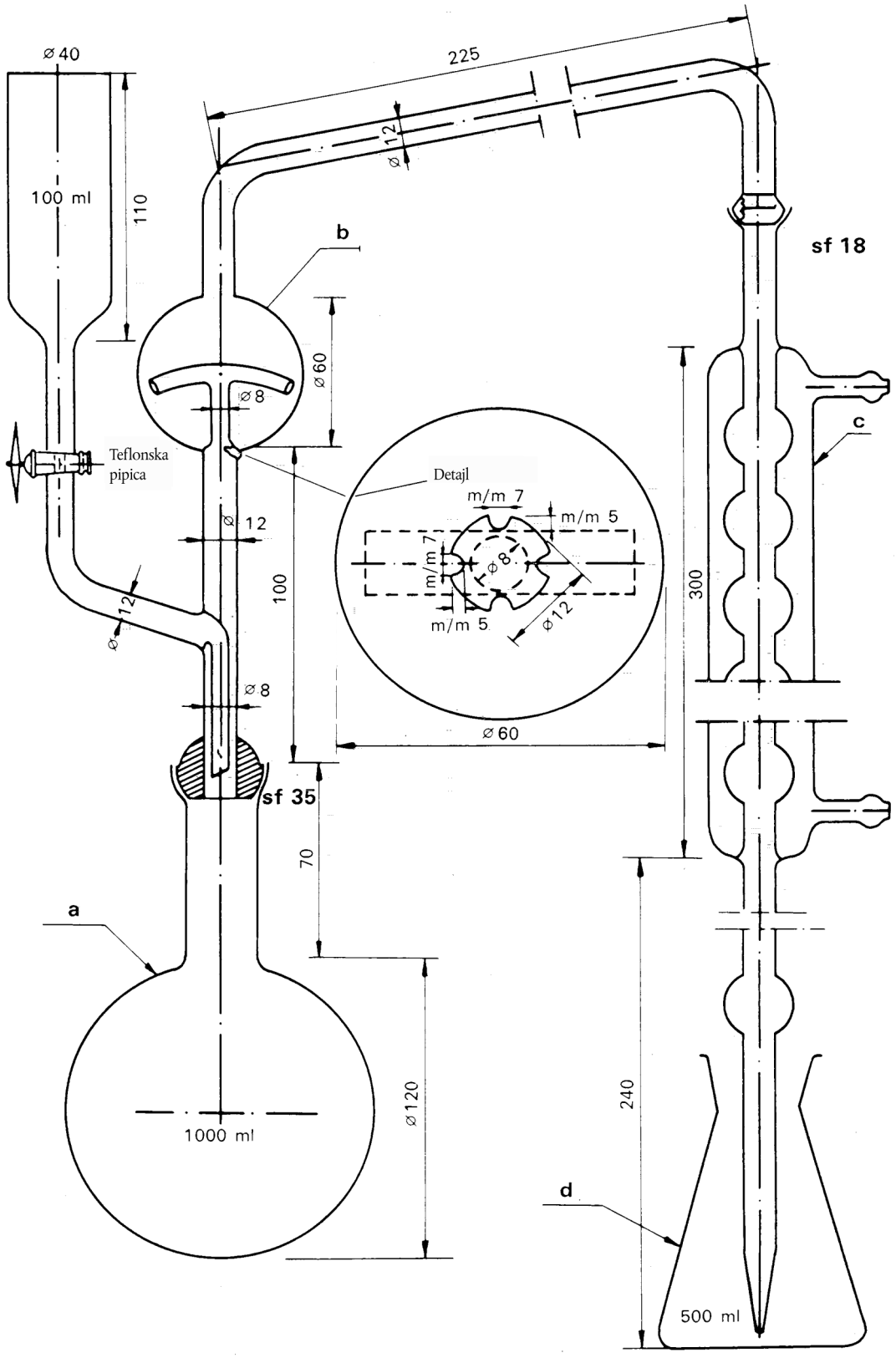
Retitracija z 0,5 N NaOH ali KOH.

Deklaracija (% N)	Količina za tehtanje (g)	Razredčenje (ml)	Raztopina vzorca za destiliranje (ml)	Izražanje rezultata [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

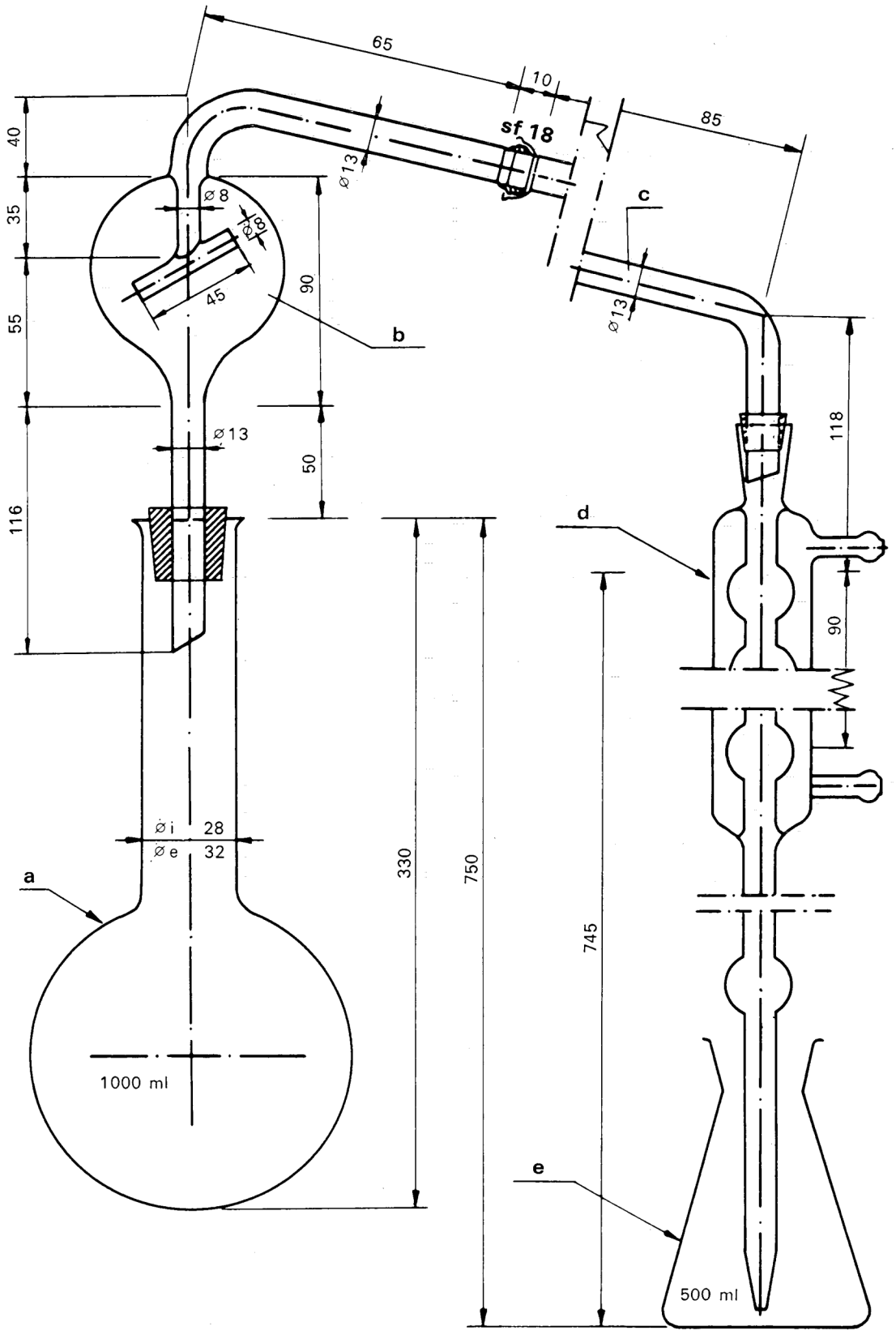
[1] V tej formuli za izražanje rezultatov:
50 ali 35 = mililitri standardne raztopine žveplove kisline, ki se vnese v sprejemno posodo;
A = mililitri natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljenega za retitracijo;
F = faktor, ki obsega stehtano količino, razredčino, alikvotni delež raztopine vzorca za destilacijo in prostorninski ekvivalent.


⌀ 40
c
100 ml
100
40
310
⌀ 14
b
⌀ 8
35
⌀ 8
30°
45
87
Teflonska pipica
40
⌀ 8
15
⌀ 75
⌀ 12
120
sf 18
40
14
d
Hole
⌀ 7
⌀ 12
50
120
35
165
⌀ 8
⌀ 10
⌀ i
27·5
⌀ e
33
a
1000 ml
⌀ 120
300
⌀ 40
240
e
500 ml

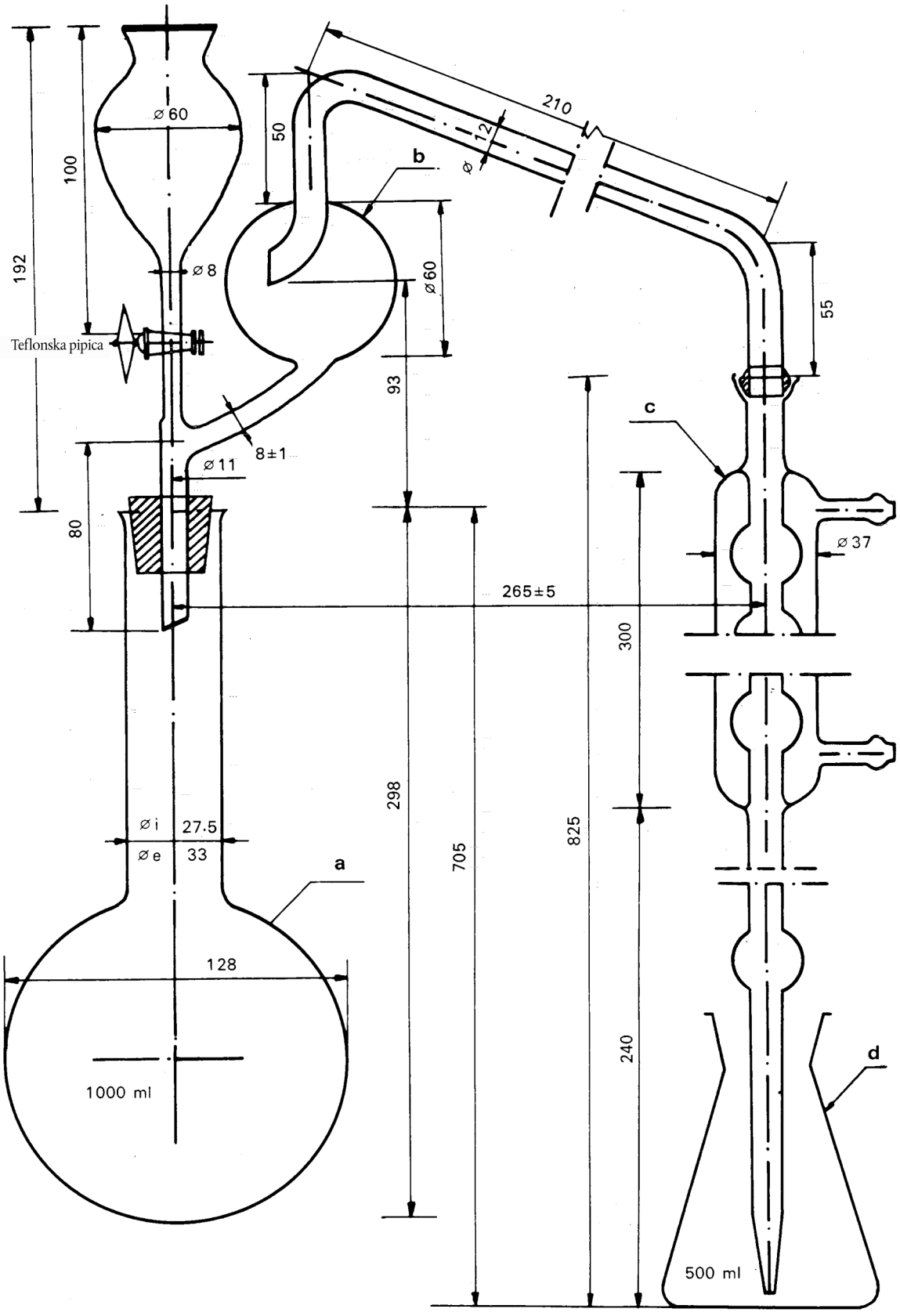
Slika 1


⌀40
225
⌀12
100 ml
110
b
sf 18
⌀60
⌀8
Teflonska pipica
Detajl
m/m 7
m/m 5
⌀12
100
300
c
⌀8
⌀60
sf 35
70
a
⌀120
1000 ml
240
d
500 ml

Slika 2


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

Slika 3


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

Slika 4

Pojasnilo k slikam 1, 2, 3 in 4

Slika 1

(a) Bučka z ovalnim dnom in dolgim vratom, kapacitete 1 000 ml.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo, povezana s kondenzatorjem z okroglim zgibom (št. 18) (okrogli zgib za povezovanje s kondenzatorjem se lahko nadomesti z ustrezno gumijasto povezavo).

(c) Lij s teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida (pipica se lahko prav tako nadomesti z gumijasto povezavo s sponko).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami in okroglim zgibom (št. 18) na vhodu in na izhodu povezan s stekleno cevjo podaljška z majhno gumijasto povezavo (kadar je povezava z destilacijsko cevjo narejena z gumijasto cevjo, se lahko okrogli zgib nadomesti z ustreznim gumijastim čepom).

(e) 500-mililitrska steklenička, v katero se zbira destilat.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 2

(a) Bučka z ovalnim dnom, kratkim vratom, kapaciteto 1 000 ml in okroglim zgibom (št. 35).

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo, opremljena z okroglim zgibom (št. 35) na vhodu in okroglim zgibom (št. 18) na izhodu, ob strani povezana z lijem, ki ima teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida.

(c) Kondenzator s šestimi razširitvami, okroglim zgibom (št. 18) na vhodu in na izhodu povezan s stekleno cevjo podaljška z majhno gumijasto povezavo.

(d) 500-mililitrska bučka, v katero se zbira destilat.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 3

(a) Bučka z ovalnim dnom, dolgim vratom, kapaciteto 750 ali 1 000 ml in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim zgibom (št. 18) na izhodu.

(c) Upognjena cev z okroglim zgibom (št. 18) na vhodu in kapalnim stožcem (povezava z destilacijsko cevjo se lahko naredi z gumijasto cevjo namesto okroglega zgiba).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami, na izhodu povezan s steklenim cevastim podaljškom z majhno gumijasto povezavo.

(e) 500-mililitrska bučka za zbiranje destilata.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Slika 4

(a) Bučka z ovalnim dnom, dolgim vratom, kapaciteto 1 000 ml in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim zgibom (št. 18) na izhodu, ob strani povezana s teflonsko pipico za dodajanje natrijevega hidroksida (namesto okroglega zgiba se lahko uporabi ustrezen gumijasti zamašek; pipica se lahko nadomesti z gumijasto povezavo z ustrezno sponko).

(c) Kondenzator s šestimi razširitvami in okroglim zgibom (št. 18) na vhodu, na izhodu povezan s stekleno cevjo podaljška z gumijasto povezavo (kadar se povezava z destilacijsko cevjo naredi z gumijasto cevjo, se lahko okrogli zgib nadomesti z ustreznim gumijastim zamaškom).

(d) 500-mililitrska bučka za zbiranje destilata.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Metode 2.2

DOLOČANJE DUŠIKA V OBLIKI NITRATA IN AMONIJAKA

Metoda 2.2.1

DOLOČANJE DUŠIKA V OBLIKI NITRATA IN AMONIJAKA PO ULSCHU

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki nitrata in amonijaka z redukcijo po Ulschu.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa dušikova gnojila, skupaj s sestavljenimi gnojili, v katerih je dušik izključno v obliki nitrata ali v obliki amonijaka in nitrata.

3. PRINCIP

Redukcija nitratov in nitritov v amonijak s kovinskim železom v kislem mediju in izpodrivanje tako nastalega amonijaka z dodajanjem presežka natrijevega hidroksida: destilacija amonijaka in določanje vsebnosti amonijaka v znani prostornini standardne raztopine žveplove kisline. Titracija presežka žveplove kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena solna kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode.

4.2 Žveplova kislina: 0,1 N.

4.3 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N.

4.4 Raztopina žveplove kisline: približno 30 % H_2SO_4 (masa/prostornina), brez amonijaka.

4.5 Železo v prahu, reducirano v vodiku (predpisana količina železa mora zadostovati za redukcijo vsaj 0,05 g dušika v obliki nitrata).

4.6 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.7 Raztopine indikatorjev.

4.7.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dolije do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih raztopinah in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.7.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do 100 ml se dolije z vodo in po potrebi filtrira.

Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.8 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.9 Natrijev nitrat za analizo.

5. APARATURE

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1 „Priprava vzorca“.

7. Analitska metoda.

7.1 **Priprava raztopine**

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

7.2 **Postopek**

V sprejemno bučko se vnese natančno odmerjena količina standardne žveplove kisline, kakor je nakazano v tabeli 1 metode 2.1 (različica a), in se doda ustrezna količina raztopine indikatorja 4.7.1 ali 4.7.2. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino standardne kisline v sprejemni bučki.

Z merilno pipeto se prenese alikvotni delež bistre raztopine, kakor je nakazano v tabeli 1 metode 2.1 (različica a), in se vnese v destilacijsko bučko aparature. Doda se 350 ml vode, 20 ml 30 % raztopine žveplove kisline (4.4), se premeša in doda 5 g reduciranega železa (4.5). Vrat bučke se spere z nekaj mililitri vode in se vanj vstavi majhen lij z dolgo cevko. Eno uro se segreva v vreli vodi in se potem opere z nekaj mililitri vode.

Vsebini destilacijske bučke se doda 50 ml koncentrirane raztopine natrijevega hidroksida (4.6) ali 60 ml raztopine koncentriranega natrijevega hidroksida (4.6), če se je za raztapljanje vzorca uporabilo 20 ml solne kisline (1 + 1) (4.1), in pri tem se je treba pazljivo izogibati izgubam amonijaka. Sestavi se aparatura za destilacijo. Amonijak se destilira v skladu s postopkom, prikazanim v metodi 2.1.

7.3 **Slepi test**

Slepi test se opravi pod enakimi pogoji (izključi se vzorec), rezultati pa se uporabijo pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, tako da se uporabi alikvotni delež sveže pripravljene raztopine natrijevega nitrata (4.9), ki vsebuje od 0,045 do 0,050 g dušika.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat analize se izrazi kot odstotek dušika v obliki nitrata ali kombinacij dušika v obliki amonijaka in nitrata v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Metoda 2.2.2

DOLOČANJE KOLIČINE DUŠIKA V OBLIKI NITRATA IN AMONIJAKA PO ARNDU

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki nitrata in amonijaka z redukcijo po Arndu (prilagojen za vsako od različic a, b in c).

2. PODROČJE UPORABE

Glej metodo 2.2.1.

3. PRINCIP

Redukcija nitratov in nitritov v nevtralni vodni raztopini v amonijak s kovinsko zlitino, sestavljeno iz 60 % Cu in 40 % Mg (Arndova zlitina), v navzočnosti magnezijevega klorida.

Destilacija amonijaka in določanje vsebnosti v znani prostornini standardne raztopine žveplove kisline. Titracija presežka kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena solna kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode.

4.2 Žveplova kislina: 0,1 N

4.3 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N } za različico a.

4.4 Žveplova kislina: 0,2 N

4.5 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N } za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.6 Žveplova kislina: 0,5 N

4.7 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 N } za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.8 Raztopina natrijevega hidroksida: približno 2 N.

4.9 Arndova zlitina za analizo: zmleta v prah, tako da gre lahko skozi sito z odprtinami, manjšimi od 1 kvadratnega milimetra.

4.10 20 % raztopina magnezijevega klorida.

V litrski bučki z ravnim dnom se raztopi v približno 600 do 700 ml vode 200 g magnezijevega klorida ($MgCl_2 \times 6H_2O$). Da bi se preprečilo penjenje, se doda 15 g magnezijevega sulfata ($MgSO_4 \times 7H_2O$).

Po raztapljanju se dodata 2 g magnezijevega oksida in nekaj vrelnih kamenčkov, suspenzija pa se z vrenjem koncentrira na 200 ml, s čimer se tudi izločijo vsi sledovi amonijaka v reagentih. To se ohladi, dopolni do prostornine enega litra in prefiltrira.

4.11 Raztopine indikatorjev.

4.11.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.11.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do 100 ml se dolije z vodo in po potrebi filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.11.3 Raztopina indikatorja kongo rdeče.

3 g kongo rdečega se raztopi v enem litru tople vode in se po ohladitvi po potrebi filtrira. Ta indikator se lahko uporabi namesto prej opisanih pri nevtralizaciji kislih izvlečkov pred destilacijo, uporabi pa se 0,5 ml na 100 ml tekočine, ki naj bi se nevtralizirala.

4.12 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.13 Natrijev nitrat za analizo.

5. APARATURE

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. ANALITSKA METODA

7.1 **Priprava raztopin za analizo.**

Glej metodo 2.1 „Določanje dušika v obliki amonijaka“.

7.2 **Analiza raztopine**

V skladu z izbrano različico se v sprejemno bučko vnese natančno odmerjena količina standardne žveplove kisline, kakor je nakazano v tabeli 1 metode 2.1. Doda se ustrezna količina izbrane raztopine indikatorja (4.11.1 ali 4.11.2) in končno tudi dovolj vode, da bi se dobila prostornina vsaj 50 ml. Konec podaljška cevi kondenzatorja mora biti pod površino raztopine.

Z merilno pipeto se v skladu s tabelo 1 odvzame ustrezni alikvotni delež bistre raztopine. Vnese se v destilacijsko bučko.

Doda se zadostna količina vode, da bi se dobila prostornina približno 350 ml (glej opombo 1), 10 g Arndove zlitine (4.9), 50 ml raztopine magnezijevega klorida (4.10) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.12). Bučka se hitro poveže z aparaturo za destilacijo. Zmerno se segreva približno 30 minut. Nato se gretje poveča, da bi se destiliral amonijak. Destilacija se nadaljuje vsaj še pol ure. Potem bi moral imeti ostanek v bučki sirupasto gostoto. Ko se destilacija konča, se presežek kisline v sprejemni bučki titrira v skladu s postopkom v metodi 2.1.

Opomba 1

Kadar je raztopina vzorca kisla (dodatek 20 ml HCl (1 + 1) (4.1) pri raztapljanju vzorca), se alikvotni delež, odvzet za analizo, nevtralizira takole: v destilacijsko bučko, ki vsebuje odvzeti alikvotni delež, se doda 250 ml vode, potrebna količina enega izmed indikatorjev (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) in se previdno strese.

Nevtralizira se z 2 N raztopino natrijevega hidroksida (4.8) in se znova nakisa s kapljico solne kisline (1 + 1) (4.1). Nato se nadaljuje, kakor je nakazano v 7.2 (druga vrstica).

7.3 **Slepi test**

Slepi test se opravi pod enakimi pogoji in se upošteva pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se uporablja pravilna tehnika, tako da se uporabi sveže pripravljena raztopina natrijevega nitrata (4.13), ki vsebuje od 0,050 do 0,150 g dušika v obliki nitrata, kar je odvisno od izbrane različice.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Glej metodo 2.2.1.

Metoda 2.2.3

DOLOČANJE DUŠIKA V OBLIKI NITRATA IN AMONIJAKA PO DEVARDU

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja dušika v obliki nitrata in amonijaka z redukcijo po Devardu (prilagojen za vsako izmed različic a, b in c).

2. PODROČJE UPORABE

Glej metodo 2.2.1.

3. PRINCIP

Redukcija nitratov in nitritov v amonijak v močno alkalni raztopini s kovinsko zlitino, ki jo sestavlja 45 % Al, 5 % Zn in 50 % Cu (Devardova zlitina). Destilacija amonijaka in določanje vsebnosti v znani prostornini standardne žveplove kisline; titracija presežka žveplove kisline s standardno raztopino natrijevega ali kalijevega hidroksida.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena solna kislina: en volumski del HCl (d = 1,18) in en volumski del vode.

4.2 Žveplova kislina: 0,1 N

4.3 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N } za različico a.

4.4 Žveplova kislina: 0,2 N

4.5 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N } za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.6 Žveplova kislina: 0,5 N

4.7 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 N } za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.8 Devardova zlitina za analizo.

Zmleta, tako da je gre lahko od 90 do 100 % skozi sito z odprtinami, manjšimi od 0,25 kvadratnega milimetra, skozi sito z odprtinami, manjšimi od 0,075 kvadratnega milimetra, pa od 50 do 75 %.

Priporočajo se poprej napolnjene stekleničke, ki vsebujejo največ 100 g.

4.9 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.10 Raztopine indikatorjev.

4.10.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.10.2 Indikator metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do prostornine 100 ml se dolije voda in se po potrebi filtrira.

Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.11 Etanol, od 95 do 96 %.

4.12 Natrijev nitrat za analizo.

5. APARATURE

Glej metodo 2.1.

5.1 Aparatura za destilacijo, sestavljena iz bučke z ovalnim dnom ustrezne kapacitete, z destilacijsko cevjo povezana s kondenzatorjem in dodatno opremljena z zanko za mehurčke na sprejemni bučki, ki preprečuje izgubljanje amonijaka.

Vrsta aparature, ki je odobrena za to določanje, je skupaj z vsemi sestavnimi deli prikazana na sliki 5.

5.2 Pipete, 10, 20, 25, 50, 100 in 200 ml.

5.3 500-mililitrska merilna bučka.

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Priprava vzorca za analizo**

Glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

7.2 **Analiza raztopine**

Količina dušika v obliki nitrata v alikvotnem deležu raztopine ne sme presegati največje količine, navedene v tabeli 1.

V skladu z izbrano različico se v sprejemno bučko vnese natančno odmerjena količina standardne žveplove kisline, kakor je nakazano v tabeli 1. Doda se ustrezna količina izbrane raztopine indikatorja (4.10.1 ali 4.10.2) in končno zadostna količina vode, da se dobi prostornina 50 ml. Konec cevastega podaljška kondenzatorja naj bo pod površino raztopine. Zanka za mehurčke se napolni z destilirano vodo.

Z merilno pipeto se odvzame alikvotni delež, kakor je nakazano v tabeli 1 metode 2.1. Vnese se v destilacijsko bučko.

V destilacijsko bučko se doda zadostna količina vode, da se dobi prostornina od 250 do 300 ml, 5 ml etanola (4.11) in 4 g Devardove zlitine (4.8). (Glej opombo 2.)

Ob potrebnih varnostnih ukrepih, s katerimi se izognemo izgubam amonijaka, se v bučko doda približno 30 ml 30 % raztopine natrijevega hidroksida (4.9) in končno pri vzorcih, ki so topni v kislinah, še dodatna količina, zadostna za nevtralizacijo količine solne kisline (4.1) v alikvotnem deležu, odvzetem za analizo. Destilacijska bučka se tesno poveže s pripravo. Bučka se previdno strese, da se vsebina premeša.

Počasi se segreva, tako da se v približno pol ure vsebnost vodika znatno zmanjša, tekočina pa zavre. Destilacija se nadaljujte s poviševanjem toplote za toliko, da se v približno 30 minutah predestilira vsaj 200 ml tekočine (destilacija ne sme trajati več kakor 45 minut).

Ko se destilacija konča, se sprejemna bučka loči od aparature, previdno se opereta cev podaljška in zanka za mehurčke, sprana snov pa se zbere v titracijsko bučko. Presežek kisline se titrira v skladu s postopkom iz metode 2.1.

Opomba 2

V navzočnosti kalcijevih soli, kakršni sta kalcijev nitrat in kalcijev amonijev nitrat, je treba pred destilacijo za vsak gram vzorca v alikvotu dodati 0,700 g natrijevega fosfata ($Na_2HPO_4 \times 2H_2O$), da bi se preprečilo nastajanje $Ca(OH)_2$.

7.3 **Slepi test**

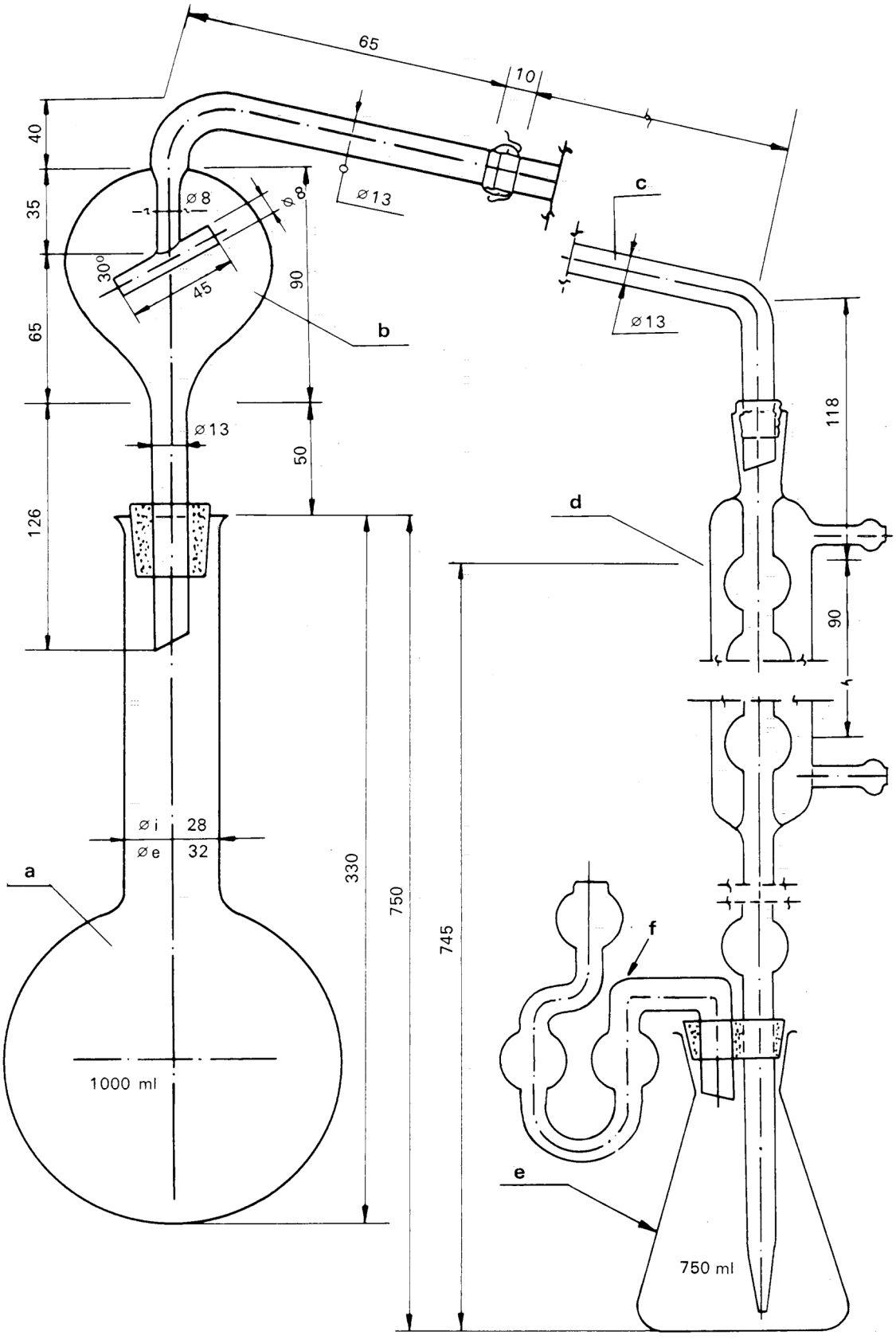
Slepi test se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnih rezultatov.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, tako da se uporabi alikvot sveže pripravljene raztopine natrijevega nitrata (4.12), ki vsebuje v skladu z izbrano različico od 0,50 do 0,150 g dušika v obliki nitrata.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Glej metodo 2.2.1.


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

Slika 5

Pojasnilo k sliki 5

(a) 750-mililitrska (1 000-mililitrska ml) bučka z ovalnim dnom, dolgim vratom in razširjenim ustjem.

(b) Destilacijska cev z brizgalno glavo in okroglim zgibom št. 18 na izhodu.

(c) Ukrivljena cev z okroglim zgibom št. 18 na vhodu in s kapalnim stožcem na izhodu (namesto okroglega zgiba se lahko uporabi tudi ustrezna gumijasta povezava).

(d) Kondenzator s šestimi razširitvami in s cevjo podaljška, priključeno na gumijasti zamašek, ki drži zanko za mehurčke.

(e) 750-mililitrska sprejemna bučka.

(f) Zanka za mehurčke za preprečevanje izgub amonijaka.

Oprema je izdelana iz borosilikatnega stekla.

Metode 2.3

DOLOČANJE KOLIČINE SKUPNEGA DUŠIKA

Metoda 2.3.1

DOLOČANJE KOLIČINE SKUPNEGA DUŠIKA V KALCIJEVEM CIANAMIDU BREZ NITRATOV

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine skupnega dušika v kalcijevem cianamidu brez nitratov.

2. PODROČJE UPORABE

Izključno samo za kalcijev cianamid (brez nitratov).

3. PRINCIP

Po Kjeldahlovem razklopu se nastali amonijakov dušik izpodrine z natrijevim hidroksidom, zbere se in se oceni v standardni raztopini žveplove kisline.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Razredčena žveplova kislina (d = 1,54): en volumski del žveplove kisline (d = 1,84) in en volumski del vode.

4.2 Kalijev sulfat za analizo.

4.3 Bakrov oksid (CuO): od 0,3 do 0,4 g za vsako določitev ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata, od 0,95 do 1,25 g za vsako določitev.

4.4 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.5 Žveplova kislina: 0,1 N

4.6 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N } za različico a (glej metodo 2.1).

4.7 Žveplova kislina: 0,2 N

4.8 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N } za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.9 Žveplova kislina: 0,5 N

4.10 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonata: 0,5 N } za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.11 Raztopine indikatorjev.

4.11.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.11.2 Indikator metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola in se do prostornine 100 ml dolije z vodo. Po potrebi se filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.12 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.13 Kalijev tiocianat za analizo.

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo, glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

5.2 Kjeldahlova bučka z dolgim vratom in ustrezno kapaciteto.

5.3 Pipete, 50, 100 in 200 ml.

5.4 250-mililitrska merilna bučka.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Priprava raztopine**

Na 0,001 g natančno se odtehta 1 g vzorca in se vnese v Kjeldahlovo bučko. Doda se 50 ml razredčene žveplove kisline (4.1), od 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.2) in predpisani katalizator (4.3). Počasi se segreva, da izgine voda, se pusti zmerno vreti dve uri, nato se pusti, da se ohladi, in se razredči z od 100 do 150 ml vode. Znova se ohladi in suspenzija se kvantitativno prenese v 250-mililitrsko merilno bučko, nato se do končne prostornine dolije z vodo, se strese in filtrira skozi suh filter v suho bučko.

7.2 **Analiza raztopine**

S pipeto se v skladu z izbrano različico (glej metodo 2.1) prenese 50, 100 ali 200 ml tako dobljene raztopine, se destilira amonijak, kakor je opisano v metodi 2.1, in se doda zadostna količina raztopine NaOH (4.4), da bi se zagotovil njen znatni presežek.

7.3 **Slepi test**

Slepi test (izključi se vzorec) se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, tako da se uporabi alikvot standardne raztopine kalijevega tiocianata (4.13) s približno enako koncentracijo dušika, kakor je v vzorcu.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat se izrazi kot odstotek dušika (N) v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Različica a: % N = (50 – A) × 0,7.

Različica b: % N = (50 – A) × 0,7.

Različica c: % N = (35 – A) × 0,875.

Metoda 2.3.2

DOLOČANJE KOLIČINE SKUPNEGA DUŠIKA V KALCIJEVEM CIANAMIDU Z NITRATI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine skupnega dušika v kalcijevem cianamidu.

2. PODROČJE UPORABE

Metoda je uporabna za kalcijev cianamid z nitrati.

3. PRINCIP

Kjeldahlova metoda se ne more neposredno uporabiti za kalcijeve cianamide, ki vsebujejo nitrate. Zato se dušik v obliki nitrata pred Kjeldahlovim razklopom reducira v amonijak s kovinskim železom in kositrovim kloridom.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Žveplova kislina (d = 1,84).

4.2 Železo v prahu, reducirano v vodiku.

4.3 Kalijev sulfat v drobnem prahu, za analizo.

4.4 Standardna raztopina žveplova kisline: 0,1 N

4.5 Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksidabrez karbonatov: 0,1 N

} za različico a (glej metodo 2.1).

4.6 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,2 N

4.7 Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N

} za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.8 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,5 N

4.9 Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 N

} za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.10 Raztopine indikatorjev.

4.10.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorja.

4.10.2 Indikator metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola, se do prostornine 100 ml dolije z vodo in se po potrebi filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.11 Raztopina kositrovega klorida.

120 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ se raztopi v 400 ml koncentrirane solne kisline (d = 1,18) in se do prostornine enega litra dolije z vodo. Raztopina mora biti popolnoma bistra in pripravljena tik pred uporabo. Bistveno je preverjanje redukcijske moči kositrovega klorida.

Opomba

0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ se raztopi v 2 ml koncentrirane solne kisline (d = 1,18) in se do prostornine 50 ml dolije z vodo. Nato se doda 5 g Rochellove soli (kalijev natrijev tartrat) in zadostna količina natrijevega bikarbonata za analizo raztopine, da bi se lahko pri testu z lakmusovim papirjem dokazala alkalna reakcija.

V navzočnosti raztopine škroba, ki se uporabi kot indikator, se titrira z 0,1 N raztopino joda.

1 ml 0,1 N raztopine joda ustreza 0,01128 g $SnCl_2 \times 2H_2O$.

Vsaj 80 % celotnega kositra v tako pripravljeni raztopini mora biti v divalentni obliki. Poraba pri titraciji mora biti vsaj 35 ml 0,1 N raztopine joda.

4.12 Raztopina natrijevega hidroksida, ki vsebuje vsaj 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.13 Standardna raztopina nitrata in amonijaka.

Za analizo se odtehta 2,5 g kalijevega nitrata in 10,16 g amonijevega sulfata in to se vnese v 250-mililitrsko merilno bučko. Raztopi se v vodi in dopolni do prostornine 250 ml. 1 ml te raztopine vsebuje 0,01 g dušika.

4.14 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

5. APARATURE

Glej metodo 2.3.1.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Priprava raztopine**

Na 0,001 g natančno se odtehta 1 g vzorca in se vnese v Kjeldahlovo bučko. Doda se 0,5 g železa v prahu (4.2) in 50 ml raztopine kositrovega klorida (4.11), se premeša in pusti stati pol ure. V tem času se raztopina znova premeša po 10 in 20 minutah. Nato se doda 10 g kalijevega sulfata (4.3) in 30 ml žveplove kisline (4.1). To se zavre in se nadaljuje postopek še uro po nastanku belih par. Pusti se, da se ohladi, in se razredči z od 100 do 150 ml vode. Suspenzija se kvantitativno prenese v 250-mililitrsko merilno bučko, se ohladi in se do končne prostornine dolije z vodo, se premeša in filtrira skozi suh filter v suho posodo. Namesto nadaljnjega odsesavanja suspenzije za uporabo različice a, b ali c iz metode 2.1 se dušik v obliki amonijaka v tej raztopini lahko destilira tudi neposredno, po dodatku zadostne količine natrijevega hidroksida, da bi se tako zagotovil velik presežek (4.12).

7.2 **Analiza raztopine**

S pipeto v skladu z različico a, b ali c, uporabljeno v metodi 2.1, se prenese 50, 100 ali 200 ml tako dobljene raztopine. Amonijak se destilira v skladu s postopkom, opisanim v metodi 2.1, pri čemer je treba biti pozoren na dodatek zadostne količine raztopine natrijevega hidroksida (4.12) v destilacijsko bučko, da bi se zagotovil velik presežek.

7.3 **Slepi test**

Slepi test (izključi se vzorec) se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, s standardno raztopino, ki vsebuje količine dušika v obliki amonijaka in nitrata, primerljive s količinami dušika v obliki cianamida in nitrata v nitriranem kalcijevem cianamidu.

V ta namen se v Kjeldahlovo bučko vnese 20 ml standardne raztopine (4.13).

Analiza se opravi v skladu z metodo, opisano v 7.1 in 7.2.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat analize je treba izraziti kot odstotek skupnega dušika (N) v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Različica a: % N = (50 − A) × 0,7.

Različica b: % N = (50 − A) × 0,7.

Različica c: % N = (35 − A) × 0,875.

Metoda 2.3.3

DOLOČANJE KOLIČINE SKUPNEGA DUŠIKA V UREI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine skupnega dušika v urei.

2. PODROČJE UPORABE

Ta metoda se uporablja izključno za gnojila iz uree brez nitratov.

3. PRINCIP

Urea se kvantitativno pretvori v amonijak s segrevanjem do vrelišča v navzočnosti žveplove kisline. Tako dobljeni amonijak se destilira iz alkalnega medija, destilat se zbere v presežku standardne žveplove kisline. Presežek kisline se titrira s standardno alkalno raztopino.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Žveplova kislina, koncentrirana (d = 1,84).

4.2 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.3 Žveplova kislina: 0,1 N

4.4 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,1 N } za različico a (glej metodo 2.1).

4.5 Žveplova kislina: 0,2 N

4.6 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,2 N } za različico b (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.7 Žveplova kislina: 0,5 N

4.8 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida brez karbonatov: 0,5 N } za različico c (glej opombo 2, metoda 2.1).

4.9 Raztopine indikatorjev.

4.9.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.9.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola in se do prostornine 100 ml dolije z vodo. Po potrebi se filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.10 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.11 Urea za analizo.

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo, glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

5.2 500-mililitrska merilna bučka.

5.3 Pipete, 25, 50 in 100 ml.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Priprava raztopine**

Na 0,001 g natančno se odtehta 2,5 g pripravljenega vzorca, se vnese v 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko in se navlaži z 20 ml vode. Premeša se v 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4.1) in se doda nekaj steklenih kroglic, da se prepreči trkanje. Da se prepreči škropljenje, se nastavi na vrat bučke stekleni lij z dolgo cevko. Segreva se, na začetku počasi, nato pa močneje, dokler se ne opazijo bele pare (od 30 do 40 minut).

Ohladi se in se razredči z od 100 do 150 ml vode. Kvantitativno se prenese v 500-mililitrsko merilno bučko in se odstrani morebitna usedlina. Počaka se, da se ohladi na sobno temperaturo. Do končne prostornine se dolije z vodo, se premeša in po potrebi filtrira skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

7.2 **Analiza raztopine**

Z merilno pipeto se prenese 25, 50 ali 100 ml tako dobljene raztopine v destilacijsko bučko v skladu z izbrano različico (glej metodo 2.1). Destilira se amonijak, kakor je opisano v metodi 2.1, ob dodajanju zadostne količine NaOH (d = 1,33) (4.2) v destilacijsko bučko, da se zagotovi znaten presežek.

7.3 **Slepi test**

Slepi test (izključi se vzorec) se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred analizo z alikvotnim deležem sveže pripravljene raztopine uree (4.11) se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat analize se izrazi kot odstotek dušika (N) v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Različica a: % N = (50 − A) × 1,12.

Različica b: % N = (50 − A) × 1,12.

Različica c: % N = (35 − A) × 1,40.

Metoda 2.4

DOLOČANJE KOLIČINE DUŠIKA V OBLIKI CIANAMIDA

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine dušika v obliki cianamida.

2. PODROČJE UPORABE

Kalcijev cianamid in mešanice kalcijevega cianamida/nitrata.

3. PRINCIP

Dušik v obliki cianamida se obori kot srebrov kompleks in se določi v oborini po Kjeldahlovi metodi.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in vseh dušikovih spojin.

4.1 Ledocetna kislina.

4.2 Raztopina amonijaka, ki vsebuje 10 % amonijaka (d = 0,96).

4.3 Amonijačna raztopina srebra, v skladu s Tollensom.

Zmeša se 500 ml 10% raztopine srebrovega nitrata ($AgNO_3$) v vodi s 500 ml 10% amonijaka (4.2).

Mešanica se po nepotrebnem ne izpostavlja svetlobi, toploti ali zraku. Raztopina se tako ponavadi ohrani več let. Dokler ostane bistra, je reagent še vedno kakovosten.

4.4 Koncentrirana žveplova kislina (d = 1,84).

4.5 Kalijev sulfat za analizo.

4.6. Bakrov oksid (CuO), od 0,3 do 0,4 g za vsako določanje, ali ekvivalentna količina bakrovega sulfata pentahidrata, od 0,95 do 1,25 g za vsako določanje.

4.7 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 30 % NaOH (d = 1,33), brez amonijaka.

4.8 Žveplova kislina: 0,1 N.

4.9 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 N.

4.10 Raztopine indikatorjev.

4.10.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic).

4.10.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola in se do prostornine 100 ml dolije z vodo. Po potrebi se filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.11 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.12 Kalijev tiocianat za analizo.

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo, glej metodo 2.1 „Določanje količine dušika v obliki amonijaka“.

5.2 500-mililitrska merilna bučka (npr. Stohmann).

5.3 Kjeldahlova bučka z dolgim vratom in ustrezno kapaciteto (od 300 do 500 ml).

5.4 50-mililitrska pipeta.

5.5 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Varnostni ukrepi**

Kadar se uporablja kakršna koli amonijačna raztopina srebra, je treba imeti varovalna očala. Takoj ko se na površini tekočine oblikuje tanka membrana, lahko zaradi tresenja nastane eksplozija, zato je potrebna najvišja stopnja previdnosti.

7.2 **Priprava raztopine za analizo**

Na 0,001 g natančno se odtehta 2,5 g vzorca in se vnese v majhno stekleno terilnico. Vzorec se trikrat zmelje z vodo, po vsakem mletju se voda odlije v 500-mililitrsko Stohmannovo merilno bučko. Vzorec se kvantitativno prenese v 500-mililitrsko Stohmannovo merilno bučko, terilnica, bat in lij pa se sperejo z vodo. Približno do prostornine 400 ml se dolije z vodo. Doda se 15 ml ocetne kisline (4.1). Na rotacijskem stresalniku (5.5) se stresa dve uri.

Do prostornine 500 ml se dolije z vodo, se premeša in filtrira.

Analiza mora biti opravljena čimprej.

7.3 **Analiza vzorca**

50 ml filtrata se prenese v 250-mililitrsko čašo.

Doda se raztopina amonijaka (4.2), dokler ne postane rahlo alkalna, in se doda 30 ml tople amonijačne raztopine srebra (4.3), da bi se oboril rumeni srebrov kompleks cianamida.

Pusti se čez noč, se filtrira in oborina se spira s hladno vodo, dokler v njej ni več amonijaka.

Filter in oborina, še vedno vlažna, se vneseta v Kjeldahlovo bučko, doda se od 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.5), katalizator (4.6) v predpisani količini, nato 50 ml vode in 25 ml koncentrirane žveplove kisline (4.4).

Bučka se ob rahlem stresanju počasi segreva, dokler vsebina ne zavre. Temperatura se poviša in se pusti vreti, dokler vsebina bučke ne postane brezbarvna ali bledo zelena.

Vre naj še eno uro, nato naj se ohladi.

Tekočina se kvantitativno prenese iz Kjeldahlove bučke v destilacijsko bučko, doda se nekaj vrelnih kamenčkov (4.11) in se dolije z vodo do končne prostornine približno 350 ml. Premeša se in ohladi.

Amonijak se destilira v skladu z različico a metode 2.1, tako da se doda zadostna količina raztopine NaOH (4.7), da bi se zagotovil znaten presežek.

7.4 **Slepi test**

Slepi test (izključi se vzorec) se opravi pod enakimi pogoji in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.5 **Kontrolni test**

Pred analizo z alikvotnim deležem standardne raztopine kalijevega tiocianata (4.12), ki ustreza 0,05 g dušika, se preveri, ali priprava pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat analize se izrazi kot odstotek cianamidnega dušika v gnojilu, kakor je bilo sprejeto za analizo.

Različica a: % N = (50 − A) × 0,56.

Metoda 2.5

SPEKTROFOTOMETRIČNO DOLOČANJE KOLIČINE BIURETA V UREI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine biureta v urei.

2. PODROČJE UPORABE

Ta metoda se uporablja izključno za ureo.

3. PRINCIP

V alkalnem mediju in v navzočnosti kalijevega natrijevega tartrata sestavljata biuret in divalentni bakrov ion vijoličasto bakrovo spojino. Optična gostota raztopine se izmeri pri valovni dolžini približno 546 nm (nanometrov).

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez ogljikovega dioksida in amonijaka. Kakovost te vode je pri tem določanju še posebno pomembna.

4.1 Metanol.

4.2 Raztopina žveplove kisline, približno 0,1 N.

4.3 Raztopina natrijevega hidroksida, približno 0,1 N.

4.4 Alkalna raztopina kalijevega natrijevega tartrata.

V litrski merilni bučki se v 500 ml vode raztopi 40 g natrijevega hidroksida in se pusti, da se ohladi. Doda se 50 g kalijevega natrijevega tartrata ($NaKC_4H_4O_6 \times 4H_2O$). Dopolni se do oznake. Pred uporabo se pusti stati 24 ur.

4.5 Raztopina bakrovega sulfata.

V litrski merilni bučki se v 500 ml vode raztopi 15 g bakrovega sulfata ($CuSO_4 \times 5H_2O$). Dopolni se do oznake.

4.6 Sveže pripravljena standardna raztopina biureta.

V 250-mililitrski merilni bučki se v vodi raztopi 0,250 g čistega biureta [1])Dopolni se do prostornine 250 ml. 1 ml te raztopine vsebuje 0,001 g biureta.

4.7 Raztopina indikatorja.

V 100-mililitrski merilni bučki se raztopi 0,1 g metilno rdečega v 50 ml 95 % etanola in se do prostornine 100 ml dolije z vodo. Če ostanejo kakršne koli netopne snovi, se filtrira.

5. APARATURE

5.1 Spektrofotometer ali fotometer s filtri, katerih občutljivost in natančnost omogočata ponovljivost meritev manj kakor 0,5 % T [2]).

5.2 Merilne bučke, 100, 250 in 1 000 ml.

5.3 Merilne pipete, 2, 5, 10, 20, 25 in 50 ml, ali 25-mililitrska graduirana bireta z razdelki 0,05 ml.

5.4 250-mililitrska čaša.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Priprava umeritvene krivulje**

0, 2, 5, 10, 20, 25 in 50 ml alikvotov standardne raztopine biureta (4.6) se prenese v skupino sedmih 100-mililitrskih merilnih bučk. Do prostornine približno 50 ml se dolije z vodo, se doda kapljica indikatorja (4.7) in se po potrebi nevtralizira z 0,1 N žveplovo kislino (4.2). Primeša se 20 ml alkalne raztopine tartrata (4.4) in nato 20 ml raztopine bakrovega sulfata (4.5).

([1]) Biuret se lahko prej prečisti s spiranjem z raztopino amonijaka (10 %), nato z acetonom in se posuši v vakuumu.
([2]) Glej točko 9 „Dodatek“.

Opomba

Te raztopine se morajo izmeriti z dvema preciznima biretama, ali še bolje s pipetama.

Do prostornine 100 ml se dolije destilirana voda, se premeša in pusti stati 15 minut pri 30 ± 2 ^{0}C.

Z biuretno raztopino „O“ kot referenco se izmeri absorbanca vsake raztopine pri valovni dolžini približno 546 nm ob uporabi kivet ustrezne debeline.

Umeritvena krivulja se nariše tako, da se absorbanca nanese na ordinato, ustrezne količine biureta v miligramih pa na absciso.

7.2 **Priprava raztopine za analizo**

Na 0,001 g natančno se odtehta 10 g pripravljenega vzorca; raztopi se v približno 150 ml vode v 250-mililitrski merilni bučki in se dopolni do oznake. Po potrebi se filtrira.

Pripomba 1

Če vzorec za analizo vsebuje več kakor 0,015 g dušika v obliki amonijaka, se v 250-mililitrski čaši raztopi v 50 ml metanola (4.1). Nato se z izparevanjem zmanjša prostornina na približno 25 ml. Kvantitativno se prenese v 250-mililitrsko merilno bučko. Do oznake se dopolni z vodo. Po potrebi se filtrira skozi suh naguban filter v suho posodo.

Pripomba 2

Odstranitev opalescence: če je navzoča kakršna koli koloidna spojina, lahko pri filtriranju nastopijo težave. Raztopina, namenjena za analizo, se v tem primeru pripravi takole: vzorec za analizo se raztopi v 150 ml vode, doda se 2 ml 1 N solne kisline in raztopina se filtrira skozi dva gladka in zelo fina filtra v 250-mililitrsko merilno bučko. Filtra se opereta z vodo in raztopina se dopolni do končne prostornine. Postopek se nadaljuje v skladu z metodo, opisano v 7.3, „Določanje“.

7.3 **Določanje**

V skladu z domnevno vsebnostjo biureta se s pipeto prenese 25 ali 50 ml iz raztopine, navedene v 7.2, ta količina se vnese v 100-mililitrsko merilno bučko in se po potrebi nevtralizira z 0,1 N reagentom (4.2 ali 4.3), kakor je zahtevano, ob uporabi metilno rdečega kot indikatorja, ter se z enako natančnostjo kakor pri pripravi umeritvene krivulje doda še 20 ml alkalne raztopine kalijevega natrijevega tartrata (4.4) in 20 ml raztopine bakra (4.5). Dopolni se do končne prostornine, se dobro premeša in pusti stati 15 minut pri 30 ± 2 ^{0}C.

Potem se opravijo fotometrične meritve in izračuna se količina biureta v urei.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Kadar je „C“ teža biureta v miligramih, se z umeritvene krivulje odčita prostornina alikvota „V“:

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

9. DODATEK

„Jo“ pomeni intenzivnost snopa monokromatičnih žarkov (natančno določene valovne dolžine), preden gre skozi prosojno telo, „J“ pa intenzivnost tega snopa po prehodu skozi navedeno telo, tako da je:

— faktor prenosa: $T = \frac{J}{J_o}$

— motnost: $O = \frac{J_o}{J}$

— optična gostota: $E = \log O$

— optična gostota na enoto optičnega zagona: $k = \frac{E}{s}$

— koeficient specifične optične gostote: $K = \frac{E}{c \times s}$

pri čemer je:

s = debelina sloja v centimetrih.

c = koncentracija v miligramih na liter.

k = specifični faktor za vsako spojino po Lambert-Beerovem zakonu.

Metode 2.6

DOLOČANJE KOLIČINE RAZLIČNIH OBLIK DUŠIKA V ISTEM VZORCU

Metoda 2.6.1

DOLOČANJE KOLIČINE RAZLIČNIH OBLIK DUŠIKA V ISTEM VZORCU V GNOJILIH, KI VSEBUJEJO DUŠIK V OBLIKI NITRATA, AMONIJAKA, UREE IN CIANAMIDA

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja katere koli dušikove oblike v navzočnosti katere koli druge oblike.

2. PODROČJE UPORABE

Vsako gnojilo, ki je predpisano v Direktivi 76/116/EGS in vsebuje dušik v različnih oblikah.

3. PRINCIP

3.1 **Skupni topni in netopni dušik**

V skladu s seznamom standardnih gnojil (Priloga I k Direktivi 76/116/EGS) se lahko to določanje uporabi za izdelke, ki vsebujejo kalcijev cianamid.

3.1.1 Če ni nitratov, se preskusni vzorec mineralizira z neposrednim Kjeldahlovim razklopom.

3.1.2 V navzočnosti nitratov se preskusni vzorec mineralizira s Kjeldahlovim razklopom po redukciji s kovinskim železom in kositrovim kloridom.

V obeh primerih se količina amonijaka določi v skladu z metodo 2.1.

Opomba

Če analiza pokaže, da je vsebnost netopnega dušika večja od 0,5 %, se lahko sklepa, da gnojilo vsebuje druge oblike netopnega dušika, ki niso vključene na seznam v Direktivi 76/116/EEC.

3.2 **Oblike topnega dušika**

Količine naslednjih oblik se določijo iz različnih alikvotov, odvzetih iz iste raztopine vzorca:

3.2.1 skupni topni dušik:

3.2.1.1 če ni nitratov, z neposrednim Kjeldahlovim razklopom,

3.2.1.2 v navzočnosti nitratov s Kjeldahlovim razklopom na alikvotnem deležu, odvzetem iz raztopine po redukciji v skladu z Ulschem, amonijak pa se v obeh primerih določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.2 skupni topni dušik, razen dušika v obliki nitrata, s Kjeldahlovim razklopom po odstranitvi dušika v obliki nitrata z železovim sulfatom v kislem mediju, količina amonijaka se določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.3 dušik v obliki nitrata z razliko:

3.2.3.1 če ni kalcijevega cianamida, med 3.2.1.2 in 3.2.2 ali med skupnim topnim dušikom (3.2.1.2) in vsoto dušika v obliki amonijaka in organskega dušika v obliki uree (3.2.4 + 3.2.5),

3.2.3.2 v navzočnosti kalcijevega cianamida med 3.2.1.2 in 3.2.2 ali med 3.2.1.2 in vsoto 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;

3.2.4 dušik v obliki amonijaka:

3.2.4.1 izključno le v navzočnosti dušika v obliki amonijaka ter amonijaka in nitrata, z uporabo metode 1,

3.2.4.2 v navzočnosti dušika v obliki uree in/ali dušika v obliki cianamida s hladno destilacijo po rahli alkalizaciji, pri kateri se amonijak absorbira v standardni raztopini žveplove kisline in se določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2.5 dušik v obliki uree:

3.2.5.1 s pretvorbo v amonijak z uporabo ureaze, pri čemer se amonijak titrira s standardno raztopino solne kisline,

ali

3.2.5.2 z gravimetrično metodo s ksanthidrolom: sočasno oborjeni biuret se lahko brez večjih napak sešteje z dušikom v obliki uree, saj ostane njegova količina v absolutni vrednosti v sestavljenih gnojilih na splošno nizka,

ali

3.2.5.3 z razliko glede na naslednjo tabelo:

Primer	Dušik v obliki nitrata	Dušik v obliki amonijaka	Dušik v obliki cianamida	Razlika
1	Ga ni	Navzoč	Navzoč	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Navzoč	Navzoč	Navzoč	(3.2.2) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Ga ni	Navzoč	Ga ni	(3.2.1.1) – (3.2.4.2)
4	Navzoč	Navzoč	Ga ni	(3.2.2) – (3.2.4.2)

3.2.6 dušik v obliki cianamida z obarjanjem v obliki srebrove spojine, pri čemer se količina dušika v oborini določi s Kjeldahlovo metodo.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Kalijev sulfat za analizo.

4.2 Železo v prahu, reducirano z vodikom (predpisana količina železa mora omogočiti redukcijo vsaj 50 mg dušika v obliki nitrata).

4.3 Kalijev tiocianat za analizo.

4.4 Kalijev nitrat za analizo.

4.5 Amonijev sulfat za analizo.

4.6 Urea za analizo.

4.7 Razredčena žveplova kislina, 1: 1 (V/V).

4.8 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,2 N.

4.9 Raztopina koncentriranega natrijevega hidroksida. Vodna raztopina s približno 30 % (masa/prostornina) NaOH brez amonijaka.

4.10 Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,2 N brez karbonatov.

4.11 Raztopina kositrovega klorida.

120 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ se raztopi v 400 ml koncentrirane žveplove kisline (d = 1,18) in se do prostornine enega litra dolije z vodo. Raztopina mora biti popolnoma bistra in pripravljena tik pred uporabo.

Opomba

Bistveno pomembno je preverjanje zmožnosti redukcije kositrovega klorida: 0,5 g $SnCl_2 \times 2H_2O$ se raztopi v 2 ml koncentrirane solne kisline (d = 1,18) in se do prostornine 50 ml dolije z vodo. Nato se doda 5 g Rochellove soli (kalijev natrijev tartrat) in zadostna količina natrijevega bikarbonata, tako da postane raztopina alkalna, kar pokaže lakmusov papir.

Titrira se z 0,1 N raztopino joda v navzočnosti raztopine škroba kot indikatorja.

1 ml 0,1 N raztopine joda ustreza 0,01128 g $SnCl_2 \times 2H_2O$.

Vsaj 80 % skupnega kositra, navzočega v tako pripravljeni raztopini, mora biti v divalentni obliki. Poraba pri titraciji mora biti vsaj 35 ml 0,1 N raztopine joda.

4.12 Žveplova kislina (d = 1,84).

4.13 Razredčena solna kislina, 1: 1 (V/V).

4.14 Ocetna kislina: od 96 do 100 %.

4.15 Raztopina žveplove kisline, ki vsebuje približno 30 % H_2SO_4 (masa/prostornina).

4.16 Železov sulfat: kristalni, $FeSO_4 \times 7H_2O$.

4.17 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,1 N.

4.18 Oktanol.

4.19 Nasičena raztopina kalijevega karbonata.

4.20 Standardna raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 N (brez karbonatov).

4.21 Nasičena raztopina barijevega hidroksida.

4.22 Raztopina natrijevega karbonata: pri 10 % (masa/prostornina).

4.23 Solna kislina: 2 N.

4.24 Standardna raztopina solne kisline: 0,1 N.

4.25 Raztopina ureaze.

0,5 g aktivne ureaze se raztopi v 100 ml destilirane vode. Z 0,1 N solne kisline (4.24) se naravna pH na 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

4.26 Ksanthidrol.

5 % raztopina v etanolu ali metanolu (4.31) (ne smejo se uporabljati produkti, ki dajo visok delež netopnih snovi). Raztopina se lahko v dobro zamašeni bučki in temnem prostoru hrani tri mesce.

4.27 Bakrov oksid (CuO): od 0,3 do 0,4 g na določitev ali enakovredna količina bakrovega sulfata pentahidrata, od 0,95 do 1,25 na določitev.

4.28 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.29 Raztopine indikatorjev.

4.29.1 Raztopina mešanih indikatorjev.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopine natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) te raztopine indikatorjev.

4.29.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do prostornine 100 ml se dolije z vodo in se po potrebi filtrira. Ta indikator (od štiri do pet kapljic) se lahko uporabi namesto prejšnjega.

4.30 Indikatorski papirji.

Lakmusov papir, bromotimol modro (ali drugi papirji, pH območje od 6 do 8).

4.31 Etanol ali metanol: 95 % raztopina.

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo.

Glej metodo 2.1.

5.2 Priprava za določanje dušika v obliki amonijaka v skladu z analitsko tehniko 7.2.5.3 (glej sliko 6).

Priprava je izdelana iz posebno oblikovane posode z učvrščenim steklenim vratom s stranskim vratom, iz povezovalne cevi z brizgalno glavo in iz prečno postavljene cevi za dovod zraka. Cevi se lahko povežejo s sprejemno posodo s preprostim luknjičastim gumijastim zamaškom. Koncem cevi za dovod zraka je treba dati ustrezno obliko, saj se morajo zračni mehurčki popolnoma porazdeliti po raztopinah v sprejemni posodi in v posodi za absorpcijo. Najboljši so majhni, gobasti deli z zunanjim premerom 20 mm in s šestimi odprtinami obsega 1 mm.

5.3 Priprava za določanje dušika v obliki uree v skladu z ustrezno tehniko (7.2.6.1).

Sestavlja jo 300-mililitrska erlenmajerica z ločevalnim lijem in majhno posodo za absorpcijo (glej sliko 7).

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

5.5 pH-meter.

5.6 Nastavljivi sušilnik.

5.7 Steklovina:

— pipete, 2, 5, 10, 20, 25, 50 in 100 ml,

— Kjeldahlove stekleničke z dolgim vratom, 300 in 500 ml,

— merilne bučke, 100, 250, 500 in 1 000 ml,

— filtrirni lončki iz taljenega stekla, premer odprtin od 5 do 15,

— terilnice.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. ANALITSKA TEHNIKA

7.1 **Skupni topni in netopni dušik**

7.1.1 *Če ni nitratov*

7.1.1.1 **Razkroj**

Na 0,001 g natančno se odtehta količina vzorca, ki vsebuje vsaj 100 mg dušika. Vnese se v bučko aparature za destilacijo (5.1). Doda se od 10 do 15 g kalijevega sulfata (4.1), katalizator (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Nato se doda 50 ml razredčene žveplove kisline (4.7) in se dobro premeša. Najprej se počasi segreva in od časa do časa premeša, dokler ne neha nastajati pena. Nato naj tekočina enakomerno vre, tudi še eno uro za tem, ko se raztopina zbistri, pri čemer je treba paziti, da se sten bučke ne oprimejo organske snovi. Pusti se, da se ohladi. Ob mešanju se previdno doda približno 350 ml vode. Poskrbi se, da je raztapljanje čimbolj popolno. Pusti se, da se ohladi, in bučka se poveže z aparaturo za destilacijo (5.1).

7.1.1.2 **Destilacija amonijaka**

Z merilno pipeto se v sprejemno posodo aparature prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8). Doda se indikator (4.29.1 ali 4.29.2). Poskrbi se, da bo vrh kondenzatorja vsaj 1 cm pod površino raztopine.

Ob ustreznih varnostnih ukrepih, da bi se izognili izgubam amonijaka, se destilacijski bučki previdno doda zadostna količina raztopine koncentriranega natrijevega hidroksida (4.9), da postane tekočina močno alkalna (ponavadi zadostuje 120 ml; to se preveri z dodatkom nekaj kapljic fenolftaleina. Na koncu destilacije mora biti raztopina v bučki še vedno opazno alkalna). Segrevanje bučke se nastavi tako, da se bo v pol ure predestiliralo 150 ml. Z indikatorskim papirjem (4.30) se preveri, ali se je destilacija že končala. Če se ni, se destilira nadaljnjih 50 ml in preskus se ponavlja, dokler nadaljnji destilat ne reagira nevtralno na indikatorski papir (4.30). Nato se zniža sprejemna posoda, se destilira še nekaj mililitrov in se spere vrh kondenzatorja. Presežek kisline se titrira s standardno raztopino 0,2 N natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.10), dokler indikator ne spremeni barve.

7.1.1.3 **Slepi test**

Slepi test se opravi pri enakih pogojih in se upošteva pri izračunavanju končnega rezultata.

7.1.1.4 **Izražanje rezultata**

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

pri čemer je:

a = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8),

A = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa preskusnega vzorca, v gramih.

7.1.2 *V navzočnosti nitrata*

7.1.2.1 **Preskusni vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta količina vzorca, ki ne vsebuje več kakor 40 mg dušika v obliki nitrata.

7.1.2.2 **Redukcija nitrata**

V majhni terilnici se preskusni vzorec zmeša s 50 ml vode. Prenese se v 500-mililitrsko Kjeldahlovo bučko skupaj z najmanjšo količino destilirane vode. Doda se 5 g reduciranega železa (4.2) in 50 ml raztopine kositrovega klorida (4.11). Strese se in se pusti stati pol ure. V času, ko stoji, se po 10 in 20 minutah spet premeša.

7.1.2.3 **Kjeldahlov razklop**

Doda se 30 ml žveplove kisline (4.12), 5 g natrijevega sulfata (4.1), predpisana količina katalizatorja (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Rahlo nagnjena bučka se počasi segreva. Toplota se počasi povečuje, raztopina pa večkrat pretrese, da bi mešanica ostala suspendirana: tekočina potemni, nato pa se ob nastanku rumeno zelene suspenzije anhidridnega železovega sulfata zbistri. Segrevanje se nadaljuje še eno uro za tem, ko se raztopina zbistri, in se vzdržuje na vrelišči točki. Pusti se, da se ohladi. Vsebina bučke se previdno povzame z nekoliko vode in po malem se ji doda 100 ml vode. Vsebina bučke se premeša in vnese v 500-mililitrsko merilno bučko. Do končne prostornine se dolije z vodo. Premeša se. Filtrira se skozi suh filter v suho sprejemno posodo.

7.1.2.4 **Analiza raztopine**

S pipeto se prenese v stekleničko aparature za destilacijo (5.1) alikvot, ki vsebuje največ 100 mg dušika. Z destilirano vodo se razredči na približno 350 ml, doda se nekaj vrelnih kamenčkov (4.28), steklenička se poveže z aparaturo za destilacijo in nadaljuje se določanje, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.1.2.5 **Slepi test**

Glej 7.1.1.3.

7.1.2.6 **Izražanje rezultata**

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

pri čemer je:

a = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8),

A = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa preskusnega vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem v 7.1.2.4.

7.2 Oblike topnega dušika

7.2.1 *Priprava raztopine za analizo*

Na 1 mg natančno se odtehta 10 g vzorca in se vnese v 500-mililitrsko merilno bučko.

7.2.1.1 **Pri gnojilih, ki ne vsebujejo dušika v obliki cianamida**

V bučko se doda 50 ml vode in nato 20 ml razredčene solne kisline (4.13). Strese se in pusti stati, dokler se ne konča nastajanje ogljikovega dioksida. Potem se doda 400 ml vode in se na rotacijskem stresalniku (5.4) stresa pol ure. Do končne prostornine se dolije z vodo, se premeša in filtrira skozi suh filtrirni papir v suho sprejemno posodo.

7.2.1.2 **Pri gnojilih, ki vsebujejo dušik v obliki cianamida**

V bučko se doda 400 ml vode in nekaj kapljic metilno rdečega (4.29.2). Po potrebi se raztopina nakisa z ocetno kislino (4.14). Doda se 15 ml ocetne kisline (4.14). Dve uri se stresa na rotacijskem stresalniku (5.4). Če je treba, se raztopina med postopkom znova nakisa z ocetno kislino (4.14). Do končne prostornine se dolije z vodo, se premeša in takoj filtrira skozi suh filter v suho sprejemno posodo in se določi količina dušika v obliki cianamida.

V obeh primerih se določijo količine različnih oblik dušika isti dan, ko se raztopina pripravi, tako da se začne z dušikom v obliki cianamida in uree, če sta navzoča.

7.2.2 *Skupni topni dušik*

7.2.2.1 **Če ni nitrata**

V 300-mililtrsko Kjeldahlovo bučko se s pipeto prenese alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki vsebuje največ 100 mg dušika. Doda se 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.12), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov(4.28). Najprej se počasi segreva, da bi se spodbudil razkroj, nato pa se segreva pri višjih temperaturah, dokler tekočina ne postane brezbarvna ali rahlo zelenkasta, bele pare pa jasno opazne. Po ohlajanju se raztopina kvantitativno prenese v destilacijsko bučko, se z vodo razredči na približno 500 ml in doda se nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo (5.1) in nadaljuje se določanje količine, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.2.2 **V navzočnosti nitrata**

V 500-mililitrsko erlenmajerico se z merilno pipeto prenese alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kakor 40 mg dušika v obliki nitrata. Na tej stopnji analize skupna količina dušika ni pomembna. Doda se 10 ml žveplove kisline pri 30 % (4.15), 5 g reduciranega železa (4.2) in erlenmajerica se takoj prekrije z urnim steklom. Previdno se segreva, dokler ni reakcija enakomerna, toda ne burna. Takrat se konča segrevanje in bučka se pusti pri sobni temperaturi vsaj tri ure. Tekočina se skupaj z vodo kvantitativno prenese v 250-mililitrsko merilno bučko, pri tem pa se pusti železo v prejšnji posodi – do oznake se dopolni z vodo. Dobro se premeša in z merilno pipeto se alikvot, ki vsebuje največ 100 mg dušika, prenese v 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko. Doda se 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.12), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.27) in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Najprej se počasi segreva, da bi se spodbudil razkroj, nato pa pri višjih temperaturah, dokler tekočina ne postane brezbarvna ali rahlo zelenkasta, bele pare pa jasno vidne. Po ohlajanju se raztopina kvantitativno prenese v destilacijsko bučko, se z vodo razredči na približno 500 ml in doda se nekaj vrelnih kamenčkov(4.28). Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo (5.1) in nadaljuje se določanje količine, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.2.3 **Slepi test**

Glej 7.1.1.3.

7.2.2.4 **Izražanje rezultatov**

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

pri čemer je:

a = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8),

A = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem v 7.2.2.1 ali 7.2.2.2.

7.2.3 *Skupni topni dušik, razen dušika v obliki nitrata*

Z merilno pipeto se prenese v 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko alikvot filtrata vzorca (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kakor 50 mg dušika, katerega količina se določa. Z vodo se razredči na prostornino 100 ml, doda se 5 g železovega sulfata (4.16), 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4.1) in nekaj vrelnih kamenčkov(4.28). Najprej se malce segreje, nato pa se temperatura zvišuje, dokler se ne pokažejo bele pare Razkroj se nadaljuje 15 minut. Segrevanje se konča, doda se bakrov oksid (4.27) kot katalizator in se nato vzdržuje pri takšni temperaturi, da bele pare nastajajo še od 10 do 15 minut. Po ohladitvi se vsebina Kjeldahlove bučke kvantitativno prenese v destilacijsko bučko aparature (5.1). Z vodo se razredči na približno 500 ml in doda se nekaj vrelnih kamenčkov (4.28). Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo in nadaljuje se določanje količine, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.3.1 **Slepi test**

Glej 7.1.1.3.

7.2.3.2 **Izražanje rezultata**

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

pri čemer je:

a = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8),

A = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

7.2.4 *Dušik v obliki nitrata*

7.2.4.1 **Če ni kalcijevega cianamida**

Dobi se z razliko med rezultati, dobljenimi v 7.2.2.4 in 7.2.3.2, in/ali rezultati, dobljenimi v 7.2.2.4, in vsoto rezultatov, dobljenih v (7.2.5.2 ali 7.2.5.5) in (7.2.6.3 ali 7.2.6.5 ali 7.2.6.6).

7.2.4.2 **V navzočnosti kalcijevega cianamida**

Dobi se z razliko med rezultati, dobljenimi v 7.2.2.4 in 7.2.3.2, in med rezultati, dobljenimi v 7.2.2.4, in vsoto rezultatov, dobljenih v (7.2.5.5), (7.2.6.3 ali 7.2.6.5 ali 7.2.6.6) in (7.2.7).

7.2.5 *Dušik v obliki amonijaka*

7.2.5.1 **Le v navzočnosti dušika v obliki amonijaka in dušika v obliki amonijaka in nitrata**

Z merilno pipeto se prenese v bučko aparature za destilacijo (5.1) alikvot filtrata vzorca (7.2.1.1), ki vsebuje največ 100 mg dušika v obliki amonijaka. Da bi se dobila končna prostornina približno 350 ml, se doda voda in nekaj vrelnih kamenčkov (4.28), s katerimi se olajša vrenje. Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo, doda se 20 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.9) in se destilira, kakor je opisano v 7.1.1.2.

7.2.5.2 **Izražanje rezultata**

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

pri čemer je:

a = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v sprejemno posodo aparature (5.1) prenese 50 ml 0,2 N standardne raztopine žveplove kisline (4.8),

A = ml 0,2 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

7.2.5.3 **V navzočnosti uree in/ali dušika v obliki cianamida**

V suho bučko aparature (5.2) se z merilno pipeto prenese alikvot filtrata vzorca (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki vsebuje največ 20 mg dušika v obliki amonijaka. Nato se sestavi priprava. V 300-mililitrsko erlenmajerico se s pipeto prenese 50 ml 0,1 N standardne raztopine žveplove kisline (4.17) in zadostna količina destilirane vode, tako da je površina tekočine približno 5 cm nad odprtino dovodne cevi. Skozi stranski vrat reakcijske bučke se vnese destilirana voda, tako da je končna prostornina približno 50 ml. Premeša se. Da bi se preprečilo penjenje, se doda nekaj kapljic oktanola (4.18). Nato se raztopina naalkali s 50 ml nasičene raztopine kalijevega karbonata (4.19) in takoj se začne izločati amonijak, ki nastaja v hladni suspenziji. Močan tok zraka, potreben za to (približno tri litre na minuto), se poprej prečisti tako, da se usmeri skozi izpiralki, ki vsebujeta razredčeno žveplovo kislino in razredčen natrijev hidroksid. Namesto zraka pod pritiskom je mogoče uporabiti tudi vakuum (vodno črpalko), če je vhodna cev na sprejemno posodo za zbiranje amonijaka priključena zadosti neprepustno. Amonijak se navadno odstrani v treh urah. Kljub temu pa se je pametno prepričati o tem z zamenjavo sprejemne bučke. Po končanem postopku se bučka loči od aparature, vrh cevi in stranice buč se sperejo z manjšo količino destilirane vode. Presežek kisline se titrira z 0,1 N standardno raztopino natrijevega hidroksida (4.20), dokler indikator ne postane siv (4.29.1).

7.2.5.4 **Slepi test**

Glej 7.1.1.3.

7.2.5.5 **Izražanje rezultata**

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

pri čemer je:

a = ml 0,1 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen tako, da se s pipeto v 300-mililitrsko erlenmajerico aparature (5.2) prenese 50 ml 0,1 N standardne raztopine žveplove kisline (4.17),

A = ml 0,1 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, uporabljenem za analizo.

7.2.6 *Dušik v obliki uree*

7.2.6.1 **Ureazna metoda**

V 500-mililitrsko merilno bučko se z merilno pipeto prenese alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kakor 250 mg dušika v obliki uree. Za obarjanje fosfatov se doda nekaj nasičene raztopine barijevega hidroksida (4.21), dokler obarjanja ni več opaziti. Nato se izloči presežek barijevih ionov (in vsi raztopljeni kalcijevi ioni) z 10 % raztopino natrijevega karbonata (4.22).

Pusti se, da se usede, in se preveri, ali je bilo obarjanje popolno. Dopolni se do oznake, se premeša in filtrira skozi naguban filtrirni papir. 50 ml filtrata se s pipeto prenese v 300-mililitrsko erlenmajerico aparature (5.3). Filtrat se nakisa z 2 N solno kislino (4.23), dokler se ne dobi pH 3, ki se izmeri s pH-metrom (5.5). Nato se z 0,1 N natrijevega hidroksida (4.20) pH poveča na 5,4.

Da bi se izognili izgubam amonijaka med razgradnjo z ureazo, se erlenmajerica zapre z zamaškom, opremljenim z ločevalnim lijem in majhno zanko za mehurčke, ki vsebuje natanko 2 ml 0,1 N standardne raztopine solne kisline (4.24). Skozi lij se vnese 20 ml raztopine ureaze (4.25) in se pusti stati eno uro pri 20 do 25 ^{0}C. Nato se v ločevalni lij s pipeto prenese 25 ml 0,1 N standardne raztopine solne kisline (4.24), počaka se, da se izteče v raztopino, lij pa se nato spere z malo vode. Enako se kvantitativno prenese vsebina zaščitne sprejemne posode v raztopino v erlenmajerici. Presežek kisline se titrira z 0,1 N standardno raztopino natrijevega hidroksida (4.20), dokler ne doseže pH 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

7.2.6.2 **Slepi test**

Glej 7.1.1.3.

7.2.6.3 **Izražanje rezultatov**

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

pri čemer je:

a = ml 0,1 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za slepi test, opravljen pri natanko enakih pogojih kakor za analizo,

A = ml 0,1 N standardne raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo,

M = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem za analizo.

Pripombi

1. Po obarjanju z raztopinama barijevega hidroksida in natrijevega karbonata se dopolni do oznake, se filtrira in čim hitreje nevtralizira.

2. Titracijski preskus se lahko opravi tudi z indikatorjem (4.29.2), kar pa oteži opazovanje končnega dela.

7.2.6.4 **Gravimetrična metoda s ksanthidrolom**

V 250-mililitrsko čašo se z merilno pipeto prenese alikvot filtrata (7.2.1.1 ali 7.2.1.2), ki ne vsebuje več kakor 20 mg uree. Doda se 40 ml ocetne kisline (4.14). Eno minuto se meša s stekleno paličico in se pusti, da se oborina useda pet minut. Na položnem podstavku se to filtrira v 100-mililitrsko čašo in nekajkrat spere z nekaj mililitri ocetne kisline (4.14), nato pa se filtratu ob nenehnem mešanju s stekleno paličico po kapljicah doda 10 ml ksanthidrola (4.26). Pusti se stati, dokler ne začne nastajati oborina, nato pa se znova meša eno minuto ali dve. Pusti se stati eno uro in pol. Filtrira se skozi steklen filtrirni talilnik, ki je bil prej osušen in stehtan, tako da se rahlo pritisne navzdol; trikrat se spere s 5 ml etanola (4.31), ne da bi skušali odstraniti vso ocetne kisline. Postavi se v sušilnik in pusti pri temperaturi 130 ^{0}C eno uro (temperatura naj ne preseže 145 ^{0}C). Pusti se, da se ohladi v eksikatorju, in se stehta.

7.2.6.5 **Izražanje rezultatov**

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

pri čemer je:

m_1 = masa dobljene oborine v gramih,

M_2 = masa vzorca, izražena v gramih, v alikvotnem deležu, odvzetem za določanje.

Popravek za slepi test. Biuret se lahko na splošno izmeri skupaj z dušikom v obliki uree brez večjih napak, saj ostane njegova količina majhna glede na absolutno vrednost v sestavljenih gnojilih.

7.2.6.6 **Metoda z razliko**

Količina dušika v obliki uree se lahko izračuna tudi po naslednji tabeli:

Primer	N v obliki nitrata	N v obliki amonijaka	N v obliki cianamida	N v obliki uree
1	Ga ni	Navzoč	Navzoč	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Navzoč	Navzoč	Navzoč	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Ga ni	Navzoč	Ga ni	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Navzoč	Navzoč	Ga ni	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

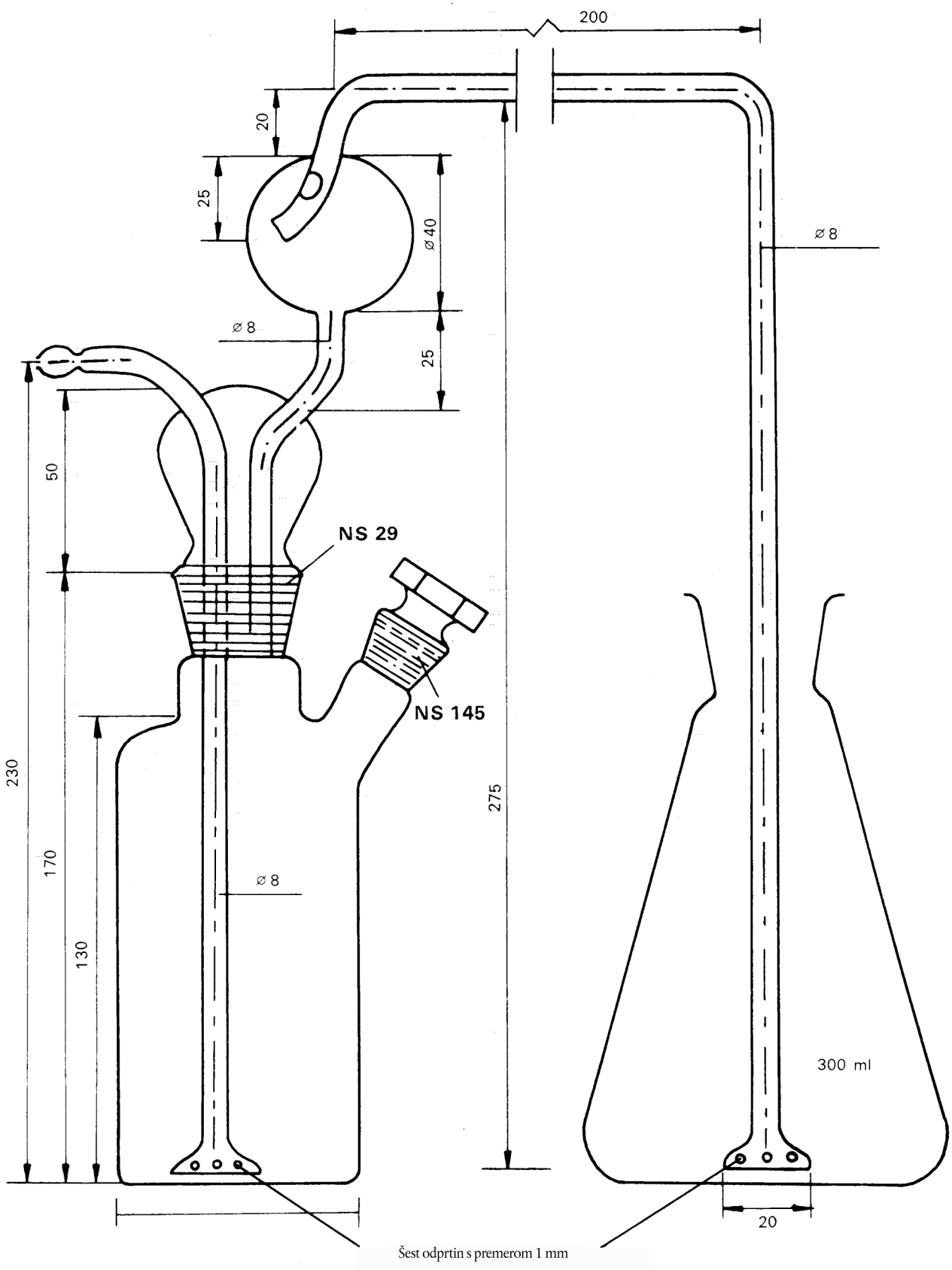
7.2.7 *Dušik v obliki cianamida*

Vzame se alikvotni delež filtrata (7.2.1.2), ki vsebuje od 10 do 30 mg dušika v obliki cianamida, in se vnese v 250-mililitrsko čašo. Analiza se nadaljuje v skladu z metodo 2.4.

8. PREVERJANJE REZULTATOV

8.1 V nekaterih primerih je razlika med količino skupnega dušika, določeno neposredno iz odtehtanega vzorca (7.1), in skupnim topnim dušikom (7.2.2). Kljub temu pa razlika ne bi smela presegati 0,5 %. Če ni tako, gnojilo vsebuje oblike netopnega dušika, ki niso na seznamu v Direktivi 76/116/EGS.

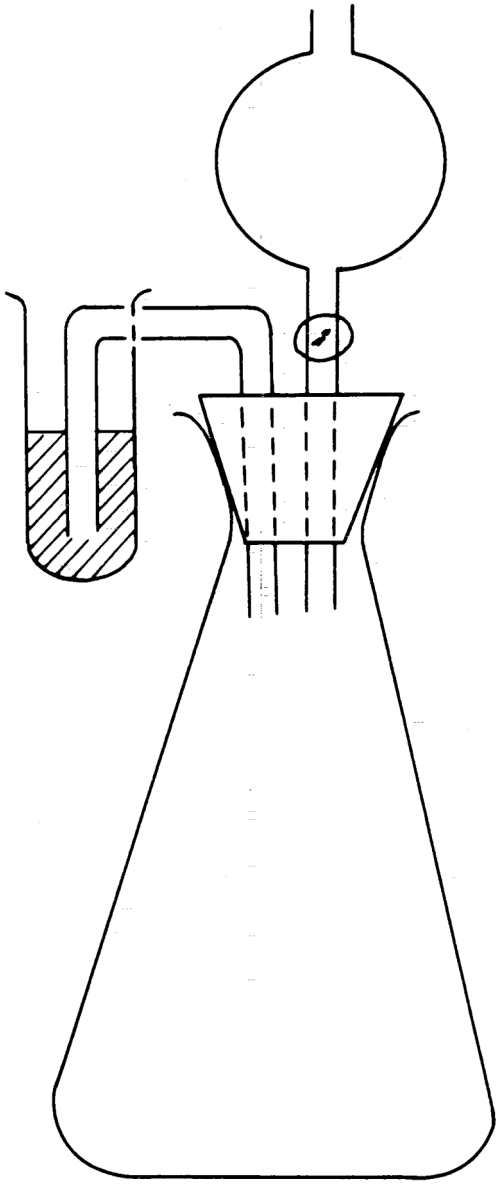
8.2 Pred vsako analizo se preveri, ali aparatura pravilno deluje in ali se metoda pravilno uporablja, s standardno raztopino, ki vsebuje različne oblike dušika v razmerjih, podobnih tistim v preskusnem vzorcu. Ta standardna raztopina je pripravljena iz standardne raztopine kalijevega tiocianata (4.3), kalijevega nitrata (4.4), amonijevega sulfata (4.5) in uree (4.6).



Slika 6

Aparatura za določanje količine dušika v obliki amonijaka

(7.2.5.3)



Slika 7

Aparatura za določanje količine dušika v obliki uree

(7.2.6.1)

Metoda 2.6.2

DOLOČANJE KOLIČINE RAZLIČNIH OBLIK DUŠIKA V GNOJILIH, KI VSEBUJEJO DUŠIK LE V OBLIKI NITRATA, AMONIJAKA IN UREE

1. NAMEN

Namen tega dokumenta je natančno opredeliti poenostavljeno metodo določanja različnih oblik dušika v gnojilih, ki vsebujejo dušik le v obliki nitrata, amonijaka in uree.

2. PODROČJE UPORABE

Ta metoda se lahko uporabi za vsa gnojila, ki so navedena v Direktivi 76/116/EGS in vsebujejo le dušik v obliki nitrata, amonijaka ali uree.

3. PRINCIP

Naslednja določanja se opravljajo na različnih deležih ene same raztopine vzorca:

3.1 skupni topni dušik:

3.1.1 če ni nitratov, z neposrednim Kjeldahlovim razklopom raztopine,

3.1.2 v navzočnosti nitratov s Kjeldahlovim razklopom dela raztopine po redukciji po Ulschevi metodi; amonijak se v obeh primerih določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.2 skupni topni dušik, razen dušika v obliki nitrata, s Kjeldahlovim razklopom po odstranitvi dušika v obliki nitrata v kislem mediju z železovim sulfatom; amonijak se določi, kakor je opisano v metodi 2.1;

3.3 dušik v obliki nitrata z razliko med 3.1.2 in 3.2 ali med skupnim topnim dušikom (3.1.2) in vsoto dušika v obliki amonijaka in uree (3.4 + 3.5);

3.4 dušik v obliki amonijaka s hladno destilacijo po rahlem naalkaljenju; amonijak se lovi v raztopino žveplove kisline in se določi kakor v metodi 2.1;

3.5 dušik v obliki uree bodisi:

3.5.1 ob uporabi ureaze s pretvorbo v amonijak, katerega količina se določi s titracijo s standardno raztopino solne kisline,

3.5.2 z gravimetrijo ob uporabi ksanthidrola: sočasno oborjeni biuret se lahko vzame z dušikom v obliki uree z manjšimi napakami; absolutna količina tega je v sestavljenih gnojilih navadno zelo majhna,

3.5.3 z razliko po naslednji tabeli:

Primer	Dušik v obliki nitrata	Dušik v obliki amonijaka	Razlika
1	Ga ni	Navzoč	(3.1.1) – (3.4)
2	Navzoč	Navzoč	(3.2) – (3.4)

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Kalijev sulfat za analizo.

4.2 Železo za analizo, reducirano z vodikom (določena količina železa mora omogočiti redukcijo vsaj 50 mg N v obliki nitrata).

4.3 Kalijev nitrat za analizo.

4.4 Amonijev sulfat za analizo.

4.5 Urea za analizo.

4.6 Raztopina žveplove kisline: 0,2 N.

4.7 Raztopina koncentriranega natrijevega hidroksida: približno 30 % (masa/volumen) vodna raztopina NaOH brez amonijaka.

4.8 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,2 N, brez karbonatov.

4.9 Žveplova kislina z gostoto (d_{20} = 1,84).

4.10 Razredčena solna kislina: 1: 1 (volumen/volumen).

4.11 Ocetna kislina: od 96 % do 100 %.

4.12 Raztopina žveplove kisline, ki vsebuje približno 30 % H_2SO_4 (masa/volumen), brez amonijaka.

4.13 Železov sulfat: kristalni $FeSO_4 \times 7H_2O$.

4.14 Standardna raztopina žveplove kisline: 0,1 N.

4.15 Oktanol.

4.16 Nasičena raztopina kalijevega karbonata.

4.17 Raztopina natrijevega ali kalijevega hidroksida: 0,1 N.

4.18 Nasičena raztopina barijevega hidroksida.

4.19 Raztopina natrijevega karbonata: 10 % (masa/volumen).

4.20 Žveplova kislina: 2 N.

4.21 Raztopina solne kisline: 0,1 N.

4.22 Raztopina ureaze

Naredi se suspenzija 0,5 g aktivne ureaze v 100 ml destilirane vode ob uporabi 0,1 N solne kisline (4.21), pH pa se nastavi na 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

4.23 Ksanthidrol.

5 % raztopina v etanolu ali metanolu (4.28) (ne smejo se uporabljati produkti, ki dajo visok delež netopnih snovi); raztopina se lahko hrani tri mesce v skrbno zamašeni steklenički v temnem prostoru.

4.24 Katalizator.

Bakrov oksid (CoO): od 0,3 do 0,4 g na določitev ali enakovredna količina bakrovega sulfata $5H_2O$, od 0,95 do 1,25 g za določitev.

4.25 Vrelni kamenčki, sprani s solno kislino in prežarjeni.

4.26 Raztopine indikatorjev.

4.26.1 Mešani indikator.

Raztopina A: 1 g metilno rdečega se raztopi v 37 ml 0,1 N raztopini natrijevega hidroksida in se do prostornine enega litra dolije z vodo.

Raztopina B: 1 g metilensko modrega se raztopi v vodi in se dopolni do prostornine enega litra.

En volumski del A se zmeša z dvema volumskima deloma B.

Ta indikator je vijoličast v kislih raztopinah, siv v nevtralnih in zelen v alkalnih raztopinah. Uporabi se 0,5 ml (10 kapljic) tega indikatorja.

4.26.2 Raztopina indikatorja metilno rdeče.

0,1 g metilno rdečega se raztopi v 50 ml 95 % etanola. Do prostornine 100 ml se dolije z vodo in po potrebi filtrira. Namesto prejšnjega indikatorja se lahko uporabi od štiri do pet kapljic tega.

4.27 Indikatorski papirji.

Lakmus, bromotimol modra (ali drugi papirji, območje pH od 6 do 8).

4.28 Etanol ali metanol: 95 % (masa/volumen).

5. APARATURE

5.1 Aparatura za destilacijo

Glej metodo 2.1.

5.2 Priprava za določanje dušika v obliki amonijaka (7.5.1).

Glej metodo 2.6.1 in sliko 6.

5.3 Priprava za določanje dušika v obliki uree z ureazno metodo (7.6.1).

Glej metodo 2.6.1 in sliko 7.

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

5.5 pH-meter.

5.6 Steklovina:

— merilne pipete, 2, 5, 10, 25, 50 in 100 ml,

— Kjeldahlove bučke z dolgim vratom, 300 in 500 ml,

— merilne bučke, 100, 250, 500 in 1 000 ml,

— filtrirni lončki iz taljenega stekla, s premerom por od 5 do 15 m,

— terilnica.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. METODE

7.1 **Priprava raztopine za analizo**

Na 1 mg natančno se odtehta 10 g vzorca in se prenese v 500-mililitrsko merilno bučko. Doda se 50 ml vode in nato 20 ml razredčene solne kisline (4.10). Pretrese se. Pusti se stati, dokler se ne konča izločanje CO_2. Doda se 400 ml vode, se stresa pol ure, se do končne prostornine dolije z vodo, se homogenizira in skozi suh filter filtrira v suho posodo.

7.2 **Skupni dušik**

7.2.1 *Če ni nitratov*

V 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko se s pipeto prenese delež filtrata (7.1), ki vsebuje največ 100 mg N. Doda se 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Na začetku se zmerno segreva, da bi se spodbudila reakcija, nato pa močneje, dokler tekočina ne postane brezbarvna ali rahlo zelenkasta in ne začnejo nastajati bele pare. Po ohlajanju se raztopina prenese v destilacijsko bučko, se z vodo razredči na približno 500 ml in se doda nekaj vrelnih kamenčkov (4.25). Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo (5.1) in opravi se določanje, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.2.2 *V navzočnosti nitratov*

V 500-mililitrsko erlenmajerico se s pipeto prenese delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kakor 40 mg N v obliki nitrata. Na tej stopnji analize ni pomembna celotna količina N. Doda se 10 ml 30 % žveplove kisline (4.12), 5 g reduciranega železa (4.2) in erlenmajerica se takoj pokrije z urnim steklom. Zmerno se segreva, dokler reakcija ne postane močna, a ne preburna. Nato se neha segrevati in se pusti pri sobni temperaturi vsaj tri ure. Tekočina se kvantitativno prenese v 250-mililitrsko merilno bučko, železo, ki se ni raztopilo, pa se pusti v prvotni bučki Do oznake se dolije z vodo. Previdno se homogenizira. Delež, ki vsebuje največ 100 mg N, se s pipeto prenese v 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko. Doda se 15 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9), 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Na začetku se zmerno segreva, da bi se spodbudila reakcija, nato pa močneje, dokler raztopina ne postane brezbarvna ali rahlo zelenkasta in ne začnejo nastajati bele pare. Po ohladitvi se raztopina kvantitativno prenese v destilacijsko bučko, se z vodo razredči približno na prostornino 500 ml in se doda nekaj vrelnih kamenčkov (4.25). Bučka se poveže z aparaturo za destilacijo (5.1) in nadaljuje se določanje količine, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.2.3 *Slepi test*

Slepi test se opravi pri enakih pogojih in rezultati se uporabijo pri izračunavanju končnega rezultata.

7.2.4 *Izražanje rezultata*

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

pri čemer je:

a = ml standardne 0,2 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml standardne 0,2 N raztopine žveplove kisline vnese v sprejemno posodo aparature (4.6),

A = ml standardne 0,2 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene za analizo,

M = masa vzorca v alikvotu (7.2.1 ali 7.2.2), v gramih.

7.3 **Skupni dušik brez N v obliki nitrata**

7.3.1 *Analiza*

V 300-mililitrsko Kjeldahlovo bučko se s pipeto prenese alikvot filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kakor 50 mg N, katerega količino določamo. Z vodo se razredči do prostornine 100 ml, se doda 5 g železovega sulfata (4.13), 20 ml koncentrirane žveplove kisline (4.9) in nekaj steklenih kroglic za nadzorovanje vrenja. Na začetku se zmerno segreva, nato močneje, dokler ne začnejo nastajati bele pare. Reakcija naj traja še 15 minut. Neha se segrevati in se vnese 0,4 g bakrovega oksida ali 1,25 g bakrovega sulfata (4.24) kot katalizator. Nadaljuje se segrevanje in se pusti, da bele pare nastajajo še od 10 do 15 minut. Po ohlajanju se vsebina Kjeldahlove bučke kvantitativno prenese v destilacijsko bučko (5.1). Z vodo se razredči na prostornino približno 500 ml in se doda nekaj vrelnih kamenčkov (4.2). Steklenička se poveže z aparaturo za destilacijo in destilacija se nadaljuje, kakor je opisano v 7.1.1.2, metoda 2.6.1.

7.3.2 *Slepi test*

Glej 7.2.3.

7.3.3 *Izražanje rezultatov*

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

pri čemer je:

a = ml standardne 0,2 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml standardne 0,2 N raztopine žveplove kisline (4.6) vnese v sprejemno posodo aparature (4.8.),

A = ml standardne 0,2 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.8), uporabljene za analizo,

M = masa preskusnega vzorca v alikvotu, uporabljenem za določanje, v gramih.

7.4 **Dušik v obliki nitrata**

Dobi se kot razlika med:

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.3)

ali

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.5)

ali

7.2.4 – (7.5.3 + 7.6.6).

7.5 **Dušik v obliki amonijaka**

7.5.1 *Analiza*

V suho bučko aparature (5.2) se s pipeto prenese delež filtrata (7.1), ki vsebuje največ 20 mg N v obliki amonijaka. Sestavi se aparatura. V 300-mililitrsko erlenmajerico se s pipeto prenese natančno 50 ml standardne 0,1 N raztopine žveplove kisline (4.14) in količina destilirane vode, ki zadostuje, da njena površina seže približno 5 cm nad odprtino dovodne cevi. Skozi stranski vrat reakcijske bučke se vnese zadostna količina destilirane vode, tako da se celotna prostornina poveča na približno 50 ml. Strese se. Da bi se preprečilo nastajanje pene pri stiku s tokom plina, se doda nekaj kapljic oktanola (4.15). Doda se 15 ml nasičene raztopine kalijevega karbonata (4.16) in takoj se začne odstranjevati tako izločeni dušik iz hladne suspenzije. Močan tok zraka (približno tri litre na minuto), ki je za to potreben, se poprej prečisti tako, da se spusti skozi izpiralki, ki vsebujeta razredčeno žveplovo kislino in razredčen natrijev hidroksid. Namesto zraka pod pritiskom se lahko uporabi tudi vakuum (vodna črpalka), če so povezave med deli aparature neprepustne.

Amonijak se navadno odstrani po treh urah.

Kljub temu je priporočeno, da se del opisanega postopka opravi z zamenjavo erlenmajeric. Po končanem postopku se erlenmajerice odstranijo z aparature, z malo destilirane vode se sperejo konec dovodne cevi in stene erlenmajeric, presežek kisline pa se titrira s standardno 0,1 N raztopino natrijevega hidroksida (4.17).

7.5.2 *Slepi test*

Glej 7.2.3.

7.5.3 *Izražanje rezultata*

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

pri čemer je:

a = ml standardne 0,1 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.17), uporabljene v slepem testu, opravljenem tako, da se 50 ml standardne 0,1 N raztopine žveplove kisline (4.14) s pipeto prenese v 300-mililitrsko erlenmajerico aparature (5.2),

A = ml standardne 0,1 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida, uporabljene za analizo (4.17),

M = masa vzorca v alikvotu, uporabljenem za analizo, v gramih.

7.6 **Dušik v obliki uree**

7.6.1 *Ureazna metoda*

V 500-mililitrsko merilno bučko se s pipeto prenese delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kakor 250 mg dušika v obliki uree. Da bi se fosfati oborili, se doda ustrezna količina nasičene raztopine barijevega hidroksida (4.18), dokler pri nadaljnjem dodajanju oborina ne nastaja več. Presežek barijevih ionov (in neraztopljeni kalcijevi ioni) se odstrani z 10 % raztopino natrijevega karbonata (4.19). Pusti se, da se usede, in se preveri, ali je obarjanje končano. Dopolni se do oznake, se homogenizira in filtrira skozi naguban filter. S pipeto se prenese 50 ml filtrata v 300-mililitrsko erlenmajerico aparature (5.3). Z 2 N solno kislino (4.20) se nakisa na pH 3, izmerjeno s pH-metrom. Z 0,1 N raztopino natrijevega hidroksida (4.17) se poveča pH na 5,4. Da bi se preprečilo izgubljanje amonijaka pri hidrolizi z ureazo, se erlenmajerice zaprejo z zamaškom, ki je pritrjen na kapalni lij in majhno varovalno posodo, ki vsebuje natančno 2 ml 0,1 N raztopine solne kisline (4.21). Po kapalnem liju se vnese 20 ml raztopine ureaze (4.22). Pusti se stati eno uro pri 20 do 25 ^{0}C. S pipeto se prenese 25 ml standardne 0,1 N raztopine solne kisline (4.2) v kapalni lij, pusti se, da se izlije v raztopino, in se nato spere z malo vode. Vsebina varovalne posode se prav tako prenese v raztopino v erlenmajerici. Presežek kisline se titrira s standardno 0,1 N raztopino natrijevega hidroksida (4.17), dokler se ne doseže pH 5,4, izmerjeno s pH-metrom.

Pripombi

1. Po obarjanju z raztopinami barijevega hidroksida in natrijevega karbonata se do oznake dolije voda, se filtrira in čimprej nevtralizira.

2. Titracija se lahko opravi tudi z indikatorjem (4.26), čeprav je spremembe barve teže opaziti.

7.6.2 *Slepi test*

Glej 7.2.3.

7.6.3 *Izražanje rezultata*

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

pri čemer je:

a = ml standardne 0,1 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.17), uporabljene v slepem testu, opravljenem pri natančno enakih pogojih kakor analiza,

A = ml 0,1 N raztopine natrijevega ali kalijevega hidroksida (4.17), uporabljene za analizo,

M = masa vzorca v alikvotu, uporabljenem za analizo, v gramih.

7.6.4 *Gravimetrična metoda s ksanthidrolom*

V 100-mililitrsko čašo se s pipeto prenese delež filtrata (7.1), ki ne vsebuje več kakor 20 mg uree. Doda se 40 ml ocetne kisline (4.11). Eno minuto se meša s stekleno paličico. Morebitna oborina naj se useda pet minut. Filtrira se in se spere z nekaj mililitri ocetne kisline (4.11). Filtratu se po kapljicah doda 10 ml ksanthidrola (4.23), pri tem pa se nenehno meša s stekleno paličico. Pusti se, da se raztopina ustali, dokler ne začne nastajati oborina, in nato se na tem stičišču ponovno meša eno do dve minuti. Pusti se stati eno uro in pol. Ob rahlo znižanem pritisku se filtrira prek filtrirnega lončka, ki je bil poprej osušen in stehtan; trikrat se spere s 5 ml etanola (4.28), ne da bi se trudili odstraniti vso ocetno kislino. To se prenese v sušilnik, ki se nastavi na 130 ^{0}C za eno uro (ne več kakor 145 ^{0}C). Pusti se, da se raztopina ohladi v eksikatorju, in se stehta.

7.6.5 Izražanje rezultatov

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

pri čemer je:

m = masa dobljene oborine, v gramih,

M = masa vzorca v alikvotu, uporabljenem za določanje količine, v gramih.

Naredijo se popravki za slepi test. Biuret se lahko na splošno upošteva skupaj z dušikom v obliki uree brez večjih napak, saj ima njegova količina majhno absolutno vrednost v sestavljenih gnojilih.

7.6.6 *Metoda z razliko*

N v obliki uree se lahko izračuna tudi tako, kakor je navedeno v naslednji tabeli:

Primer	N v obliki nitrata	N v obliki amonijaka	N v obliki uree
1	Ga ni	Navzoč	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Navzoč	Navzoč	(7.3.3) – (7.5.3)

8. PREVERJANJE REZULTATA

Pred vsako analizo se preveri delovanje aparature in pravilna uporaba metode s standardno raztopino, ki vsebuje različne oblike dušika v razmerjih, podobnih tistim v vzorcu. Ta standardna raztopina je pripravljena iz standardnih raztopin kalijevega nitrata (4.3), amonijevega sulfata (4.4) in uree (4.5).

Metode 3

FOSFOR

Metode 3.1

EKSTRAKCIJE

Metoda 3.1.1

EKSTRAKCIJA FOSFORJA, TOPNEGA V MINERALNIH KISLINAH

1. NAMEN

V tem dokumentu je opisan postopek določanja količine fosforja, ki je topen v mineralnih kislinah.

2. PODROČJE UPORABE

Uporabna je izključno le za fosfatna gnojila, našteta v Prilogi I k Direktivi 76/116/EGS.

3. PRINCIP

Ekstrakcija fosforja iz gnojil z mešanico dušikove kisline in žveplove kisline.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Žveplova kislina (d_{20} = 1,84).

4.2 Dušikova kislina (d_{20} = 1,40).

5. OPREMA

Običajna laboratorijska oprema.

5.1 Kjeldahlova bučka s kapaciteto vsaj 500 ml ali 250-mililitrska bučka z ovalnim dnom in stekleno cevjo, ki sestavlja povratni kondenzator.

5.2 500-mililitrska merilna bučka.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 2,5 g pripravljenega vzorca in se vnese v suho Kjeldahlovo bučko.

7.2 **Ekstrakcija**

Doda se 15 ml vode in se meša, tako da se snov suspendira. Doda se 20 ml dušikove kisline (4.2) in previdno še 30 ml žveplove kisline (4.1).

Ko se konča začetna burna reakcija, se vsebina bučke počasi segreje do vrelišča in se nato pusti vreti še 30 minut. Počaka se, da se ohladi, in nato se ob mešanju previdno doda 150 ml vode. Vre naj še 15 minut.

Popolnoma se ohladi in tekočina se kvantitativno prenese v 500-mililitrsko merilno bučko. Dolije se do končne prostornine, se premeša in filtrira skozi suh naguban filter, brez fosfatov, prvi del tako dobljenega filtrata pa se zavrže.

7.3 **Določanje količine**

Določanje količine fosforja bo opravljeno v skladu z metodo 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

Metoda 3.1.2

EKSTRAKCIJA FOSFORJA, TOPNEGA V 2 % MRAVLJIČNI KISLINI (20 g na liter)

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, topnega v 2 % mravljični kislini (20 g na liter).

2. PODROČJE UPORABE

Izključno le naravni mehki fosfati.

3. PRINCIP

Da bi se razlikovalo med naravnimi trdnimi in mehkimi fosfati, se fosfor, topen v mravljični kislini, ekstrahira pri natančno določenih pogojih.

4. REAGENT

4.1 Mravljična kislina, 2 % (20 g na liter).

Opomba

82 ml mravljične kisline (koncentracija od 98 do 100 %, d_{20} = 1,22) se z destilirano vodo razredči na pet litrov.

5. APARATURE

Običajna laboratorijska oprema.

5.1 500-mililitrska merilna bučka (npr. Stohmann).

5.2 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 5 g pripravljenega vzorca in se vnese v suho 500-mililitrsko Stohmannovo merilno bučko (5.1) s širokim vratom.

7.2 **Ekstrakcija**

Ob nenehnem ročnem vrtenju bučke se doda mravljična kislina pri 20 ± 1 ^{0}C (4.1), dokler ne seže približno 1 cm pod oznako volumne bučke, in se dolije do končne prostornine. Bučka se zamaši z gumijastim zamaškom in se stresa 30 minut pri 20 ± 2 ^{0}C na rotacijskem stresalniku (5.2).

Raztopina se filtrira skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho stekleno sprejemno posodo. Prvi del filtrata se zavrže.

7.3 **Določanje količine**

Količina fosforja se določi v skladu z metodo 3.2 v alikvotnem deležu popolnoma bistrega filtrata.

Metoda 3.1.3

EKSTRAKCIJA FOSFATA, TOPNEGA V 2 % CITRONSKI KISLINI (20 g na liter)

1. NAMEN

V tem dokumentu je opisan postopek določanja količine fosforja, topnega v 2 % citronski kislini (20 g na liter).

2. PODROČJE UPORABE

Uporabna je le za vrste bazične žlindre (glej Prilogo I A k Direktivi).

3. PRINCIP

Ekstrakcija fosforja iz gnojila z 2 % raztopino citronske kisline (20 g na liter) pri danih pogojih.

4. REAGENT

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 2 % raztopina citronske kisline (20 g na liter), pripravljena iz kristalizirane citronske kisline ($C_6H_8O_7$ × H_2O).

Opomba

Koncentracija citronske kisline v tej raztopini se preveri s titracijo 10 ml te kisline s standardno 0,1 N raztopino natrijevega hidroksida, kot indikator pa se uporabi fenolftalein.

Če je koncentracija raztopine pravilna, je poraba standardne raztopine 28,55 ml.

5. APARATURE

5.1 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Analiza se opravi na vzorcu, kakršen je bil prejet, po skrbnem mešanju prvotnega vzorca, da se zagotovi njegova homogenost. Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 5 g pripravljenega vzorca in se vnese v suho bučko z dovolj širokim vratom in kapaciteto 600 ml, ki omogoči, da se vsebina bučke popolnoma pretrese.

7.2 **Ekstrakcija**

Pri 20 ± 1 ^{0}C se doda 500 ± 1 ml raztopine citronske kisline. Ko se dodajajo prvi mililitri reagenta, se ročno močno stresa, da bi se preprečilo nastajanje kep in lepljenje snovi na steno. Bučka se zamaši z gumijastim zamaškom in se stresa na rotacijskem stresalniku (5.1) natančno 30 minut pri temperaturi 20 ± 2 ^{0}C.

Takoj se filtrira skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho stekleno sprejemno posodo in zavrže se prvih 20 ml filtrata. Filtriranje se nadaljuje, dokler se ne dobi zadostna količina filtrata, da bi se lahko opravilo določanje količine.

7.3 **Določanje količine**

Določanje količine fosforja v izvlečku bo opravljeno v skladu z metodo 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

Metoda 3.1.4

EKSTRAKCIJA FOSFORJA, KI JE TOPEN V NEVTRALNEM AMONIJEVEM CITRATU

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, ki je topen v nevtralnem amonijevem citratu.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa gnojila, pri katerih je navedena topnost v nevtralnem amonijevem citratu (glej Prilogo I k Direktivi 76/116/EGS).

3. PRINCIP

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi 65 ^{0}C z raztopino nevtralnega amonijevega citrata (pH 7) pod natančno določenimi pogoji.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Raztopina nevtralnega amonijevega citrata (pH 7).

Ta raztopina mora vsebovati 185 g kristalizirane citronske kisline na liter in imeti specifično maso 1,09 pri 20 ^{0}C in pH 7.

Reagent se pripravi takole.

370 g kristalne citronske kisline ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) se raztopi v približno 1,5 litra vode in z dodatkom 345 ml raztopine amonijevega hidroksida (od 28 do 29 % NH_3) se naredi približno nevtralna raztopina. Če je koncentracija NH_3 manjša od 28 %, se doda ustrezna večja količina raztopine amonijevega hidroksida in citronska kislina se razredči v ustrezno manjših količinah vode.

Raztopina se ohladi in nevtralizira s pH-metrom. Ob nenehnem mešanju (z mehanskim mešalcem) se po kapljicah dodaja amonijak, od 28 do 29 % NH_3, dokler se ne doseže natanko pH 7 pri temperaturi 20 ^{0}C. Na tej točki se prostornina poveča na dva litra in znova se preveri pH. Reagent se hrani v zaprti posodi, pH pa redno preverja.

5. APARATURE

5.1 Dvolitrska čaša.

5.2 pH-meter.

5.3 200- ali 250-mililitrska erlenmajerica.

5.4 500-mililitrske merilne bučke in 2000-mililitrska merilna bučka.

5.5 Vodna kopel, ki se lahko nastavi na 65 ^{0}C in je opremljena z ustreznim mešalcem (glej sliko 8).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

1 ali 3 g gnojila za analizo (glej Prilogo I A in B k Direktivi) se prenesejo v 200- ali 250-mililitrsko erlenmajerico, ki vsebuje 100 ml raztopine amonijevega citrata in je bila poprej segreta na 65 ^{0}C.

7.2 **Analiza raztopine**

Erlenmajerica se zamaši in strese, da bi se gnojilo suspendiralo brez nastajanja kep. Za trenutek se odstrani zamašek, da bi se pritisk izenačil, in erlenmajerica se znova zapre. Bučka se postavi v vodno kopel, nastavljeno na natančno 65 ^{0}C, in se poveže z mešalcem (glej sliko 8). Med mešanjem mora ostati površina suspenzije v bučki pod površino vode v vodni kopeli ([1]). Mehansko mešanje se nastavi tako, da je zagotovljeno popolno suspendiranje.

Po natanko enournem mešanju se erlenmajerica odstrani iz vodne kopeli.

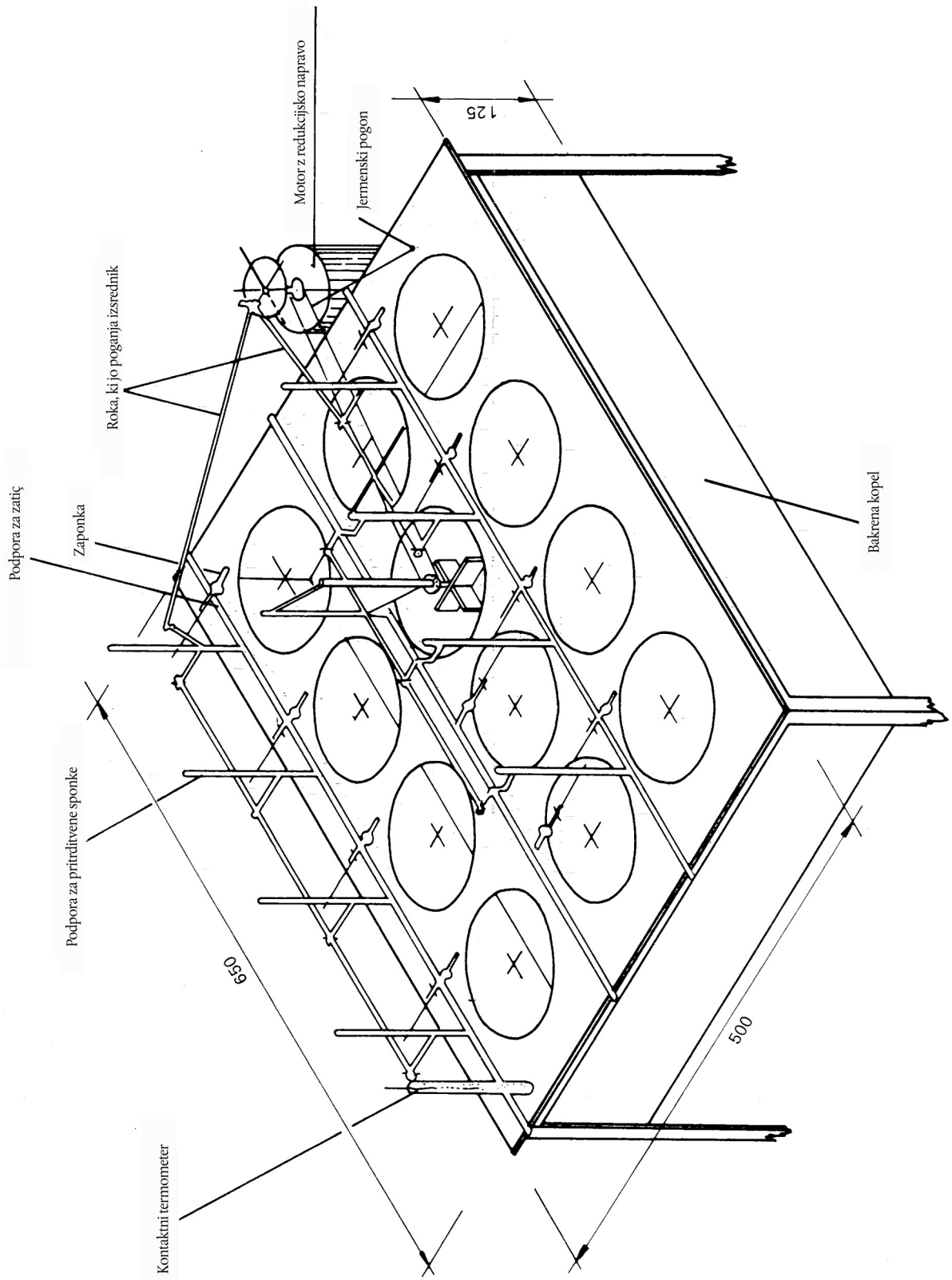
Vsebina erlenmajerice se takoj ohladi pod tekočo vodo do sobne temperature in nemudoma kvantitativno prenese v 500-mililitrsko bučko skupaj s curkom vode (puhalka). Do končne prostornine se dolije z vodo. Dobro se premeša. Filtrira se skozi suh naguban filter (srednja hitrost, brez fosfatov) v suho sprejemno posodo, pri tem se prvi del filtrata zavrže (približno 50 ml).

Nato se zbere približno 100 ml bistrega filtrata.

7.3 **Določanje količine**

Količina fosforja v ekstraktu se določi v skladu z metodo 3.2.

([1]) Če ni na voljo nobenega mehanskega mešalca, je treba bučko pretresti vsakih pet minut.


Motor z redukcijsko napravo
Jermenski pogon
125
Roka, ki jo poganja izsrednik
Podpora za zatič
Zaponka
Bakrena kopel
Podpora za pritrditvene sponke
650
500
Kontaktni termometer

Slika 8

Metode 3.1.5

EKSTRAKCIJA V ALKALNEM AMONIJEVEM CITRATU

Metoda 3.1.5.1

Ekstrakcija topnega fosforja v skladu s Petermannom pri 65 ^{0}C

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, topnega v alkalnem amonijevem citratu.

2. PODROČJE UPORABE

Izključno le za oborjeni dikalcijev fosfat dihidrat ($CaHPO_4 \times 2H_2O$).

3. PRINCIP

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi 65 ^{0}C z alkalno raztopino amonijevega citrata (Petermann) pod natančno določenimi pogoji.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda, ki ima enake značilnosti kakor destilirana voda.

4.1 Petermannova raztopina.

4.2 Lastnosti

Citronska kislina ($C_6H_8O_7 \times H_2O$): 173 g na liter.

Amonijak: 42 g dušika v obliki amonijaka na liter.

pH med 9,4 in 9,7.

Priprava iz diamonijevega citrata

931 g diamonijevega citrata (z molekulsko težo 226,19) se raztopi v približno 3500 ml vode v petlitrski standardni bučki. Postavi se v kopel ali pod tekočo vodo, se premeša in ohladi ter se doda majhna količina amonijaka. Na primer, zad_4^{20} = 0,906, kar ustreza vsebnosti 20,81 masnega odstotka dušika v obliki amonijaka, je treba uporabiti 502 ml raztopine amonijaka. Temperatura se nastavi na 20 ^{0}C in se do končne prostornine dolije z destilirano vodo. Premeša se.

Priprava iz citronske kisline in amonijaka

V približno 2 500 ml destilirane vode se v posodi s kapaciteto približno pet litrov raztopi 865 g citronske kisline monohidrata. Posoda se postavi v ledeno kopel in se po liju, katerega cevka je potopljena v raztopino citronske kisline, ob nenehnem stresanju dodajajo majhne količine raztopine amonijaka. Na primer, za d_4^{20} = 0,906, kar ustreza vsebnosti 20,81 masnega odstotka dušika v obliki amonijaka, je treba dodati 1114 ml raztopine amonijaka. Temperatura se nastavi na 20 ^{0}C, raztopina se prenese v petlitrsko standardno bučko, do oznake se dolije z destilirano vodo in se premeša.

Vsebnost dušika v obliki amonijaka se preveri takole

25 ml raztopine se prenese v 250-mililitrsko standardno bučko in se do končne prostornine dolije z destilirano vodo. Premeša se. Vsebnost dušika v obliki amonijaka se določi v 25 ml navedene raztopine v skladu z metodo 2.1. Če je koncentracija raztopine pravilna, se mora porabiti 15 ml 0,5 N H_2SO_4.

Če je vsebnost dušika v obliki amonijaka večja od 42 g na liter, se lahko NH_3 izloči s tokom inertnega plina ali z zmernim segrevanjem, dokler pH spet ne doseže 9,7. Opravi se drugo določanje vsebnosti.

Če je vsebnost dušika v obliki amonijaka manjša od 42 g na liter, bo teži raztopine amonijaka treba dodati:

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

ali prostornino $V = \frac{M}{0{,}906}$ pri 20 °C.

Če je V manjši od 25 ml, se skupaj z maso citronske kisline v prahu, enako V × 0,173 g, doda neposredno v petlitrsko bučko.

Če je V večji od 25 ml, je treba izdelati nov liter reagenta na naslednji način.

Odtehta se 173 g citronske kisline. Raztopi se v 500 ml vode. Ob ustreznih varnostnih ukrepih se doda ne več kakor 225 + V × 1206 ml raztopine amonijaka, ki je bila uporabljena za pripravo petih litrov reagenta. Do končne prostornine se dolije z vodo. Premeša se.

Dobljeni liter se zmeša s 4 975 ml prej pripravljene raztopine.

5. APARATURE

5.1 Vodna kopel, ki se lahko vzdržuje pri temperaturi 65 ± 1 ^{0}C.

5.2 500-mililitrska merilna bučka (npr. Stohmann).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 1 g pripravljenega vzorca in se prenese v 500-mililitrsko merilno bučko (5.2).

7.2 **Ekstrakcija**

Doda se 200 ml alkalne raztopine amonijevega citrata (4.1). Bučka se zamaši in ročno močno pretrese, da ne bi nastajale kepe in da bi se preprečilo lepljenje snovi na stene.

Bučka se postavi v vodno kopel pri 65 ^{0}C in se prve pol ure stresa vsakih pet minut. Po vsakem stresanju se zamašek dvigne, da bi se pritisk izenačil. Višina vode v vodni kopeli bi morala biti nad višino raztopine v bučki. Bučka se pusti v vodni kopeli še eno uro pri 65 ^{0}C in se stresa vsakih 10 minut. Bučka se odstrani, ohladi na temperaturo približno 20 ^{0}C in do končne prostornine dopolni s 500 ml vode. Premeša se in filtrira skozi suh naguban filter, brez fosfatov, prvi del filtrata pa se zavrže.

7.3 **Določanje količine**

Določanje količine izločenih fosfatov se opravi na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine po metodi 3.2.

Metoda 3.1.5.2

Ekstrakcija topnega fosforja v skladu s Petermannom pri sobni temperaturi

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, topnega v hladnem alkalnem amonijevem citratu.

2. PODROČJE UPORABE

Izključno le razpadli fosfati.

3. PRINCIP

Ekstrakcija fosforja pri temperaturi približno 20 ^{0}C z alkalno raztopino amonijevega citrata (Petermannova raztopina) pri natančno določenih pogojih.

4. REAGENT

Glej metodo 3.1.5.1.

5. APARATURE

5.1 Standardna laboratorijska oprema in 250-mililitrska merilna bučka (npr. Stohmann).

5.2 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 2,5 g pripravljenega vzorca in se vnese v 250-mililitrsko merilno bučko (5.1).

7.2 **Ekstrakcija**

Doda se malo Petermannove raztopine pri 20 ^{0}C, se zelo močno strese, da ne bi nastajale kepe in da bi se preprečilo lepljenje snovi na stene bučke. Do oznake za končno prostornino se dolije Petermannova raztopina in bučka se zapre z gumijastim zamaškom.

V rotacijskem stresalniku se stresa dve uri (5.2). Takoj se filtrira skozi suh, naguban filter, brez fosfatov, v suho posodo, prvi del dobljenega filtrata pa se zavrže.

7.3 **Določanje količine**

Določanje količine fosforja se opravi na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine po metodi 3.2.

Metoda 3.1.5.3

Ekstrakcija fosforja, topnega v Jouliejevem alkalnem amonijevem citratu

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, topnega v Jouliejevem alkalnem amonijevem citratu.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa enostavna in sestavljena fosfatna gnojila, v katerih fosfat nastopa v aluminij-kalcijevi obliki.

3. PRINCIP

Ekstrakcija ob močnem stresanju in z alkalno raztopino amonijevega citrata točne sestave (in kadar je to primerno, v navzočnosti oksina), pri približno 20 ^{0}C.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Jouliejeva alkalna raztopina amonijevega citrata.

Ta raztopina vsebuje 400 g citronske kisline in 153 g NH_3 na liter. Vsebnost prostega amonijaka v njej je približno 55 g na liter. Pripravi se lahko po eni izmed spodaj opisanih metod.

4.1.1 V litrski merilni bučki se raztopi 400 g citronske kisline ($C_6H_8O_7 \times H_2O$) v približno 600 ml amonijaka (d_{20} = 0,925, tj. 200 g NH_3 na liter). Citronska kislina se dodaja zaporedno v količinah od 50 do 80 g, ob vzdrževanju temperature pod 50 ^{0}C. Do oznake se dopolni z amonijakom.

4.1.2 V litrski merilni bučki se v 300 ml vode raztopi 432 g dibazičnega amonijevega citrata ($C_6H_{14}N_2O_7$). Doda se 440 ml amonijaka (d_{20} = 0,925). Do oznake se dopolni z vodo.

Opomba

Preverjanje celotne vsebnosti amonijaka.

Vzame se 10-mililitrski vzorec raztopine citrata in se prenese v 250-mililitrsko bučko. Z destilirano vodo se dopolni do oznake. Vsebnost dušika v obliki amonijaka se določi na 25 ml alikvotu te raztopine v skladu z metodo 2.1.

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

Pri teh pogojih je koncentracija reagenta prava, kadar je število porabljenih mililitrov za titracijo med 17,7 in 18 ml.

Če ni tako, se doda 4,25 ml amonijaka (d_{20} = 0,925) na vsakega 0,1 ml porabe pod 18 ml, kakor je navedeno zgoraj.

4.2 8-hidroksikinolin v prahu (oksin).

5. APARATURE

5.1 Običajna laboratorijska oprema in majhna steklena ali porcelanasta terilnica s pestilom.

5.2 500-mililitrske merilne bučke.

5.3 1 000-mililitrska merilna bučka.

5.4 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,0005 g natančno se odtehta 1 g pripravljenega vzorca in se vnese v majhno terilnico. Doda se približno 10 kapljic citrata (4.1), da bi se vzorec navlažil, in se s pestilom zelo previdno razbije.

7.2 **Ekstrakcija**

Doda se 20 ml amonijevega citrata (4.1) in se premeša, da se dobi pasta, nato pa se pusti stati približno eno minuto.

Tekočina se odlije v 500-mililitrsko merilno bučko ob odstranitvi delcev, ki so se morda izognili poprejšnjemu razpadanju zaradi vlage. Preostanku se doda 20 ml raztopine citrata (4.1), to se zmelje, kakor je opisano zgoraj, tekočina pa se odlije v merilno bučko. Postopek se ponovi štirikrat, tako da se lahko na koncu petega ponavljanja ves produkt izlije v bučko. Celotna količina citrata, uporabljenega v teh postopkih, mora biti približno 100 ml.

Terilnica in pestilo se spereta nad merilno bučko s 40 ml destilirane vode.

Zamašena bučka se stresa tri ure na rotacijskem stresalniku (5.4).

Bučka se pusti stati od 15 do 16 ur in se znova stresa še tri ure pod enakimi pogoji. Temperatura med celotnim postopkom mora biti 20 ± 2 ^{0}C.

Do oznake se dolije z destilirano vodo. Filtrira se skozi suh filter, prvi del filtrata se zavrže in bistri filtrat se zbere v suho bučko.

7.3 **Določanje količine**

Določanje izločenega fosforja bo opravljeno v skladu z metodo 3.2 na alikvotnem deležu tako dobljene raztopine.

8. DODATEK

Uporaba oksina omogoča uporabo te metode na gnojilih, ki vsebujejo magnezij. Ta uporaba se priporoča, kadar je razmerje med vsebnostima magnezija in fosforjevim oksidom večje od 0,03 (Mg/P_2O_5 > 0,03). Če je tako, se dodajo navlaženemu vzorcu za analizo 3 g oksina. Uporaba oksina, če ni magnezija, najverjetneje ne bo znatno vplivala na določanje količine. Če je znano, da magnezija ni, se je uporabi oksina mogoče tudi izogniti.

Metoda 3.1.6

EKSTRAKCIJA FOSFORJA, TOPNEGA V VODI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja, topnega v vodi.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa gnojila, skupaj s sestavljenimi, pri katerih naj bi se določila količina fosforja, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Ekstrakcija v vodi s stresanjem pod natančno določenimi pogoji.

4. REAGENT

Destilirana ali demineralizirana voda.

5. APARATURE

5.1 500-mililitrska merilna bučka.

5.2 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 5 g pripravljenega vzorca in se vnese v 500-mililitrsko merilno bučko (5.1).

7.2 **Ekstrakcija**

V bučko se doda 450 ml vode, katere temperatura mora biti med 20 in 25 ^{0}C.

30 minut se stresa v rotacijskem stresalniku (5.2).

Do oznake se dolije z vodo, se dobro premeša s stresanjem in filtrira skozi suh naguban filter, brez fosfatov, v suho posodo.

7.3 **Določanje količine**

Določanje fosforja bo opravljeno na alikvotnem deležu tako pridobljene raztopine po metodi 3.2.

Metoda 3.2

DOLOČANJE KOLIČINE IZLOČENEGA FOSFORJA

(Gravimetrična metoda ob uporabi kinolinfosfomolibdata)

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine fosforja v ekstraktih gnojil.

2. PODROČJE UPORABE

Metoda je uporabna za vse ekstrakte gnojil ([1]), namenjene za določanje količin različnih oblik fosforja.

3. PRINCIP

Po morebitni hidrolizi se fosfor obori v kislem mediju v obliki kinolinfosfomolibdata.

Po filtraciji in spiranju se oborina posuši pri 250 ^{0}C in se stehta.

Pri zgoraj navedenih pogojih spojine, ki so navadno v raztopini (minerali in organske kisline, ioni amonijaka, topni silikati itd.), ne bodo motile, če se za obarjanje uporabi reagent na podlagi natrijevega ali amonijevega molibdata.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Koncentrirana dušikova kislina (d_{20} = 1,40).

4.2 Priprava reagenta.

4.2.1 Priprava reagenta na podlagi natrijevega molibdata.

Raztopina A: 70 g natrijevega molibdata dihidrata se raztopi v 100 ml destilirane vode.

Raztopina B: 60 g citronske kisline monohidrata se raztopi v 100 ml destilirane vode in se doda 85 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

Raztopina C: Raztopina A se vmeša v raztopino B, da se dobi raztopina C.

Raztopina D: V 50 ml destilirane vode se doda 35 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1) in nato 5 ml sveže predestiliranega kinolina. Ta raztopina se doda raztopini C, se dobro premeša in pusti stati čez noč v temnem prostoru. Potem se z destilirano vodo dopolni do prostornine 500 ml, se znova premeša in filtrira skozi filtrirni lonček (5.6).

4.2.2 Priprava reagenta na podlagi amonijevega molibdata.

Raztopina A: V 300 ml destilirane vode se ob rahlem segrevanju in občasnem mešanju raztopi 100 g amonijevega molibdata.

Raztopina B: 120 g citronske kisline monohidrata se raztopi v 200 ml destilirane vode, doda se 170 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

([1]) Fosfor, topen v mineralnih kislinah, fosfor, topen v vodi, fosfor, topen v raztopini amonijevega citrata, fosfor, topen v 2 % citronski kislini, in fosfor, topen v 2 % mravljični kislini.

Raztopina C: 10 ml sveže predestiliranega kinolina se doda k 70 ml koncentrirane dušikove kisline (4.1).

Raztopina D: Raztopina A se ob mešanju počasi zlije v raztopino B. Po temeljitem mešanju se tej mešanici doda raztopina C in se dopolni do prostornine enega litra. Pusti se stati dva dni v temnem prostoru in se filtrira skozi filtrirni lonček (5.6).

Reagenta 4.2.1 in 4.2.2 se lahko uporabita na enak način; oba je treba hraniti v temnem prostoru in v zamašenih polietilenskih bučkah.

5. APARATURE

5.1 Običajna laboratorijska oprema in 500-mililitrska erlenmajerica s širokim vratom.

5.2 Merilne pipete, 10, 25 in 50 ml.

5.3 Filtrirni lonček s poroznostjo od 5 do 20.

5.4 Buchnerjeva bučka.

5.5 Sušilnik, nastavljen na 250 ± 10 °C.

5.6 Lij iz taljenega stekla s poroznostjo od 5 do 20.

6. POSTOPEK

6.1 **Obdelava raztopine**

S pipeto se odvzame alikvotni delež izvlečka gnojila (glej tabelo 2), ki vsebuje približno 0,01 g P_2O_5, in se prenese v 500-mililitrsko erlenmajerico. Doda se 15 ml koncentrirane dušikove kisline [1] (4.1) in se z vodo razredči približno do 100 ml.

Tabela 2

Določanje alikvotnih deležev fosfatnih raztopin

% P_2O_5 v gnojilu	% P v gnojilu	Vzorec za analizo (g)	Razredčenje (na ml)	Vzorec (ml)	Razredčenje (na ml)	Vzorec za obarjanje (ml)	Faktor pretvorbe kinolin- fosfomolib-data (F), v % P_2O_5	Faktor pretvorbe kinolin- fosfomolib-data (F'), v % 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, kadar raztopina za obarjanje vsebuje več kakor 15 ml citratne raztopine (nevtralnega citrata, Petermannovega ali Jouliejevega alkalnega citrata).

6.2 **Hidroliza**

Če obstaja sum, da so v raztopini metafosfati, pirofosfati ali polifosfati, se opravi hidrolizo takole.

Vsebina erlenmajerice se segreje do počasnega vrenja in se vzdržujte na tej temperaturi, dokler hidroliza ni končana (to traja ponavadi eno uro). S kondenzatorjem povratnega toka se je treba izogniti izgubam zaradi brizganja tekočine in čezmernega izhlapevanja, ki lahko začetno prostornino zmanjšata za več kakor polovico. Po hidrolizi se dolije destilirana voda do začetne prostornine.

6.3 **Tehtanje lončka**

Filtrirni lonček (5.3) se suši vsaj 15 minut v sušilni pečici, nastavljeni na 250 ± 10 ^{0}C. Ko se v eksikatorju ohladi, se stehta.

6.4 **Obarjanje**

V erlenmajerici se segreva kisla raztopina, dokler ne začne vreti, nato pa se z dodatkom 40 ml reagenta za obarjanje (reagent 4.2.1 ali 4.2.2) ([1])po kapljicah in ob nenehnem mešanju začne reakcija obarjanja kinolinfosfomolibdata. Erlenmajerica se postavi v parno kopel, se pusti tam 15 minut in se od časa do časa pretrese. Raztopina se lahko filtrira takoj ali za tem, ko se ohladi.

6.5 **Filtriranje in spiranje**

Raztopina se spere v vakuumu z odlivanjem. Oborina se spere v erlenmajerici s 30 ml vode. Odlije se in raztopina se filtrira. Postopek se ponovi petkrat. Preostanek oborine se kvantitativno prenese v filtrirni lonček in se spere z vodo. Štirikrat se spere z 20 ml vode in se pusti, da tekočina odteče iz lončka pred vsakim dodajanjem. Oborina se dobro posuši.

6.6 **Sušenje in tehtanje**

Zunanja stran lončka se obriše s filtrirnim papirjem. Lonček se postavi v sušilnik in se tam pusti, dokler njegova teža ne postane stalna, pri temperaturi 250 ^{0}C (5.5) (ponavadi 15 minut); pusti se, da se ohladi v eksikatorju pri sobni temperaturi, in se nato hitro stehta.

6.7 **Slepi test**

Za vsako serijo določanj količine se naredi slepi test samo z reagenti in topili v razmerjih, ki so bila uporabljena pri ekstrakciji (raztopina citrata itd.), in uporabijo se pri izračunavanju končnega rezultata.

6.8 **Preverjanje**

Določanje količine se opravi z alikvotnim deležem raztopine kalijevega dihidrogen fosfata, ki vsebuje 0,01 g P_2O_5.

([1]) Da bi se oborile fosfatne raztopine, ki vsebujejo več kakor 15 ml raztopine citrata (nevtralnega, Petermannovega ali Jouliejevega) in so bile okisane z 21 ml koncentrirane dušikove kisline (glej opombo k 6.1), se uporabi 80 ml reagenta za obarjanje.

7. IZRAŽANJE REZULTATA

Če so uporabljeni vzorci za analizo in razredčitve, prikazane v tabeli 2, velja naslednja formula:

% P v gnojilu = (A – a) × F'

ali

% P_2O_5 v gnojilu = (A – a) × F

pri čemer je:

A = masa kinolinfosfomolibdata v gramih,

a = masa kinolinfosfomolibdata, dobljenega v slepem testu, v gramih,

F in F' = faktorja, navedena v zadnjih dveh stolpcih tabele 2.

Za vzorce za analizo in razredčitve, ki se razlikujejo od vzorcev iz tabele 2, velja naslednja formula:

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

ali

$$\% \text{ P v gnojilu} == \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

pri čemer je:

f in f' = konverzijska faktorja kinolinfosfomolibdata v P_2O_5 = 0,032074, (f), ali v P = 0,013984 (f').

D = faktor razredčitve.

M = masa analiziranega vzorca v gramih.

Metoda 4

KALIJ

Metoda 4.1

DOLOČANJE VSEBNOSTI KALIJA, TOPNEGA V VODI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja kalija, topnega v vodi.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa kalijeva gnojila, našteta v Prilogi I k Direktivi 76/116/EGS.

3. PRINCIP

Kalij v vzorcu za analizo se raztopi v vodi. Po odstranitvi ali fiksaciji spojin, ki lahko motijo količinsko določanje, se kalij obori v rahlo alkalnem mediju v obliki kalijevega tetrafenilborata.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Formaldehid.

Bistra, od 25 do 30 % raztopina formaldehida.

4.2 Kalijev klorid za analizo.

4.3 Raztopina natrijevega hidroksida: 10 N.

Treba je poskrbeti, da se zagotovi le uporaba natrijevega hidroksida brez kalija.

4.4 Raztopina indikatorja.

Raztopi se 0,5 g fenolftaleina v 90 % etanolu in se dopolni do prostornine 100 ml.

4.5 Raztopina EDTA.

V 100-mililitrski merilni bučki se raztopijo 4 g dinatrijeve soli etilendiamintetraocetne kisline dihidrata. Dopolni se do končne prostornine in se premeša.

Ta reagent se hrani v plastični posodi.

4.6 Raztopina STPB.

V 480 ml vode se raztopi 32,5 g natrijevega tetrafenilborata, dodata se 2 ml raztopine natrijevega hidroksida (4.3) in 20 ml raztopine magnezijevega klorida (100 g $MgCl_2 \times 6H_2O$ na liter).

Meša se 15 minut in se filtrira skozi fini filter brez pepela.

Ta reagent se hrani v plastični posodi.

4.7 Tekočina za spiranje.

Z vodo se razredči 20 ml raztopine STPB (4.6) na 1 000 ml.

4.8 Bromova voda.

Nasičena raztopina broma v vodi.

5. APARATURE

5.1 1 000-mililitrske merilne bučke.

5.2 250-mililitrska čaša.

5.3 Filtrirni lončki s poroznostjo od 5 do 20µ.

5.4 Sušilnik, nastavljen na 120 ± 10 ^{0}C.

5.5 Eksikator.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

Pri kalijevih soleh mora biti vzorec zmlet dovolj drobno, da bi se dobil reprezentativni vzorec za analizo. Za te produkte je treba uporabiti metodo 1(6)(a).

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

Na 0,001 g natančno se odtehta 10 g pripravljenega vzorca (5 g za kalijeve soli, ki vsebujejo več kakor 50 % kalijevega oksida). Ta preskusni vzorec se prenese v 600-mililitrsko čašo s približno 400 ml vode.

Segreje se do vrelišča in se pusti vreti 30 minut. Ohladi se, se kvantitativno prenese v 1 000-mililitrsko merilno bučko, dopolni do končne prostornine, premeša in filtrira v suho sprejemno posodo. Zavrže se prvih 50 ml filtrata (glej 7.6, opomba o postopku).

7.2 **Priprava alikvotnega deleža za obarjanje**

S pipeto se prenese alikvotni delež filtrata, ki vsebuje od 25 do 50 mg kalija (glej tabelo 3) v 250-mililitrsko čašo. Če je treba, se dolije z vodo do 50 ml.

Da bi se odstranile kakršne koli moteče snovi, se doda 10 ml raztopine EDTA (4.5), nekaj kapljic raztopine fenolftaleina (4.4) in se po kapljicah vmeša raztopina natrijevega hidroksida (4.3), dokler to ne postane rdeče, ter se končno doda še nekaj kapljic natrijevega hidroksida, da bi se zagotovil presežek (ponavadi 1 ml natrijevega hidroksida zadostuje za nevtralizacijo vzorca in zagotovitev presežka).

Da bi se odstranila večina amonijaka (glej 7.6(b), opomba o postopku), se pusti 15 minut zmerno vreti.

Če je treba, se doda voda do prostornine 60 ml.

Raztopina naj doseže vrelišče, čaša se odstrani z grelne plošče in doda se 10 ml formaldehida (4.1). Doda se nekaj kapljic fenolftaleina in po potrebi še nekaj natrijevega hidroksida, dokler se ne pokaže jasna rdeča barva. Čaša se prekrije z urnim steklom in se za 15 minut postavi na parno kopel.

7.3 **Tehtanje lončka**

Filtrirni lonček (glej 5 „Aparature“) se posuši do stalne teže (približno 15 minut) v sušilniku, segretem na 120 ^{0}C (5.4).

Pusti se, da se lonček ohladi v eksikatorju, in se nato stehta.

7.4 **Obarjanje**

Čaša se odstrani s parne kopeli, se premeša in po kapljicah doda 10 ml raztopine STPB (4.6). To dodajanje traja približno dve minuti. Pred filtriranjem se počaka vsaj 10 minut.

7.5 **Filtriranje in spiranje**

V vakuumu se filtrira v stehtani lonček, čaša se spere s tekočino za spiranje (4.7), oborina pa se spere trikrat s tekočino za spiranje (skupaj 60 ml te tekočine) in dvakrat z od 5 do 10 ml vode.

Oborina se dobro posuši.

7.6 **Sušenje in tehtanje**

Zunanjost lončka se obriše s filtrirnim papirjem. Lonček se skupaj z vsebino postavi v sušilnik za eno uro in pol pri temperaturi 120 °C. Pusti se, da se lonček v eksikatorju ohladi na sobno temperaturo, in se hitro stehta.

Opombe o postopku

(a) Če je filtrat temno obarvan, se s pipeto prenese alikvotni delež, ki vsebuje največ 100 K_2O, v 100-mililitrsko merilno bučko, doda se bromova voda in se segreje do vrelišča, da bi se odstranil presežek broma. Po ohlajanju se prostornina dopolni, se filtrira in določi količina kalija v alikvotnem deležu filtrata.

(b) Kadar je malo ali nič dušika v obliki amonijaka, ni potrebno 15-minutno vrenje.

7.7 **Alikvotni deleži, ki jih je treba odvzeti kot vzorce, in faktorji pretvorbe**

Tabela 3

Za metodo 4

% K_2O v gnojilu	% K v gnojilu	Vzorec za analizo (g)	Vzorec raztopine izvlečka za razredčenje (ml)	Razredčitev (na ml)	Alikvotni delež, ki se odvzame kot vzorec za obarjanje (ml)	Faktor pretvorbe (F), $\frac{\%\ K_2O}{g\ TPBK}$	Faktor pretvorbe (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	bodisi –		10	131,400	109,060
			ali 50	250	50	131,400	109,060
več kakor 50	več kakor 41,5	5	bodisi –	—	10	262,800	218,120
			ali 50	250	50	262,800	218,120

7.8 **Slepi test**

Za vsako skupino določanj se naredi slepi test izključno z reagenti v razmerjih, uporabljenih pri analizi, in se nato uporabijo pri izračunu končnega rezultata.

7.9 **Kontrolni test**

Za nadzor nad metodo analize se opravi določanje količine na alikvotnem deležu vodne raztopine kalijevega klorida, ki vsebuje največ 40 mg K_2O.

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Če se za analizo uporabijo vzorci in razredčitve, prikazane v tabeli 3, velja naslednja formula:

% K_2O v gnojilu = (A – a) × F

ali

% K v gnojilu = (A – a) × F'

pri čemer je:

A = masa oborine iz vzorca, v gramih,

a = masa oborine iz slepega testa, v gramih,

F in F' = faktorja (glej tabelo 3).

Pri vzorcih in razredčitvah, ki se razlikujejo od vzorcev, prikazanih v tabeli 3, se uporabi naslednja formula:

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

ali

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

pri čemer je:

f = faktor pretvorbe, KTPB v K_2O = 0,1314,

f' = faktor pretvorbe, KTPB v K = 0,109,

D = faktor razredčenja,

M = masa vzorca za analizo, v gramih.

Metoda 5

MAGNEZIJ

Metoda 5.1

DOLOČANJE MAGNEZIJA, TOPNEGA V VODI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine magnezija, topnega v vodi.

2. PODROČJE UPORABE

Izključno le za enostavna gnojila, za katera so v Prilogi I A k Direktivi 76/116/EGS določene navedbe magnezija, topnega v vodi.

3. PRINCIP

Raztapljanje magnezija s segrevanjem preskusnega vzorca v vodi do vrelišča.

Prva titracija z EDTA iz Ca + Mg v navzočnosti eriokrom črnega T. Druga titracija z EDTA iz Ca v navzočnosti kalceina ali kalcon-karbonske kisline. Določanje količine magnezija iz razlike.

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda.

4.1 Standardna 0,05-molarna raztopina magnezija.

Odtehta se 2,016 g magnezijevega oksida, poprej dve uri žarjenega pri 600 ^{0}C. Prenese se v čašo skupaj s 100 ml vode. Vmeša se 120 ml približno 1 N solne kisline. Po raztapljanju se raztopina kvantitativno prenese v litrsko merilno bučko, se do oznake dopolni z vodo in se premeša.

Koncentracija raztopine se preveri gravimetrično kot fosfat.

1 ml raztopine mora vsebovati 0,1216 g Mg (= 0,2016 g MgO).

4.2 0,05-molarna raztopina EDTA.

Odtehta se 18,61 g dinatrijeve soli etilendiamintetraocetne kisline dihidrata ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$), se prenese v čašo in raztopi v od 600 do 800 ml vode. Raztopina se kvantitativno prenese v litrsko merilno bučko. Dopolni se do končne prostornine in se premeša. Ta raztopina se preveri s standardno raztopino (4.1) tako, da se odvzame 20-mililitrski vzorec standardne in se nato titrira v skladu z analitskim postopkom (7.4.1).

1 ml raztopine EDTA naj bi ustrezal 1,216 mg Mg ali 2,016 mg MgO in 2,004 mg Ca ali 2,804 mg CaO (glej 9.1 in 9.6).

4.3 0,05-molarna standardna raztopina kalcija.

Odtehta se 5,004 g suhega kalcijevega karbonata. Vnese se v čašo s 100 ml vode. Postopoma se vanj vmeša 120 ml približno 1 N solne kisline.

Segreje se do vrelišča, da bi izginil ogljikov dioksid, ohladi se, se kvantitativno prenese v litrsko merilno bučko, se z vodo dopolni do končne prostornine in se premeša. Ta raztopina se v primerjavi z raztopino EDTA (4.2) preveri z analitskim postopkom 7.4.2. 1 ml te raztopine naj bi vseboval 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) in ustrezal 1 ml 0,05-molarne raztopine EDTA.

4.4 Indikator kalcein.

V terilnici se previdno zmeša 1 g kalceina s 100 g natrijevega klorida. Uporabi se 10 mg te mešanice. Indikator se spremeni iz zelene v oranžno. Titracija mora potekati, dokler se ne dobi oranžna brez zelenih odtenkov.

4.5 Indikator kalcon-karbonska kislina.

400 mg kalcon-karbonske kisline se raztopi v 100 ml etanola. Uporabijo se tri kapljice te raztopine. Indikator se spremeni iz rdeče v modro. Titracija mora potekati, dokler se ne dobi modra brez rdečih odtenkov.

4.6 Indikator eriokrom črno T.

300 mg eriokrom črnega T se raztopi v mešanici 25 ml propanola in 15 ml trietanolamina. Uporabijo se tri kapljice te raztopine. Indikator se spremeni iz rdeče v modro, titracija pa mora potekati, dokler se ne dobi modra brez rdečih odtenkov. Barvo spremeni le v navzočnosti magnezija. Po potrebi se doda 0,1 ml standardne raztopine (4.1).

Kadar sta navzoča kalcij in magnezij, EDTA najprej sestavlja kompleks s kalcijem in nato z magnezijem. V tem primeru se količina obeh elementov določi hkrati.

4.7 Kalijev cianid.

2 % vodna raztopina KCN.

4.8 Raztopina kalijevega hidroksida in kalijevega cianida.

280 g KOH in 66 g KCN se raztopi v vodi, se dopolni do enega litra in premeša.

4.9 Pufrska raztopina s pH 10.

V 200 ml vode se raztopi 33 g amonijevega klorida, doda se 250 ml amonijaka (d = 0,91), do oznake za prostornino 500 ml se dolije voda in se premeša. pH te raztopine se redno preverja.

5. APARATURE

5.1 Magnetni ali mehanski mešalec.

5.2 pH-meter.

5.3 500-mililitrske merilne bučke.

5.4 300-mililitrske čaše.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec**

5 g pripravljenega vzorca se odtehta na 1 mg natančno in se vnese v 500-mililitrsko merilno bučko.

7.2 **Raztopina**

Doda se približno 300 ml vode in se pusti vreti pol ure. Ohladi se, se dopolni do končne prostornine, se premeša in filtrira.

7.3 **Kontrolni test**

Določanje količine se opravi na alikvotnem deležu raztopin (4.1) in (4.3) tako, da ostane razmerje med Ca in Mg enako tistemu, ki se pričakuje v vzorcu.

Vzame se *(a)* mililitrov standardne raztopine (4.3) in *(b – a)* mililitrov standardne raztopine (4.1).

(a) in *(b)* sta števili mililitrov raztopine EDTA, uporabljene v dveh titracijah pri analizi vzorca. Ta postopek je pravilen le, če imajo standardne raztopine EDTA, kalcija in magnezija enake koncentracije. Če ni tako, je treba narediti ustrezne popravke.

7.4 **Določanje količine**

7.4.1 *Titracija v navzočnosti eriokrom črnega T*

Alikvotni delež raztopine za analizo (7.5) se s pipeto prenese v 300-mililitrsko čašo in se z vodo razredči na približno 100 ml. Doda se 5 ml pufrske raztopine (4.9). pH, izmerjen z metrom, mora biti 10,5 ± 0,1. Dodata se 2 ml raztopine kalijevega cianida (4.7) in tri kapljice indikatorja eriokrom črnega T (4.6). Rahlo se premeša in titrira z raztopino EDTA (4.2) (9.2, 9.3 in 9.4). Naj bo „*b*“ število mililitrov 0,05-molarne raztopine EDTA.

7.4.2 *Titracija v navzočnosti kalceina ali kalcon-karbonske kisline*

Alikvotni delež raztopine za analizo, enak odvzetemu v zgoraj navedeni titraciji, se s pipeto prenese v čašo. Z vodo se razredči na približno 100 ml. Doda se 10 ml raztopine KOH/KCN (4.8) in indikator (4.4 ali 4.5). Rahlo se premeša in titrira z raztopino EDTA (9.2, 9.3 in 9.4). Naj bo „*a*“ število mililitrov 0,05-molarne raztopine EDTA.

7.5 **Alikvotni deleži, odvzeti kot vzorec za titracijo**

Vrsta gnojila	Alikvotni delež, odvzet kot vzorec za vsako titracijo (ml)	Količina vzorca v enem alikvotnem deležu (g)
Nitrat kalcija in magnezija	20	0,200
Magnezij-amonijev sulfat-nitrat	50	0,500
Grobe kalijeve soli	25	0,250
Kalij-magnezijev klorid	25	0,250
Sulfat kalija in magnezija	25	0,250

Opomba

1. Pri vseh teh gnojilih je preskusni vzorec težek 5 g, celotna prostornina raztopine za analizo pa je 500 ml.

2. Pri titraciji z eriokrom črnim T se ne sme porabiti dosti več kakor 25 ml EDTA, drugače je treba zmanjšati prostornino alikvotnega deleža.

   Mogoče pa je ta delež tudi povečati.

8. IZRAŽANJE REZULTATOV

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

ali

$$\% \text{ MgO gnojilu} == \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

pri čemer je:

T = koncentracija raztopine EDTA,

T' = koncentracija raztopine EDTA.

Če je ta natanko 0,05 M, je T enak 0,2016 g MgO ali T' enak 0,1216 g Mg.

M = masa vzorca v alikvotnem deležu, odvzetem kot vzorec (7.5), v gramih.

9. PRIPOMBE

9.1 Stehiometrično razmerje EDTA in kovine je v kompleksometričnih analizah vedno 1: 1, ne glede na valenco kovine in čeprav je EDTA štirivalenten. Titracijska raztopina EDTA in standardne raztopine bodo tako molarne in ne normalne.

9.2 Kompleksometrični indikatorji so navadno občutljivi na delovanje zraka in raztopine lahko med titracijo obledijo. Takrat je treba dodati eno ali dve kapljici indikatorja. Ta učinek se opazi, kadar se uporabita eriokrom črno in kalcon-karbonska kislina.

9.3 Kompleksi kovina-indikator so včasih relativno stabilni in spreminjanje barve lahko traja nekaj časa.

Zadnje kapljice EDTA je zato treba dodati počasi in to, da ni presežena točka spreminjanja barve, je treba zagotoviti z dodatkom ene kapljice 0,05-molarne raztopine magnezija (4.1) ali raztopine kalcija (4.3).

To še posebej velja za kompleks eriokrom-magnezij.

9.4 Spreminjanja barve indikatorja se ne sme opazovati od zgoraj, temveč vodoravno skozi raztopino, čašo pa je treba postaviti pred belo ozadje na dobro osvetljen kraj.

Spreminjanje barve indikatorja se lahko opazuje tudi tako, da se čaša položi na mlečno brušeno stekleno ploščo, osvetljeno od zgoraj (25-vatna žarnica).

9.5 Ta analiza zahteva precejšnjo kemikovo izkušenost. Kemik bi se moral potruditi, da bi *inter alia* opazoval spreminjanje barve s standardnimi raztopinami (4.1 in 4.3).

Priporočljivo je, da določanja količine vedno opravi isti kemik.

9.6 Uporaba raztopine EDTA z zagotovljeno močjo (na primer Titrisol ali Normex) lahko olajša preskušanje enakosti koncentracij standardnih raztopin (4.1, 4.2 in 4.3).

Metoda 6

KLOR

Metoda 6.1

DOLOČANJE KOLIČINE KLORIDOV, ČE NI ORGANSKIH SNOVI

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen postopek določanja količine klorida, če ni organskih snovi.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa gnojila brez organskih snovi.

3. PRINCIP

Kloridi, raztopljeni v vodi, se oborijo v kislem mediju s presežkom standardne raztopine srebrovega nitrata. Presežek se titrira z raztopino amonijevega tiocianata v navzočnosti železovega amonijevega sulfata (Volhardova metoda).

4. REAGENTI

Destilirana ali demineralizirana voda brez kloridov.

4.1 Nitrobenzen ali dietileter.

4.2 Dušikova kislina: 10 N.

4.3 Raztopina indikatorja.

40 g železovega amonijevega sulfata $Fe_2(SO_4)_3 \times (NH_4)_2SO_4 \times 24H_2O$ se raztopi v vodi in se dopolni do enega litra.

4.4 Standardna raztopina srebrovega nitrata: 0,1 N.

4.5 Standardna raztopina amonijevega tiocianata: 0,1 N.

Priprava

Ker je ta sol higroskopična in je ni mogoče posušiti brez nevarnosti, da razpade, je priporočljivo odtehtati približno 9 gramov, ki se raztopijo v vodi, in to se dopolni do prostornine enega litra. S titracijo 0,1 N $AgNO_3$ se uravna koncentracija na 0,1 N.

5. APARATURE

5.1 Rotacijski stresalnik (od 35 do 40 vrtljajev na minuto).

5.2 Birete.

5.3 500-mililitrska merilna bučka.

5.4 Stožčasta steklenička (erlenmajerica), 250 ml.

6. PRIPRAVA VZORCA

Glej metodo 1.

7. POSTOPEK

7.1 **Vzorec in priprava raztopine**

V 500-mililitrsko merilno bučko se vnese 5 g vzorca, odtehtanega na 0,001 g natančno, in se doda 450 ml vode. Na stresalniku (5.1) se meša pol ure; do 500 ml se dolije z destilirano vodo; premeša se in filtrira v čašo.

7.2 **Določanje količine**

Vzame se alikvotni delež filtrata, ki ne vsebuje več kakor 0,150 g klorida. Na primer 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,50 g) ali 100 ml (1 g). Če je odvzeti alikvot manjši od 50 ml, mu je treba z destilirano vodo povečati prostornino na 50 ml.

Doda se 5 ml 10 N dušikove kisline (4.2), 20 ml indikatorske raztopine (4.3) in dve kapljici standardne raztopine amonijevega tiocianata (vzorec tega reagenta se odvzame z bireto, nastavljeno na ničlo).

Nato se z bireto dodaja standardna raztopina srebrovega nitrata (4.4), dokler se ne dobi 2 do 5 ml presežka. Doda se 5 ml nitrobenzena ali 5 ml dietiletra (4.1) in se dobro pretrese, da se oborina združi. Presežek srebrovega nitrata se titrira z 0,1 N amonijevim tiocianatom (4.5), dokler se ne pokaže rdečkasto rjava barva, ki ostane, ko se bučka malce strese.

Opomba

Nitrobenzen ali dietileter (predvsem nitrobenzen) preprečuje reakcijo med srebrovim kloridom in ioni tiocianata. Tako se dobi jasno spreminjanje barve.

7.3 **Slepi test**

Slepi test se opravi pri enakih pogojih in se uporabi pri računanju končnega rezultata.

7.4 **Kontrolni test**

Pred določanji se preveri natančnost metode z uporabo alikvotnega deleža sveže pripravljene raztopine kalijevega klorida tako, da ta delež vsebuje znano količino klorida (približno 100 mg).

8. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultat analize se izrazi kot odstotek klora v vzorcu, kakor je bil sprejet za analizo.

Odstotek klora (Cl) se izračuna po formuli:

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

pri čemer je:

V_Z = število mililitrov 0,1 N srebrovega nitrata,

V_{CZ} = število mililitrov 0,1 N srebrovega nitrata, uporabljenega v slepem testu,

V_A = število mililitrov 0,1 N amonijevega tiocianata,

V_{CA} = število mililitrov 0,1 N amonijevega tiocianata, uporabljenega v slepem testu,

M = masa odvzetega vzorca (7.2), v gramih.

Metodi 7

DROBNOST MLETJA

Metoda 7.1

DOLOČANJE DROBNOSTI MLETJA (SUHI POSTOPEK)

1. NAMEN

V tem dokumentu je opredeljen suhi postopek za določanje drobnosti mletja.

2. PODROČJE UPORABE

Vsa gnojila tipa EGS, za katera so dane zahteve za drobnost mletja pri uporabi 0,63- in 0,160-milimetrskega sita.

3. PRINCIP

Z mehanskim stresanjem sita se določi količina zrnc izdelka, katerih velikost presega 0,63 mm, in zrnc, katerih velikost je med 0,16 in 0,63 mm, in se izračuna odstotek drobnosti mletja.

4. APARATURE

4.1 Mehanski stresalnik sit.

4.2 Sita z 0,16- in 0,63-milimetrskimi odprtinami in standardnimi dimenzijami (premer 20 cm in višina 5 cm).

5. POSTOPEK

Na 0,05 g natančno se odtehta 50 g vzorca. Na stresalnik (4.1) se namestijo dve siti in zbiralna posoda tako, da se sito z večjimi odprtinami postavi na vrh. Vzorec za analizo se vnese na vrh. Seje se 10 minut in se odstrani delež, ki se zbere na dnu. Naprava se znova požene in po eni minuti se preveri, ali je količina, zbrana na dnu, večja od 250 mg. Postopek se ponavlja (vsakič eno minuto), dokler zbrana količina ni manjša od 250 mg. Preostali material na obeh sitih se stehta ločeno.

6. IZRAŽANJE REZULTATA

% drobnosti vzorca, prikazane s sitom z 0,63-milimetrskimi odprtinami = $(50 - M_1) \times 2$

% drobnosti vzorca, prikazane s sitom z 0,16-milimetrskimi odprtinami = $(50 - (M_1 + M_2)) \times 2$

pri čemer je:

M_1 = masa ostanka na situ z 0,63-milimetrskimi odprtinami, v gramih,

M_2 = masa ostanka na situ z 0,16-milimetrskimi odprtinami, v gramih.

Snov, izločena s sita z 0,63-milimetrskimi odprtinami, je bila pri tem že odstranjena.

Rezultati teh izračunov se zaokrožijo na najbližje celo število.

Metoda 7.2

DOLOČANJE DROBNOSTI MLETJA MEHKIH NARAVNIH FOSFATOV

1. NAMEN

S to metodo se določa drobnost mletja mehkih naravnih fosfatov.

2. PODROČJE UPORABE

Mehki naravni fosfati.

3. PRINCIP

Pri vzorcih z majhnimi delci lahko nastopi zlepljanje, kar oteži suho sejanje. Zato se navadno uporabi mokro sejanje.

4. REAGENTI

Raztopina natrijevega heksametafosfata: 1 %.

5. APARATURE

5.1 Sita z odprtinami velikosti 0,063 in 0,125 mm in standardnimi dimenzijami (premer 20 cm in višina 5 cm); zbiralne posode.

5.2 Stekleni lij s premerom 20 cm, nameščen na stojalo.

5.3 250-mililitrske čaše.

5.4 Sušilnik.

6. ANALITSKA METODA

6.1 **Vzorčenje**

Na 0,05 g natančno se odtehta 50 g spojine. Obe strani sita se spereta z vodo in sito z 0,125-milimetrskimi odprtinami se postavi nad sito z 0,063-milimetrskimi odprtinami.

6.2 **Postopek**

Vzorec za analizo se postavi na vrhnje sito. Seje se pod majhnim curkom hladne vode (uporabi se lahko tudi voda iz vodovoda), dokler ta pri prehodu ne postane skoraj povsem čista. Poskrbeti je treba za takšen tok vode, da se spodnje sito ne bo moglo napolniti z njo.

Ko postane masa ostanka na vrhnjem situ bolj ali manj enaka, se to sito odstrani in se začasno postavi na zbiralno posodo.

Mokro se seje skozi spodnje sito še nekaj minut, dokler voda, ki gre skozenj, ne postane skoraj popolnoma čista.

Ponovno se 0,125-milimetrsko sito postavi nad 0,063-milimetrsko sito. Vsaka usedlina iz zbiralne posode se prenese na vrhnje sito in se začne znova sejati pod majhnim curkom vode, dokler ta znova ne postane skoraj čista.

Vsakega izmed ostankov se z lijem kvantitativno prenese v posebno čašo. Morebitni ostanek se suspendira tako, da se čaše napolnijo z vodo. Pusti se stati približno eno minuto in se odlije največja možna količina vode.

Čaše se za dve uri postavijo v sušilnik pri 150 ^{0}C.

Pusti se, da se ohladijo, s krtačo se odstranijo ostanki in se stehtajo.

7. IZRAŽANJE REZULTATA

Rezultati izračunov se zaokrožijo na najbližje celo število.

% drobnosti, ki jo kaže ostanek na 0,125-milimetrskem situ = $(50 - M_1) \times 2$

% drobnosti, ki jo kaže ostanek na 0,063-milimetrskem situ = $(50 - (M_1 + M_2)) \times 2$

pri čemer je:

M_1 = masa ostanka na 0,125-milimetrskem situ, v gramih,

M_2 = masa ostanka na 0,063-milimetrskem situ, v gramih.

8. PRIPOMBE

Če so po sejanju opazne kepe, naj bi se analiza ponovila na naslednji način.

V litrsko bučko, ki vsebuje 500 ml raztopine natrijevega heksametafosfata, se ob nenehnem mešanju počasi strese 50 g vzorca. Bučka se zamaši in se ročno močno pretrese, da bi se tako razbile morebitne kepe. Vsa suspenzija se prenese na vrhnje sito in bučka se dobro spere. Analiza se nadaljuje, kakor je opisano v 6.2.