Dette dokument er et dokumentationsredskab, og institutionerne påtager sig intet ansvar herfor

►**B**

EUROPA-PARLAMENTETS OG RÅDETS FORORDNING (EF) Nr. 2003/2003
af 13. oktober 2003
om gødninger
(EØS-relevant tekst)

(EFT L 304 af 21.11.2003, s. 1)

Ændret ved:

		Tidende nr.	side	dato
►**M1**	Rådets forordning (EF) nr. 885/2004 af 26. april 2004	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Kommissionens forordning (EF) nr. 2076/2004 af 3. december 2004	L 359	25	4.12.2004

▼B

EUROPA-PARLAMENTETS OG RÅDETS FORORDNING (EF) Nr. 2003/2003

af 13. oktober 2003

om gødninger

(EØS-relevant tekst)

EUROPA-PARLAMENTET OG RÅDET FOR DEN EUROPÆISKE UNION HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab, særlig artikel 95,

under henvisning til forslag fra Kommissionen ([1]),

under henvisning til udtalelse fra Det Europæiske Økonomiske og Sociale Udvalg ([2]),

efter proceduren i traktatens artikel 251 ([3]), og

ud fra følgende betragtninger:

(1) Rådets direktiv 76/116/EØF af 18. december 1975 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om gødning ([4]), Rådets direktiv 80/876/EØF af 15. juli 1980 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning vedrørende ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold ([5]), Kommissionens direktiv 87/94/EØF af 8. december 1986 om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning vedrørende metoder til efterprøvning af karakteristika, grænseværdier og detonérbarhed for ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold ([6]) og Kommissionens direktiv 77/535/EØF af 22. juni 1977 om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om stikprøve- og analysemetoder for gødning ([7]) er alle flere gange blevet ændret væsentligt. I overensstemmelse med Kommissionens meddelelse til Europa-Parlamentet og Rådet: »Enklere lovgivning for det indre marked: Et pilotprojekt (SLIM-projektet)« og handlingsplanen for det indre marked, bør disse direktiver ophæves og afløses af en enkelt retsakt for at opnå større klarhed på området.

(2) Fællesskabets lovgivning om gødninger er indholdsmæssigt meget teknisk. En forordning er derfor den bedst egnede retsakt, fordi den direkte pålægger fabrikanterne præcise krav, der skal anvendes samtidigt og på samme måde i hele Fællesskabet.

(3) Gødning skal i hver medlemsstat frembyde visse tekniske kendetegn fastsat ved bindende forskrifter. Disse forskrifter, der navnlig vedrører sammensætning og afgrænsning af typer af gødning, betegnelse af disse typer, identifikation og emballage, er forskellige fra medlemsstat til medlemsstat. Ved deres forskelligartethed hæmmer de samhandelen inden for Fællesskabet og bør derfor harmoniseres.

(4) Da målet med den foreslåede aktion, nemlig at sikre, at det indre marked for gødninger fungerer tilfredsstillende, ikke i tilstrækkeligt omfang kan opnås af medlemsstaterne, hvis der ikke findes fælles tekniske kriterier, men bedre kan opnås på fællesskabsplan

([1]) EFT C 51 E af 26.2.2002, s. 1, og EFT C 227 E af 24.9.2002, s. 503.
([2]) EFT C 80 af 3.4.2002, s. 6.
([3]) Europa-Parlamentets udtalelse af 10.4.2002 (EUT C 127 E af 29.5.2003, s. 160), Rådets fælles holdning af 14.4.2003 (EUT C 153 E af 1.7.2003, s. 56) og Europa-Parlamentets afgørelse af 2. september 2003 (endnu ikke offentliggjort i EUT).
([4]) EFT L 24 af 30.1.1976, s. 21. Senest ændret ved Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 98/97/EF (EFT L 18 af 23.1.1999, s. 60).
([5]) EFT L 250 af 23.9.1980, s. 7. Ændret ved Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 97/63/EF (EFT L 335 af 6.12.1997, s. 15).
([6]) EFT L 38 af 7.2.1987, s. 1. Ændret ved Kommissionens direktiv 88/126/EØF (EFT L 63 af 9.3.1988, s. 12).
([7]) EFT L 213 af 22.8.1977, s. 1. Senest ændret ved direktiv 95/8/EF (EFT L 86 af 20.4.1995, s. 41).

▼B

på grund af aktionens omfang, kan Fællesskabet vedtage foranstaltninger i overensstemmelse med subsidiaritetsprincippet, jf. traktatens artikel 5. I overensstemmelse med proportionalitetsprincippet, jf. nævnte artikel, går denne forordning ikke videre end nødvendigt for at opnå dette mål.

(5) Det er nødvendigt på fællesskabsniveau at fastlægge betegnelse, afgrænsning og sammensætning for visse gødninger (EF-gødninger).

(6) Der bør ligeledes fastsættes fællesskabsbestemmelser for EF-gødninger med hensyn til deres identifikation, deres sporbarhed og mærkning samt lukning af emballagen.

(7) Der bør indføres en procedure på fællesskabsplan, der skal følges i de tilfælde, hvor en medlemsstat anser det for nødvendigt at begrænse markedsføringen af EF-gødninger.

(8) Produktionen af gødninger kan i nogen grad være svingende som følge af fremstillingsteknik eller grundmaterialer. Prøveudtagnings- og analyseprocedurer kan også variere. Det er derfor nødvendigt at tillade tolerancer for det deklarerede indhold af næringsstoffer. I landbrugets interesse er det vigtigt at holde disse tolerancer inden for snævre grænser.

(9) Officiel kontrol af, om EF-gødningerne opfylder kravene i denne forordning med hensyn til kvalitet og sammensætning, bør udføres af laboratorier, som er godkendt af medlemsstaterne og meddelt Kommissionen.

(10) Ammoniumnitrat er den væsentligste bestanddel i en række forskellige produkter, hvoraf nogle anvendes som gødning og andre som sprængstof. Det har, under hensyn til de særlige egenskaber ved ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold og de heraf følgende krav vedrørende den offentlige sikkerhed, arbejdstagernes sundhed og deres beskyttelse, vist sig nødvendigt at fastsætte supplerende fællesskabsbestemmelser for disse former for EF-gødning.

(11) Visse af disse produkter kan være farlige og vil i visse tilfælde kunne bruges til andet end det, som de er beregnede til. Dette kan udsætte personer og ejendom for fare. Fabrikanterne bør derfor pålægges at træffe passende foranstaltninger med henblik på at undgå sådan brug, og specielt med henblik på at sikre, at sådanne gødninger kan spores.

(12) Af hensyn til den offentlige sikkerhed er det særligt vigtigt på fællesskabsplan at fastlægge de karakteristiske egenskaber, der adskiller EF-ammoniumnitratgødninger med højt kvælstofindhold fra de forskellige ammoniumnitratprodukter, som medgår ved fremstillingen af produkter, der kan anvendes som sprængstof.

(13) For at sikre, at EF-ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold er uskadelig, bør gødningen være i besiddelse af bestemte egenskaber. Fabrikanterne bør sikre, at alle ammoniumnitratgødninger med højt kvælstofindhold har været underkastet en detonérbarhedsprøve før markedsføringen af gødningen.

(14) Det er nødvendigt, at Fællesskabet fastsætter regler for metoderne med lukkede varmecykler, også selv om disse metoder ikke nødvendigvis simulerer alle de forhold, der kan opstå i forbindelse med transport og opbevaring.

(15) Gødninger kan blive forurenede med stoffer, der kan udgøre en potentiel risiko for menneskers eller dyrs sundhed og for miljøet. På baggrund af udtalelsen fra Den Videnskabelige Komité for Toksicitet, Økotoksicitet og Miljø (SCTEE) har Kommissionen til hensigt at behandle spørgsmålet vedrørende utilsigtet indhold af cadmium i mineralske gødninger, og den vil om nødvendigt udarbejde et forslag til forordning, som forelægges Europa-Parlamentet og Rådet. Hvis det er relevant, vil andre forurenende stoffer senere blive behandlet på samme måde.

(16) Det er hensigtsmæssigt at fastlægge en procedure, der skal følges af enhver fabrikant eller dennes repræsentant, der ønsker en ny

▼B

type gødning optaget i bilag I for at kunne benævne den »EF-gødning«.

(17) Nødvendige foranstaltninger til gennemførelse af denne forordning bør vedtages i overensstemmelse med Rådets afgørelse 1999/468/EF af 28. juni 1999 om fastsættelse af de nærmere vilkår for udøvelsen af de gennemførelsesbeføjelser, der tillægges Kommissionen ([1]).

(18) Medlemsstaterne bør fastsætte sanktioner for overtrædelse af bestemmelserne i denne forordning. De kan fastsætte, at en fabrikant, som overtræder artikel 27, kan idømmes en bøde svarende til ti gange markedsværdien af den sending, der ikke opfylder bestemmelserne.

(19) Direktiv 76/116/EØF, 77/535/EØF, 80/876/EØF og 87/94/EØF bør ophæves —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

AFSNIT I

GENERELLE BESTEMMELSER

KAPITEL I

Anvendelsesområde og definitioner

Artikel 1

Anvendelsesområde

Denne forordning finder anvendelse på produkter, som markedsføres som gødninger under betegnelsen »EF-gødning«.

Artikel 2

Definitioner

I denne forordning forstås ved:

a) »Gødning eller gødningsstof«: materiale, hvis hovedfunktion er at forsyne planter med næringsstoffer.

b) »Hovednæringsstoffer«: grundstofferne kvælstof, phosphor og kalium.

c) »Sekundærnæringsstoffer«: grundstofferne calcium, magnesium, natrium og svovl.

d) »Mikronæringsstoffer«: grundstofferne bor, kobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink, der er vigtige for planternes vækst i små mængder sammenlignet med mængderne af hovednæringsstoffer og sekundærnæringsstoffer.

e) »Uorganisk gødning«: gødning, hvis deklarerede indhold af næringsstoffer foreligger som mineraler fremstillet ved udvinding eller ved mekaniske og/eller kemiske industriprocesser. Calciumcyanamid, urea og kondensations- og associationsprodukter heraf samt gødningsstoffer, der indeholder chelerede eller kompleksbundne mikronæringsstoffer, kan traditionelt klassificeres som uorganiske gødninger.

f) »Chelateret mikronæringsstof«: et mikronæringsstof, der fastholdes af et af de organiske molekyler, der er anført i punkt E.3.1 i bilag I.

g) »Kompleksbundet mikronæringsstof«: et mikronæringsstof, der fastholdes af et af de organiske molekyler, der er anført i punkt E.3.2 i bilag I.

h) »Gødningstyper«: gødninger med fælles typebetegnelse som anført i bilag I.

([1]) EFT L 184 af 17.7.1999, s. 23.

▼B

i) »Enkeltgødning«: en kvælstof-, fosfor- eller kaliumgødning, som kun indeholder ét hovednæringsstof i en mængde, der kan deklareres.

j) »Sammensat gødning«: gødning, der er fremstillet kemisk eller ved mekanisk blanding eller en kombination heraf, og som indeholder mindst to hovednæringsstoffer i en mængde, der kan deklareres.

k) »Kompleks gødning«: en sammensat gødning, der er fremstillet ved kemisk reaktion, ved opløsning eller i fast form ved granulering, og som indeholder mindst to hovednæringsstoffer i en mængde, der kan deklareres. I fast form indeholder hvert granula alle næringsstofferne i deres deklarerede sammensætning.

l) »Mekanisk blandet gødning«: gødning fremstillet ved tørblanding af flere gødninger uden nogen kemisk reaktion.

m) »Bladgødning«: gødning, der er bestemt til brug på bladene og sådan sammensat, at afgrøden kan optage næringsstofferne gennem bladene.

n) »Flydende gødning«: gødning i suspenderet eller opløst form.

o) »Opløst gødning«: flydende gødning, der ikke indeholder faste partikler.

p) »Gødningssuspension«: tofasegødning, hvori faste partikler holdes suspenderet i en væske.

q) »Deklaration«: angivelse af mængden af næringsstoffer, herunder deres form og opløselighed, garanteret inden for bestemte tolerancer.

r) »Deklareret indhold«: indhold af et stof (eller dettes oxid), som i henhold til fællesskabslovgivningen angives på en etiket eller et dokument, der hører til en EF-gødning.

s) »Tolerance«: de tilladelige afvigelser mellem den for et næringsstof målte værdi og den deklarerede værdi.

t) »Europæisk standard«: CEN (Den Europæiske Standardiseringsorganisation) — standard, som Fællesskabet har anerkendt officielt, og hvortil der er offentliggjort en henvisning i *Den Europæiske Unions Tidende*.

u) »Emballage«: en forseglbar beholder, der bruges til at opbevare, beskytte, håndtere og distribuere gødninger, og som højst indeholder 1 000 kg.

v) »Løs gødning«: gødning, der ikke er emballeret som foreskrevet i denne forordning.

w) »Markedsføring«: udbud af gødning, mod betaling eller gratis, eller oplagring med henblik på udbud. Indførsel af en gødning til Fællesskabets toldområde anses for markedsføring.

x) »Fabrikant«: den fysiske eller juridiske person, der er ansvarlig for markedsføringen af gødningen, navnlig en producent, importør, emballeringsvirksomhed, der arbejder for egen regning, eller enhver, der ændrer en gødnings karakteristika, anses for at være fabrikant. En grossist, der ikke ændrer gødningens karakteristika, anses dog ikke for at være fabrikant.

KAPITEL II

Markedsføring

Artikel 3

EF-gødning

En gødning, der tilhører en af typerne i bilag I, og som opfylder bestemmelserne i denne forordning, må betegnes »EF-gødning«.

Betegnelsen »EF-gødning« må ikke anvendes på gødninger, der ikke opfylder bestemmelserne i denne forordning.

▼B

Artikel 4

Etablering i Fællesskabet

Fabrikanten skal være etableret i Fællesskabet og skal være ansvarlig for, at »EF-gødningen« opfylder bestemmelserne i denne forordning.

Artikel 5

Fri bevægelighed

1. Med forbehold af artikel 15 eller anden fællesskabslovgivning kan medlemsstaterne ikke af grunde, der vedrører sammensætning, identifikation, mærkning og emballage samt øvrige bestemmelser i denne forordning, forbyde, begrænse eller hindre markedsføring af gødninger, der er mærket »EF-gødning«, og som opfylder bestemmelserne i denne forordning.

2. Der er fri bevægelighed inden for Fællesskabet for gødninger, der er mærket »EF-gødninger« i henhold til denne forordning.

Artikel 6

Obligatoriske angivelser

1. Til opfyldelse af de i artikel 9 anførte krav kan medlemsstaterne foreskrive, at indholdet af kvælstof, fosfor og kalium i gødninger, der markedsføres på deres marked, skal anføres på følgende måde:

a) kvælstof udelukkende i form af grundstof (N), og

b) enten fosfor og kalium udelukkende i form af grundstoffer (P, K), eller

c) phosphor og kalium udelukkende i form af oxider (P_2O_5, K_2O), eller

d) phosphor og kalium i form af både grundstoffer og oxider på samme tid.

Såfremt medlemsstaterne benytter sig af muligheden for at foreskrive, at angivelsen af indholdet af phosphor og kalium skal ske i form af grundstoffer, skal alle angivelser i bilagene vedrørende oxider også læses som værende i form af grundstoffer, og numeriske værdier omregnes efter følgende faktorer:

a) phosphor (P) = phosphorpentaoxid (P_2O_5) × 0,436

b) kalium (K) = kaliumoxid (K_2O) × 0,830.

2. Medlemsstaterne kan kræve, at indholdet af calcium, magnesium, natrium og svovl i gødninger med sekundærnæringsstoffer, og, hvis betingelserne i artikel 17 er opfyldt, i gødninger med hovednæringsstoffer, der markedsføres på deres markeder, skal anføres:

a) enten i form af oxider (CaO, MgO, Na_2O, SO_3), eller

b) i form af grundstoffer (Ca, Mg, Na, S), eller

c) begge dele samtidig.

Til omregning af indhold af calciumoxid, magnesiumoxid, natriumoxid og svovltrioxid til indhold af calcium, magnesium, natrium og svovl anvendes følgende faktorer:

a) calcium (Ca) = calciumoxid (CaO) × 0,715

b) magnesium (Mg) = magnesiumoxid (MgO) × 0,603

c) natrium (Na) = natriumoxid (Na_2O) × 0,742

d) svovl (S) = svovltrioxid (SO_3) × 0,400.

For det beregnede indhold af oxid eller grundstof skal den værdi, der anvendes ved deklareringen, være den, der fremkommer ved afrunding til nærmeste decimal.

▼B

3. Medlemsstaterne kan ikke forhindre markedsføring af en »EF-gødning«, der er mærket på begge de måder, der er omhandlet i stk. 1 og 2.

4. For de EF-gødninger, der er anført under punkt A, B, C og D i bilag I, skal indholdet af et eller flere af mikronæringsstofferne bor, kobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink deklareres, når følgende betingelser er opfyldt:

a) disse mikronæringsstoffer er tilsat i mængder, der mindst er lig med det mindsteindhold, som er anført i punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I

b) EF-gødningen opfylder stadig kravene under punkt A, B, C og D i bilag I.

5. Når mikronæringsstofferne normalt forekommer i de råvarer, der tilfører hovednæringsstofferne (N, P, K) og sekundærnæringsstofferne (Ca, Mg, Na, S), er deklareringen frivillig, forudsat at disse mikronæringsstoffer er til stede i mængder, der mindst er lig med det mindsteindhold, som er anført i punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I.

6. Deklareringen af indholdet af et mikronæringsstof finder sted på følgende måde:

a) for gødninger tilhørende de gødningstyper, der er anført i punkt E.1 i bilag I, i overensstemmelse med de krav, der er anført i dette punkts 6. spalte

b) for de mekanisk blandede gødninger, der er nævnt under litra a), og som mindst indeholder to forskellige mikronæringsstoffer samt opfylder kravene i punkt E.2.1 i bilag I, og for gødninger tilhørende de gødningstyper, der er anført i punkt A, B, C og D i bilag I, ved at angive:

   i) totalindholdet udtrykt i masseprocent af gødningen

   ii) det vandopløselige indhold udtrykt i masseprocent af gødningen, når dette opløselige indhold udgør mindst halvdelen af totalindholdet.

Når et mikronæringsstof er fuldstændig opløseligt i vand, deklareres kun det vandopløselige indhold.

Når et mikronæringsstof er kemisk bundet til et organisk molekyle, deklareres det i gødningen forekommende indhold af mikronæringsstof umiddelbart efter det vandopløselige indhold som en masseprocent af gødningen efterfulgt af et af udtrykkene »chelateret med« eller »kompleksbundet med« og det organiske molekyles navn som anført i punkt E.3 i bilag I. I stedet for det organiske molekyles navn kan dets forkortelse benyttes.

Artikel 7

Identifikationsangivelser

1. Fabrikanter forsyner EF-gødninger med de identifikationsmærkninger, der er anført i artikel 9.

2. Hvis gødningen er emballeret, skal identifikationsmærkningen findes på emballagen eller etiketten. Når det drejer sig om uemballeret gødning, skal disse angivelser findes i ledsagedokumenterne.

Artikel 8

Sporbarhed

Med forbehold af artikel 26, stk. 3, skal fabrikanten føre registre over gødningers oprindelse for at sikre sporbarheden af EF-gødninger. Disse registre skal være til rådighed for inspektion fra medlemsstaternes side, så længe gødningen markedsføres og i en yderligere periode på 2 år derefter.

▼B

Artikel 9

Angivelser

1. Med forbehold af andre fællesskabsbestemmelser skal de i artikel 7 omhandlede emballager, etiketter og ledsagedokumenter bære følgende angivelser:

a) Obligatorisk identifikationsangivelse

— Udtrykket »EF-GØDNING« med versaler

— Angivelse af gødningstypen, hvis den findes, i overensstemmelse med bilag I

— For mekanisk blandet gødning skal der efter typebetegnelsen tilføjes »mekanisk blanding«

— De supplerende angivelser, som er omhandlet i artikel 19, 21 eller 23

— Næringsstofferne skal angives både ved benævnelse og ved kemiske symboler, f.eks. kvælstof (N), phosphor (P), phosphorpentaoxid (P_2O_5), kalium (K), kaliumoxid (K_2O), calcium (Ca), calciumoxid (CaO), magnesium (Mg), magnesiumoxid (MgO), natrium (Na), natriumoxid (Na_2O), svovl (S), svovltrioxid (SO_3), bor (B), kobber (Cu), kobolt (Co), jern (Fe), mangan (Mn), molybdæn (Mo) og zink (Zn)

— Når gødningen indeholder mikronæringsstoffer, der helt eller delvis er kemisk bundet til et organisk molekyle, efterfølges navnet på mikronæringsstoffet af en af følgende oplysninger:

i) »chelateret med …« (navnet på chelatdanneren eller dens forkortelse som anført i punkt E.3.1 i bilag I)

ii) »kompleksbundet med …« (navnet på kompleksdanneren som anført i punkt E.3.2 i bilag I)

— Mikronæringsstoffer i gødningen angives i alfabetisk rækkefølge efter deres kemiske symbol: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo og Zn

— Særlige angivelser vedrørende anvendelse for de produkter, der er anført i punkt E.1 og E.2 i bilag I

— Mængdeangivelse af flydende gødning udtrykt i masse. Mængdeangivelse af flydende gødning udtrykt i volumen eller i masse pr. volumenenhed (kg pr. hektoliter eller g pr. liter) er frivillig

— Netto- eller bruttomasse og frivilligt volumen for flydende gødninger. Hvis der angives bruttomasse, skal taramasse angives ved siden af

— Fabrikantens navn eller firmanavn og adresse.

b) Frivillig identifikationsangivelse

— Som anført i bilag I

— Angivelser vedrørende oplagring og behandling, og for gødninger, der ikke er anført i punkt E.1 og E.2 i bilag I, særlige angivelser for anvendelse af gødningen

— Angivelse af de doser og anvendelsesbetingelser, der egner sig for de jordbunds- og dyrkningsforhold, under hvilke gødningen anvendes

— Fabrikantens mærke og produktets handelsbetegnelse.

De i litra b) omhandlede identifikationsangivelser må ikke være i strid med de i litra a) nævnte og skal være klart adskilt fra disse.

2. Alle de i stk. 1 nævnte angivelser skal være klart adskilt fra de øvrige oplysninger på emballagen, etiketterne og ledsagedokumenterne.

3. Flydende gødninger må kun markedsføres, hvis de af fabrikanten er forsynet med supplerende angivelser navnlig vedrørende lagringstemperatur og forebyggelse af uheld under oplagring.

▼B

4. De nærmere bestemmelser vedrørende anvendelsen af denne artikel vedtages i henhold til den i artikel 32, stk. 2, omhandlede procedure.

Artikel 10

Mærkning

1. Etiketterne eller de trykte angivelser på emballagen, som indeholder de i artikel 9 nævnte angivelser, skal anbringes på et iøjnefaldende sted. Påklæbede etiketter skal være fastgjort på emballagen eller dennes lukkeanordning. Hvis systemet består af en forsegling, skal denne være forsynet med emballeringsvirksomhedens navn eller varemærke.

2. De i stk. 1 nævnte angivelser må ikke kunne slettes og skal være let læselige.

3. Når der er tale om uemballeret gødning, som omhandlet i artikel 7, stk. 2, andet punktum, skal et eksemplar af de dokumenter, som indeholder identifikationsbetegnelserne, ledsage varen og være tilgængeligt for kontrolorganerne.

Artikel 11

Sprog

Etiketten, angivelsen på emballagen og ledsagedokumenterne affattes på mindst det eller de nationale sprog i den medlemsstat, hvor EF-gødningen markedsføres.

Artikel 12

Emballage

For så vidt angår emballerede EF-gødninger skal emballagen være lukket på en sådan måde eller ved hjælp af en sådan anordning, at lukket, lukkets segl eller selve emballagen beskadiges uopretteligt ved åbning af denne. Det er tilladt at anvende ventilsække.

Artikel 13

Tolerancer

1. EF-gødningers indhold af næringsstoffer skal ligge inden for tolerancerne i bilag II. Disse tolerancer skal tage højde for variationer ved produktion, prøveudtagning og analyse.

2. Fabrikanten må ikke systematisk udnytte de tolerancer, der er fastsat i bilag II.

3. Tolerancer tillades ikke for så vidt angår de i bilag I anførte mindste- og størsteindhold.

Artikel 14

Krav til gødninger

En gødningstype kan kun optages i bilag I, hvis:

a) den tilfører næringsstoffer på effektiv måde

b) der i forbindelse med den findes passende prøveudtagnings-, analyse- og testmetoder

c) den ved normal brug hverken har skadelige virkninger for menneskers, dyrs eller planters sundhed eller for miljøet.

Artikel 15

Beskyttelsesklausul

1. Såfremt en medlemsstat har en begrundet formodning om, at en bestemt EF-gødning, selv om den opfylder kravene i denne forordning, udgør en sikkerheds- eller sundhedsfare for mennesker, dyr eller planter

▼B

eller en risiko for miljøet, kan den midlertidigt forbyde markedsføringen deraf på sit område eller kræve særlige betingelser opfyldt herfor. Den underretter omgående de øvrige medlemsstater og Kommissionen herom og begrunder sin afgørelse.

2. Kommissionen træffer afgørelse i sagen inden 90 dage efter modtagelsen af underretningen efter den i artikel 32, stk. 2, omhandlede procedure.

3. Bestemmelserne i denne forordning forhindrer ikke, at der af Kommissionen eller en medlemsstat træffes foranstaltninger, der er berettigede af hensyn til den offentlige sikkerhed, med henblik på at forbyde, begrænse eller hindre markedsføring af EF-gødning.

AFSNIT II

BESTEMMELSER FOR BESTEMTE GØDNINGSTYPER

KAPITEL I

Uorganiske gødninger, der indeholder hovednæringsstoffer

Artikel 16

Anvendelsesområde

Dette kapitel finder anvendelse på uorganiske gødninger, der indeholder hovednæringsstoffer — faste såvel som flydende, enkeltgødninger såvel som sammensatte gødninger, herunder gødninger, der indeholder sekundærnæringsstoffer eller mikronæringsstoffer - med det mindsteindhold af næringsstoffer, der er fastsat i punkt A, B, C, E.2.2 eller E.2.3 i bilag I.

Artikel 17

Deklaration af sekundærnæringsstoffer i gødninger, der indeholder hovednæringsstoffer

Calcium-, magnesium-, natrium- og svovlindholdet kan deklareres som sekundærnæringsstoffer i de EF-gødningstyper, der er anført i punkt A, B og C i bilag I, hvis disse grundstoffer mindst er til stede i følgende minimumsmængder:

a) 2 % calciumoxid (CaO), svarende til 1,4 % Ca

b) 2 % magnesiumoxid (MgO), svarende til 1,2 % Mg

c) 3 % natriumoxid (Na_2O), svarende til 2,2 % Na

d) 5 % svovltrioxid (SO_3), svarende til 2 % S.

Typebetegnelsen suppleres i så fald med de angivelser, der er anført i artikel 19, stk. 2, nr. ii).

Artikel 18

Calcium, magnesium, natrium og svovl

1. Indholdet af magnesium, natrium og svovl i de i punkt A, B og C i bilag I omhandlede gødninger deklareres på en af følgende måder:

a) totalindholdet udtrykt i masseprocent af gødningen

b) totalindholdet og det vandopløselige indhold udtrykt i masseprocent af gødningen, når det vandopløselige indhold udgør mindst en fjerdedel af totalindholdet

c) når et grundstof er fuldstændigt vandopløseligt, deklareres kun det vandopløselige indhold i masseprocent.

2. Indholdet af calcium deklareres kun, hvis det er vandopløseligt, og udtrykkes i masseprocent af gødningen, jf. dog bilag I.

▼B

Artikel 19

Identifikationsangivelser

1. Ud over de obligatoriske identifikationsangivelser, der er omhandlet i artikel 9, stk. 1, litra a), skal de angivelser, der er fastsat i stk. 2, 3, 4, 5 og 6 i denne artikel, anføres.

2. I sammensatte gødninger tilføjes følgende efter typebetegnelsen:

i) De kemiske symboler for de deklarerede sekundærnæringsstoffer anført i parentes efter de kemiske symboler for hovednæringsstofferne.

ii) De tal, der angiver indholdet af hovednæringsstoffer. Indholdet af deklarerede sekundærnæringsstoffer anføres i parentes efter angivelsen af indholdet af hovednæringsstoffer.

3. Kun de tal, der angiver indholdet af hovednæringsstoffer og sekundærnæringsstoffer, anføres efter typebetegnelsen.

4. Hvis der deklareres mikronæringsstoffer, angives ordene »med mikronæringsstoffer« eller ordet »med« efterfulgt af navnet eller navnene på de forekommende mikronæringsstoffer og deres kemiske symbol.

5. Det deklarerede indhold af hovednæringsstoffer og sekundærnæringsstoffer angives i masseprocent i hele tal eller om nødvendigt, hvis der findes en egnet analysemetode, med én decimal.

Hvis gødningen indeholder mere end ét deklareret næringsstof, anvendes følgende rækkefølge for indholdet af hovednæringsstoffer: N, P_2O_5 og/eller P samt K_2O og/eller K, og for indholdet af sekundærnæringsstoffer: CaO og/eller Ca, MgO og/eller Mg, Na_2O og/eller Na samt SO_3 og/eller S.

I forbindelse med det deklarerede indhold af mikronæringsstoffer anføres hvert enkelt stof og dets symbol, og indholdet angives i masseprocent, jf. punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I, sammen med deres opløselighed.

6. Næringsstoffernes former og opløseligheder angives ligeledes i masseprocent, medmindre bilag I udtrykkeligt foreskriver, at det skal ske på anden måde.

Tal anføres altid med én decimal, dog følges for mikronæringsstoffer forskrifterne i punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I.

KAPITEL II

Uorganiske gødninger, der indeholder sekundærnæringsstoffer

Artikel 20

Anvendelsesområde

Dette kapitel finder anvendelse på uorganiske gødninger, der indeholder sekundærnæringsstoffer — faste såvel som flydende, herunder gødninger, der indeholder mikronæringsstoffer - med det mindsteindhold af næringsstoffer, der er fastsat i punkt D, E.2.2 og E.2.3 i bilag I.

Artikel 21

Identifikationsangivelser

1. Ud over de obligatoriske identifikationsangivelser, der er omhandlet i artikel 9, stk. 1, litra a), skal de angivelser, der er fastsat i stk. 2, 3, 4 og 5 i denne artikel, anføres.

2. Når der deklareres mikronæringsstoffer, anføres ordene »med mikronæringsstoffer« eller ordet »med« efterfulgt af navnet eller navnene på de forekommende mikronæringsstoffer og deres kemiske symbol.

▼B

3. Det deklarerede indhold af sekundærnæringsstoffer angives i masseprocent i hele tal eller om nødvendigt, hvis der findes en egnet analysemetode, med én decimal.

Hvis gødningen indeholder mere end et sekundærnæringsstof, anvendes følgende rækkefølge:

CaO og/eller Ca, MgO og/eller Mg, Na_2O og/eller Na, SO_3 og/eller S.

I forbindelse med det deklarerede indhold af mikronæringsstoffer anføres hvert enkelt stof og dets symbol, og indholdet angives i masseprocent, jf. punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I, sammen med deres opløselighed.

4. Næringsstoffernes former og opløseligheder angives ligeledes i masseprocent, medmindre bilag I udtrykkeligt foreskriver, at det skal ske på anden måde.

Tal anføres altid med én decimal, dog følges for mikronæringsstoffer forskrifterne i punkt E.2.2 og E.2.3 i bilag I.

5. Indholdet af calcium deklareres kun, hvis det er vandopløseligt, og udtrykkes i masseprocent af gødningen, jf. dog bilag I.

KAPITEL III

Uorganiske gødninger, der indeholder mikronæringsstoffer

Artikel 22

Anvendelsesområde

Dette kapitel finder anvendelse på uorganiske gødninger, der indeholder mikronæringsstoffer, faste såvel som flydende, med det mindsteindhold af næringsstoffer, der er fastsat i punkt E.1 og E.2.1 i bilag I.

Artikel 23

Identifikationsangivelser

1. Ud over de obligatoriske identifikationsangivelser, der er omhandlet i artikel 9, stk. 1, litra a), skal de angivelser, der er fastsat i stk. 2-5 i denne artikel, anføres.

2. For gødninger, der indeholder mere end ét mikronæringsstof, anføres typebetegnelsen »Blanding af mikronæringsstoffer« efterfulgt af de forekommende mikronæringsstoffers navn og kemiske symbol.

3. Det deklarerede indhold af mikronæringsstoffer angives i masseprocent i hele tal eller om nødvendigt med én decimal for gødninger, der kun indeholder et enkelt mikronæringsstof, jf. punkt E.1 i bilag I.

4. Mikronæringsstoffernes former og opløseligheder angives i masseprocent, medmindre bilag I udtrykkeligt foreskriver, at det skal ske på anden måde.

Antallet af decimaler i tal for mikronæringsstofferne angives som foreskrevet i punkt E.2.1 i bilag I.

5. Etiketten og ledsagedokumenterne skal, for så vidt angår de i punkt E.1 og E.2.1 i bilag I anførte produkter, under de obligatoriske eller frivillige deklarationer være forsynet med følgende angivelse:

»Må kun anvendes i tilfælde af konstateret behov. De anbefalede doser må ikke overskrides.«

Artikel 24

Emballage

EF-gødninger, som er omfattet af bestemmelserne i dette kapitel, skal være emballeret.

▼B

KAPITEL IV

Ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold

Artikel 25

Anvendelsesområde

I dette kapitel forstås ved ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold, ren eller sammensat, ammoniumnitratbaserede produkter, der er fremstillet til brug som gødninger og indeholder mere end 28 masseprocent kvælstof hidrørende fra ammoniumnitrat.

Denne type gødning kan indeholde uorganiske eller inaktive stoffer.

Stoffer, der indgår i fremstillingen af denne type gødning, må hverken forøge varmefølsomheden eller detonationsevnen.

Artikel 26

Sikkerhedsforanstaltninger og -kontrol

1. Fabrikanten skal sikre, at rene ammoniumnitratgødninger med højt kvælstofindhold opfylder bestemmelserne i punkt 1 i bilag III.

2. Den kontrol, analyse og testning i forbindelse med offentlig prøvning af rene ammoniumnitratgødninger med højt kvælstofindhold, der er foreskrevet i dette kapitel, skal foregå i overensstemmelse med de metoder, der er beskrevet i punkt 3 i bilag III.

3. For at sikre, at markedsført EF-ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold kan spores, fører fabrikanten registre med navn og adresse på de anlæg og disses driftsledere, hvor gødningerne og deres hovedkomponenter er fremstillet. Disse registre skal være åbne for inspektion fra medlemsstaternes side, så længe gødningen markedsføres, og i en yderligere periode på 2 år efter fabrikanten har indstillet markedsføringen.

Artikel 27

Detonérbarhedsprøven

Uden at dette berører de i artikel 26 omhandlede foranstaltninger, sikrer fabrikanten, at hver enkelt type markedsført EF-ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold har været underkastet detonérbarhedsprøven, der er beskrevet i sektion 2, 3 (metode 1, punkt 3) og 4 i bilag III til denne forordning. Prøven udføres i et af de laboratorier, der er godkendt i henhold til artikel 30, stk. 1, eller artikel 33, stk. 1. Fabrikanterne indsender prøveresultaterne til den kompetente myndighed i den berørte medlemsstat senest 5 dage inden gødningen markedsføres, eller ved indførsel senest 5 dage inden gødningen ankommer til Det Europæiske Fællesskabs grænse. Fabrikanten garanterer derefter fortsat, at alle leverancer af gødningen, der markedsføres, opfylder kravene i ovennævnte prøve.

Artikel 28

Emballage

Ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold må kun tilbydes den endelige bruger i emballeret stand.

AFSNIT III

KONTROL MED GØDNINGERS OVERENSSTEMMELSE MED DENNE FORORDNING

Artikel 29

Kontrolforanstaltninger

1. Medlemsstaterne kan lade gødninger med betegnelsen »EF-gødning« underkaste officielle kontrolforanstaltninger for at sikre sig, at de er i overensstemmelse med denne forordning.

▼B

Medlemsstaterne kan kun opkræve gebyrer, der ikke overstiger udgiften til de prøver, der kræves til sådanne kontrolforanstaltninger, men dette forpligter ikke fabrikanterne til at gentage prøver eller betale for gentagne prøver, når den første prøve er udført af et laboratorium, der opfylder betingelserne i artikel 30, og når prøven viser, at den pågældende gødning er i overensstemmelse med bestemmelserne.

2. Medlemsstaterne sikrer, at prøveudtagning og analyse i forbindelse med den officielle kontrol af EF-gødninger, der hører til de gødningstyper, der er anført i bilag I, foretages efter de metoder, der er beskrevet i bilag III og IV.

3. Overholdelse af bestemmelserne i denne forordning med hensyn til overensstemmelse med gødningstype samt overholdelse af det deklarerede næringsstofindhold og/eller det deklarerede indhold udtrykt som næringsstoffernes former og opløselighed kan ved den officielle kontrol kun fastslås ved anvendelse af prøveudtagningsmetoder og analysemetoder, der er fastsat i overensstemmelse med bestemmelserne i bilag III og IV, og som tager hensyn til de tolerancer, der er angivet i bilag II.

4. Tilpasning og modernisering af målemetoder, prøveudtagningsmetoder og analysemetoder foretages efter forskriftsproceduren i artikel 32, stk. 2, og så vidt muligt under anvendelse af Europæiske Standarder. Samme procedure anvendes ved vedtagelse af de gennemførelsesbestemmelser, der er nødvendige for at specificere kontrolforanstaltninger efter denne artikel og artikel 8, 26 og 27 i denne forordning. Sådanne bestemmelser skal navnlig vedrøre hyppigheden for gentagelse af prøverne samt foranstaltninger, der skal sikre, at den gødning, der markedsføres, er identisk med den afprøvede gødning.

Artikel 30

Laboratorier

1. Medlemsstaterne underretter Kommissionen om listen over, hvilke godkendte laboratorier på deres område der har kompetence til at udføre kontrollen med, at EF-gødninger opfylder kravene i denne forordning. Sådanne laboratorier skal opfylde de i bilag V, punkt B, nævnte standarder. Sådan underretning skal ske senest den 11. juni 2004 og ved hver efterfølgende ændring.

2. Kommissionen offentliggør en liste over godkendte laboratorier i *Den Europæiske Unions Tidende*.

3. Hvis en medlemsstat har en begrundet formodning om, at et godkendt laboratorium ikke opfylder de standarder, der er omhandlet i stk. 1 i denne artikel, forlægger den sagen for det i artikel 32 nævnte udvalg. Hvis udvalget er enigt i, at laboratoriet ikke opfylder standarderne, sletter Kommissionen navnet fra den i stk. 2 omhandlede liste.

4. Kommissionen træffer afgørelse i sagen inden 90 dage fra modtagelsen af underretningen efter den i artikel 32, stk. 2, omhandlede forskriftsprocedure.

5. Kommissionen offentliggør den således ændrede liste i *Den Europæiske Unions Tidende*.

AFSNIT IV

AFSLUTTENDE BESTEMMELSER

KAPITEL I

Tilpasning af bilagene

Artikel 31

Nye EF-gødninger

1. Optagelsen af en ny type gødning i bilag I vedtages efter den i artikel 32, stk. 2, omhandlede forskriftsprocedure.

▼B

2. En fabrikant eller dennes repræsentant, der ønsker at få en ny type gødning optaget i bilag I og derfor skal udarbejde et teknisk dossier, skal gøre dette under hensyntagen til de i bilag V, punkt A, nævnte tekniske dokumenter.

3. De ændringer, der er nødvendige for tilpasning af bilagene til den tekniske udvikling, vedtages efter den i artikel 32, stk. 2, omhandlede forskriftsprocedure.

Artikel 32

Udvalgsprocedure

1. Kommissionen bistås af et udvalg.

2. Når der henvises til dette stykke, anvendes artikel 5 og 7 i afgørelse 1999/468/EF, jf. dennes artikel 8.

Perioden i artikel 5, stk. 6, i afgørelse 1999/468/EF fastsættes til tre måneder.

3. Udvalget vedtager selv sin forretningsorden.

KAPITEL II

Overgangsbestemmelser

Artikel 33

Kompetente laboratorier

1. Medlemsstaterne kan, uden at dette berører bestemmelserne i artikel 30, stk. 1, i en overgangsperiode indtil den 11. december 2007 fortsat anvende deres nationale bestemmelser for godkendelse af de laboratorier, der har kompetence til at udføre kontrollen med, at EF-gødninger opfylder kravene i denne forordning.

2. Medlemsstaterne meddeler Kommissionen listen over, hvilke laboratorier der er godkendt, og giver nærmere oplysninger om deres godkendelsesordning. Sådan underretning skal ske senest den 11. juni 2004 og ved hver efterfølgende ændring.

Artikel 34

Emballering og etikettering

Uanset artikel 35, stk. 1, kan mærkninger, emballager, etiketter og ledsagedokumenter for EF-gødninger, der er omhandlet i tidligere direktiver, fortsat anvendes indtil den 11. juni 2005.

KAPITEL III

Afsluttende bestemmelser

Artikel 35

Ophævede direktiver

1. Direktiv 76/116/EØF, 77/535/EØF, 80/876/EØF og 87/94/EØF ophæves.

2. Henvisninger til de ophævede direktiver betragtes som henvisninger til denne forordning. Navnlig skal undtagelser fra artikel 7 i direktiv 76/116/EØF, som blev indrømmet af Kommissionen i henhold til traktatens artikel 95, stk. 6, betragtes som undtagelser fra artikel 5 i nærværende forordning og skal fortsat have virkning uanset denne forordnings ikrafttræden. Indtil vedtagelsen af sanktionerne i artikel 37 kan medlemsstaterne fortsat anvende sanktioner for overtrædelse af nationale bestemmelser til gennemførelse af de i stk. 1 nævnte direktiver.

▼B

Artikel 36

Sanktioner

Medlemsstaterne fastsætter, hvilke sanktioner der skal anvendes ved overtrædelse af denne forordning og træffer de nødvendige foranstaltninger for at sikre, at de iværksættes. Sanktionerne skal være effektive, stå i rimeligt forhold til overtrædelsen og have afskrækkende virkning.

Artikel 37

Nationale bestemmelser

Medlemsstaterne meddeler senest den 11. juni 2005 Kommissionen eventuelle nationale bestemmelser, de vedtager i henhold til denne forordnings artikel 6, stk. 1 og 2, artikel 29, stk. 1, og artikel 36, og underretter straks Kommissionen om enhver senere ændring af disse bestemmelser.

Artikel 38

Ikrafttrædelse

Denne forordning træder i kraft tyve dage efter dens offentliggørelse i *Den Europæiske Unions Tidende* med undtagelse af artikel 8 og artikel 26, stk. 3, som træder i kraft den 11. juni 2005.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

▼B

INDHOLD

BILAG I — **Liste over EF-gødningstyper**

A. Uorganiske enkeltgødninger indeholdende hovednæringsstoffer

A.1. Kvælstofgødninger

A.2. Phosphorgødninger

A.3. Kaliumgødninger

B. Uorganiske sammensatte gødninger indeholdende hovednæringsstoffer

B.1. NPK-gødninger

B.2. NP-gødninger

B.3. NK-gødninger

B.4. PK-gødninger

C. Uorganiske flydende gødninger

C.1. Flydende enkeltgødninger

C.2. Flydende sammensatte gødninger

D. Uorganiske sekundærgødninger

E. Uorganiske mikronæringsstofgødninger

E.1. Gødninger indeholdende ét mikronæringsstof

E.1.1. Bor

E.1.2. Cobolt

E.1.3. Kobber

E.1.4. Jern

E.1.5. Mangan

E.1.6. Molybdæn

E.1.7. Zink

E.2. Mindsteindhold af mikronæringsstoffer i vægtprocent af gødningen

E.3. Liste over tilladte organiske chelatdannere og kompleksdannere til mikronæringsstoffer

BILAG II — **Tolerancer**

1. Uorganiske enkeltgødninger indeholdende hovednæringsstoffer — absolut værdi i masseprocent udtrykt som N,P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Uorganiske sammensatte gødninger indeholdende hovednæringsstoffer

3. Sekundære næringsstoffer i gødninger

4. Mikronæringsstoffer i gødninger

BILAG III — **Tekniske forskrifter for ammoniumnitratgødning med højt nitrogenindhold**

1. Karakteristika og grænser for ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold

2. Beskrivelse af detonerbarhedsprøven for ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold

3. Metoder til kontrol af, at grænseværdierne i bilag III-1 og III-2 overholdes

4. Bestemmelse af detonerbarhed

BILAG IV — **Metoder til stikprøveudtagning og analyse**

A. Metode til udtagning af prøver ved kontrol af gødning

1. Formål og anvendelsesområde

▼B

2. Autoriserede prøveudtagere
3. Definitioner
4. Apparatur
5. Kvantitative krav
6. Fremgangsmåde ved udtagning, klargøring og emballering af prøverne
7. Emballering af slutprøver
8. Registrering af prøveudtagningen
9. Prøvernes bestemmelsessted

B. Analysemetoder for gødninger…

Almindelige bemærkninger

Generelle bestemmelser vedrørende analysemetoder for gødninger

Metode 1. — Prøveforberedelse

Metode 2. — Kvælstof

Metode 2.1. — Bestemmelse af ammoniumkvælstof

Metode 2.2. — Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof

Metode 2.2.1. — Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter Ulsch

Metode 2.2.2. — Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter Arnd

Metode 2.2.3. — Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter Devarda

Metode 2.3. — Bestemmelse af det totale kvælstofindhold

Metode 2.3.1. — Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratfri calciumcyanamid

Metode 2.3.2. — Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratholdig calciumcyanamid

Metode 2.3.3. — Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i urea

Metode 2.4. — Bestemmelse af cyanamidkvælstof

Metode 2.5. — Bestemmelse af biuret i urea ved spektrometri

Metode 2.6. — Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i samme prøvemateriale

Metode 2.6.1. — Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i samme prøvemateriale i gødninger, der indeholder kvælstof i form af nitrat-, ammonium-, urea- og cyanamidkvælstof

Metode 2.6.2. — Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i gødninger, der kun indeholder kvælstof i form af nitrat-, ammonium- og urea-kvælstof

Metode 3. — Phosphor

Metode 3.1. — Ekstraktion

Metode 3.1.1. — Ekstraktion af phosphor opløseligt i mineralske syrer

Metode 3.1.2. — Ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % myresyre (20 g/liter)

Metode 3.1.3. — Ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % citronsyre (20 g/liter)

Metode 3.1.4. — Ekstraktion af phosphor opløseligt i neutralt ammoniumcitrat

Metode 3.1.5. — Ekstraktion med basisk ammoniumcitrat

Metode 3.1.5.1. — Ekstraktion af opløseligt phosphor efter Petermann ved 65 °C

Metode 3.1.5.2. — Ekstraktion af opløseligt phosphor efter Petermann ved stuetemperatur

▼B

Metode 3.1.5.3.	— Ekstraktion af opløseligt phosphor i joulies basiske ammoniumcitratopløsning
Metode 3.1.6.	— Ekstraktion af vandopløseligt phosphor…
Metode 3.2.	— Bestemmelse af ekstraheret phosphor (gravimetrisk metode med quinolinphosphormolybdat)
Metode 4.	— Kalium
Metode 4.1.	— Bestemmelse af vandopløseligt kalium
Metode 5.	—
Metode 6.	— Chlor
Metode 6.1.	— Bestemmelse af chlorider, når der ikke er organisk stof til stede
Metode 7.	— Finhedsgrad
Metode 7.1.	— Bestemmelse af finhedsgraden (ved tør sigtning)
Metode 7.2.	— Bestemmelse af finhedsgraden af bløde råphosphater
Metode 8.	— Sekundære næringsstoffer
Metode 8.1.	— Ekstraktion af total calcium, total magnesium, total natrium og total svovl i form af sulfat
Metode 8.2.	— Ekstraktion af totalt svovl til stede i forskellige former
Metode 8.3.	— Ekstraktion af vandopløseligt natrium, calcium, magnesium og svovl (i form af sulfat)
Metode 8.4.	— Ekstraktion af vandopløseligt svovl, når svovlet er til stede i forskellige forbindelser
Metode 8.5.	— Ekstraktion og bestemmelse af elementært svovl
Metode 8.6.	— Manganometrisk bestemmelse af ekstraheret calcium efter udfældning som oxalat
Metode 8.7.	— Bestemmelse af magnesium ved atomabsorptionsspektrometri
Metode 8.8.	— Bestemmelse af magnesium ved kompleksometri
Metode 8.9.	— Bestemmelse af sulfater
Metode 8.10.	— Bestemmelse af natriumekstrakt
Metode 9.	— Mikronæringsstoffer i en koncentration på 10 % eller mindre
Metode 9.1.	— Ekstraktion af totalindholdet af mikronæringsstoffer
Metode 9.2.	— Ekstraktion af vandopløselige mikronæringsstoffer
Metode 9.3.	— Fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter…
Metode 9.4.	— Bestemmelse af mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri (generel fremgangsmåde)…
Metode 9.5.	— Bestemmelse af bor i gødningsekstrakter ved azomethin-h-spektrometrimetoden
Metode 9.6.	— Bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri
Metode 9.7.	— Bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri
Metode 9.8.	— Bestemmelse af jern i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri
Metode 9.9.	— Bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri
Metode 9.10.	— Bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter ved spektrometri af et kompleks med ammoniumthiocyanat

▼B

Metode 9.11. — Bestemmelse af zink i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

Metode 10. — Mikronæringsstoffer — indhold større end 10 %

Metode 10.1. — Ekstraktion af totalindholdet af mikronæringsstoffer

Metode 10.2. — Ekstraktion af vandopløselige mikronæringsstoffer

Metode 10.3. — Fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter

Metode 10.4. — Bestemmelse af mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometer (generel fremgangsmåde)

Metode 10.5. — Bestemmelse af bor i gødningsekstrakter ved syretitrering

Metode 10.6. — Bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter ved gravimetrisk metode med 1-nitroso-2-naphthol

Metode 10.7. — Bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter ved titrimetrisk metode

Metode 10.8. — Bestemmelse af jern i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

Metode 10.9. — Bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter ved titrering…

Metode 10.10. — Bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter ved gravimetrisk metode med 8-hydroxyquinolin…

Metode 10.11. — Bestemmelse af zink i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

BILAG V

A. Liste over dokumenter, som en fabrikant eller dennes repræsentant skal konsultere for at udarbejde et teknisk dossier for en ny gødningstype, der ønskes optaget i bilag I til denne forordning

B. Normer for officiel akkreditering af de laboratorier, der er kompetente og godkendte til at levere de tjenester, der er nødvendige for at kontrollere EF-gødningers overensstemmelse med denne forordning og dens bilag

BILAG I

LISTE OVER EF-GØDNINGSTYPER

A. Uorganiske enkeltgødninger indeholdende hovednæringsstoffer

A.1. *Kvælstofgødninger*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1(a)	Calciumnitrat (kalksalpeter)	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddel indeholder calciumnitrat og evt. ammoniumnitrat	15 % N Kvælstof bestemt som totalkvælstofindhold eller som nitrat- og ammoniumkvælstof. Største indhold af ammoniumkvælstof: 1,5 % N		Total kvælstof *Yderligere valgfri oplysninger:* Nitratkvælstof Ammoniumkvælstof
1(b)	Calciummagnesiumnitrat	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder calciumnitrat og magnesiumnitrat	13 % N Kvælstof bestemt som nitratkvælstof. Mindsteindhold af magnesium i form af vandopløselige salte bestemt som magnesiumoxid: 5 % MgO		Nitratkvælstof Vandopløseligt magnesiumoxid
1(c)	Magnesiumnitrat	Kemisk fremstillet produkt med magnesiumnitrat hexahydrat som hovedbestanddel	10 % N Kvælstof bestemt som nitratkvælstof 14 % MgO Magnesium bestemt som vandopløseligt magnesiumoxid	Når gødningen markedsføres i form af krystaller, kan betegnelsen »i krystallinsk form« tilføjes	Nitratkvælstof Vandopløseligt magnesiumoxid
2(a)	Natriumnitrat	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddel indeholder natriumnitrat	15 % N Kvælstof bestemt som nitratkvælstof		Nitratkvælstof

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
2(b)	Chilesalpeter	Produkt fremstillet på grundlag af caliche, indeholder som hovedbestanddel natriumnitrat	15 % N Kvælstof bestemt som nitratkvælstof		Nitratkvælstof
3(a)	Calciumcyanamid	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder calciumcyanamid og calciumoxid samt eventuelt ringe mængder af ammoniumsalte og urea	18 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof. Mindst 75 % af det opgivne kvælstof skal være cyanamidkvælstof		Total kvælstof
3(b)	Nitratholdigt calciumcyanamid	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder calciumcyanamid og calciumoxid samt desuden evt. ringe mængder af ammoniumsalte og urea. Desuden er produktet tilsat nitrat	18 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof. Mindst 75 % af det tilstedeværende ikke-nitratkvælstof skal være cyanamidkvælstof Nitratkvælstof: — mindste indhold: 1 % N — største indhold: 3 % N		Total kvælstof Nitratkvælstof
4	Ammoniumsulfat eller svovlsur ammoniak	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddel indeholder ammoniumsulfat	20 % N Kvælstof bestemt som ammoniumkvælstof		Ammoniumkvælstof
5	Ammoniumnitrat eller kalkammonsalpeter	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddel indeholder ammoniumnitrat. Desuden tilsætningsstoffer som findelt kalksten, calciumsulfat, findelt dolomit, magnesiumsulfat og kieserit	20 % N Kvælstof bestemt som nitrat- og ammoniumkvælstof. Hver af de to kvælstofformer skal udgøre hver ca. halvdelen af totalkvælstoffet Se om nødvendigt denne forordnings III.1 og III.2	En gødning må kun betegnes som kalkammonsalpeter, hvis den ud over ammoniumnitrat kun indeholder calciumcarbonat (f.eks. kalksten) og/eller magnesiumcarbonat og calciumcarbonat (f.eks. dolomit). Mindsteindholdet af disse carbonater skal udgøre 20 % og deres renhed skal være mindst 90 %	Total kvælstof Nitratkvælstof Ammoniumkvælstof

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
6	Ammoniumsulfatsalpeter	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder, ammoniumnitrat og ammoniumsulfat	25 % N Kvælstof bestemt som ammonium- og nitratkvælstof. Mindste indhold af nitratkvælstof: 5 %		Total kvælstof Ammoniumkvælstof Nitratkvælstof
7	Magnesiumsulfatsalpeter	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder ammoniumnitrat, ammoniumsulfat og magnesiumsulfat	19 % N Kvælstof bestemt som ammonium- og nitratkvælstof. Mindste indhold af nitratkvælstof: 6 % N 5 % MgO Magnesium i form af vandopløselige salte og udtrykt som magnesiumoxid		Total kvælstof Ammoniumkvælstof Nitratkvælstof Vandopløseligt magnesiumoxid
8	Ammoniumsulfatsalpeter med magnesium	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddele indeholder ammoniumnitrat og magnesiumsaltforbindelser (dolomit magnesiumcarbonat og/eller magnesiumsulfat)	19 % N Kvælstof bestemt som ammonium- og nitratkvælstof. Mindste indhold af nitratkvælstof: 6 % N 5 % MgO Magnesium bestemt som total magnesiumoxid		Total kvælstof Ammoniumkvælstof Nitratkvælstof Total magnesiumoxid og evt. vandopløseligt magnesiumoxid
9	Urea	Kemisk fremstillet produkt, der som hovedbestanddel indeholder carbamid	44 % N Total ureakvælstof (inkl. biuret). Største indhold af biuret: 1,2 %		Total kvælstof bestemt som ureakvælstof
10	Crotonylidendieuea	Produkt fremstillet ved reaktion mellem urea og crotonaldehyd Monomer	28 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof Mindst 25 % crotonylidendiureakvælstof Højst 3 % ureakvælstof		Total kvælstof Ureakvælstof, hvis indholdet er mindst 1 vægtprocent Crotonylidendiureakvælstof

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
11	Isobutylidendiurea	Produkt fremstillet ved reaktion mellem urea og isobutylaldehyd Monomer	28 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof Mindst 25 % isolbutylidendiureakvælstof Højst 3 % ureakvælstof		Total kvælstof Ureakvælstof, hvis indholdet er mindst 1 vægtprocent Isobutylidendiureakvælstof
12	Ureaformaldehyd	Produkt fremstillet ved reaktion mellem urea og formaldehyd, overvejende bestående af molekyler af ureaformaldehyd Polymer	36 % total kvælstof Kvælstof bestemt som total kvælstof Mindst $^{3}/_{5}$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal være opløseligt i varmt vand Mindst 31 % N som ureaformaldehyd Højst 5 % ureakvælstof		Total kvælstof Ureakvælstof, hvis indholdet er mindst 1 vægtprocent Kvælstof af ureaformaldehyd opløseligt i koldt vand Kvælstof af ureaformaldehyd udelukkende opløseligt i varmt vand
13	Kvælstofgødning indeholdende crotonylidendiurea	Kemisk fremstillet produkt, der indeholder crotonylidendiurea og en kvælstofgødning (liste A-1, undtagen 3 a), 3 b) og 5)	18 % N bestemt som total kvælstofMindst 3 % af kvælstoffet i form af ammoniumkvælstof og/eller nitratkvælstof og/eller ureakvælstof Mindst $^{1}/_{3}$ af det deklarerede totalkvælstofindhold skal stamme fra crotonylidendiurea Største indhold af biuret: (ureakvælstof + crotonylidendiureakvælstof) × 0,026		Total kvælstof For så vidt som de findes i en mængde på mindst 1 %: Nitratkvælstof Ammoniumkvælstof Ureakvælstof Crotonylidendiureakvælstof
14	Kvælstofgødning indeholdende isobutylidendiurea	Kemisk fremstillet produkt, der indeholder isobutylidendiurea og en kvælstofgødning (liste A-1, undtagen 3 a), 3 b) og 5)	18 % N bestemt som total kvælstof Mindst 3 % af kvælstoffet i form af ammoniumkvælstof og/eller		Total kvælstof For så vidt som de findes i en mængde på mindst 1 %: Nitratkvælstof

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
			nitratkvælstof og/eller ureakvælstof Mindst $^{1}/_{3}$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra isobutylidendiurea Største indhold af biuret: (ureakvælstof + isobutylidendiurea-kvælstof) × 0,026		Ammoniumkvælstof Ureakvælstof Isobutylidendiureakvælstof
15	Kvælstofgødning indeholdende ureaformaldehyd	Kemisk fremstillet produkt, der indeholder ureaformaldehyd og en kvælstofgødning (liste A-1, undtagen 3 a), 3 b) og 5)	18 % N bestemt som total kvælstof Mindst 3 % af kvælstoffet i form af ammoniumkvælstof og/eller nitratkvælstof og/eller ureakvælstof Mindst $^{1}/_{3}$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra ureaformaldehyd Ureaformaldehydkvælstoffet skal indeholde mindst $^{3}/_{5}$ kvælstof opløseligt i varmt vand Største indhold af biuret: (ureakvælstof + ureaformaldehyd) × 0,026		Total kvælstof For så vidt som de findes i en mængde på mindst 1 %: — nitratkvælstof — ammoniumkvælstof — ureakvælstof Ureaformaldehydkvælstof Ureaformaldehydkvælstof opløseligt i koldt vand Ureaformaldehydkvælstof udelukkende opløseligt i varmt vand
16	Ammoniumsulfat med nitrifikationshæmmer (dicyandiamid)	Kemisk fremstillet produkt indeholdende ammoniumsulfat og dicyandiamid	20 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof Mindst 18 % ammoniumkvælstof Mindste indhold af dicyandiamidkvælstof: 1,5 %		Total kvælstof Ammoniumkvælstof Dicyandiamidkvælstof Teknisk information [a]

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
17	Ammoniumsulfatsalpeter med nitrifikationshæmmer (dicyandiamid)	Kemisk fremstillet produkt indeholdende ammoniumsulfat, ammoniumnitrat og dicyandiamid	24 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof Mindste indhold af nitratkvælstof: 3 % Mindste indhold af dicyandiamidkvælstof: 1,5 %		Total kvælstof Nitratkvælstof Ammoniumkvælstof Dicyandiamidkvælstof Teknisk information [a]
18	Urea-ammoniumsulfat	Produkt fremstillet ved reaktion mellem urea og ammoniumsulfat	30 % N Kvælstof bestemt som ammonium- og ureakvælstof Mindst 4 % ammoniumkvælstof Mindst 12 % svovl bestemt som svolvtrioxid Største indhold af biuret: 0,9 %		Total kvælstof Ammoniumkvælstof Urea-kvælstof Vandopløseligt svolvtrioxid

[a] Teknisk information, så fyldestgørende som muligt, skal af den markedsføringsansvarlige påføres hver pakning, eller følgeseddel ved løsvarelevering. Informationen skal specielt indeholde oplysninger om brugsperiode og anvendelsesmængde i relation til den afgrøde, til hvilken gødningen skal anvendes.

A.2. *Phosphorgødninger*

Med hensyn til gødninger, som sælges i granuleret form, og hvis phosphorkomponenter indebærer et formalingskriterium (gødning nr. 1, 3, 4, 5, 6 og 7), vil kriteriet for formalingsgraden for grundbestanddele blive fastlagt efter en passende analysemetode.

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Thomasphosphat:	Produkt udvundet i stålværker ved bearbejdning af phosphorholdigt råjern. Indeholder som hovedbestanddel calcium-silicium phosphat	12 % P_2O_5 Phosphor bestemt som mineralsyreopløseligt		Total phosphorpentoxid (mineralsyreopløseligt); 75 % (skal angives i vægtprocent) skal være opløseligt i 2 % citronsyre (ved markedsføring i

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
			P_2O_5, mindst 75 % af det angivne indhold opløseligt i 2 % citronsyre 10 % P_2O_5 Phosphor bestemt som phosphorpentoxid opløseligt i 2 % citronsyre Formalingsgrader: — mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde — mindst 96 % sigtegennemgang ved 0,630 mm maskevidde		Frankrig, Italien, Spanien, Portugal, Grækenland ►**M1** , Tjekkiet, Estland, Cypern, Letland, Litauen, Ungarn, Malta, Polen, Slovenien og Slovakiet ◄) Total phosphorpentoxid (mineralsyreopløseligt) og phosphorpentoxid opløseligt i 2 % citronsyre (ved markedsføring i Det Forenede Kongerige) Phosphorpentoxid opløseligt i 2 % citronsyre (ved markedsføring i Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxembourg, Nederlandene og Østrig)
2(a)	Enkelt superphosphat	Produkt fremstillet ved oplukning af formalet råphosphat med svovlsyre. Indeholder som hovedbestanddel monocalciumphosphat og desuden calciumsulfat	16 % P_2O_5 Phosphor bestemt som P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat. Mindst 93 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være vandopløseligt Prøvemængde: 1 g		Phosphorpentoxid opløseligt i neutralt ammoniumcitrat Vandopløseligt phosphorpentoxid
2(b)	Dobbelt superphosphat	Produkt fremstillet ved oplukning af formalet råphosphat med svovlsyre og phosphorsyre. Indeholder som hovedbestanddel monocalciumphosphat og desuden calciumsulfat	25 % P_2O_5 Phosphor bestemt som P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat. Mindst 93 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være vandopløseligt Prøvemængde: 1 g		Phosphorpentoxid opløseligt i neutralt ammoniumcitrat Vandopløseligt phosphorpentoxid

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
▼M2 2(c)	Tripel superphosphat	Produkt fremstillet ved oplukning af formalet råphosphat med phosphorsyre. Indeholder som hovedbestanddel monocalciumphosphat	38 % P_2O_5 Phosphor bestemt som P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat. Mindst 85 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være vandopløseligt Prøvemængde: 3 g		Phosphorsyreanhydrid opløseligt i neutralt ammoniumcitrat Vandopløseligt phosphorsyreanhydrid
▼B 3	Delvist oplukket råphosphat	Produkt fremstillet ved delvis oplukning af formalet råphosphat med svovlsyre eller phosphorsyre. Indeholder som hovedbestanddele monocalciumphosphat, tricalciumphosphat og calciumsulfat	20 % P_2O_5 Phosphor bestemt som mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 40 % af det angivne P_2O_5 skal være vandopløseligt Formalingsgrader: — mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde — mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,630 mm maskevidde		Total phosphorpentoxid (mineralsyreopløseligt) Vandopløseligt phosphorpentoxid
4	Dicalciumphosphat	Produkt udfældet i phosphorsyre, der er fremstillet af mineralske phosphater eller af knogler. Indeholder som hovedbestanddel dicalciumphosphat dihydrat	38 % P_2O_5 Phosphor bestemt som P_2O_5 opløseligt i basisk ammoniumcitrat (efter Petermann) Formalingsgrader: — mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde — mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,630 mm maskevidde		Phosphorpentoxid opløseligt i basisk ammoniumcitrat
5	Glødephosphat	Produkt fremstillet ved termisk oplukning af formalet råphosphat under indvirkning af alkaliforbin-	25 % P_2O_5		Phosphorpentoxid opløseligt i basisk ammoniumcitrat

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
		delser og kiselsyre. Indeholder som hovedbestanddele alkalicalciumphosphater og calciumsilicater	Phosphor bestemt som P_2O_5 opløseligt i basisk ammoniumcitrat (efter Petermann) Formalingsgrader: — mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde — mindst 96 % sigtegennemgang ved 0,630 mm maskevidde		
6	Aluminium-calciumphosphat	Produkt fremstillet i amorf form ved termisk oplukning og ved formaling. Indeholder som hovedbestanddele aluminium- og calciumphosphater	30 % P_2O_5 Phosphor bestemt som mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i basisk ammoniumcitrat (efter Joulie) Formalingsgrader: — mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde — mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,630 mm maskevidde		Total phosphorpentoxid (mineralsyreopløseligt) Phosphorpentoxid opløseligt i basisk ammoniumcitrat
7	Blødt råphosphat	Produkt fremstillet ved formaling af blødt råphosphat. Indeholder som hovedbestanddele tricalciumphosphat og calciumcarbonat	25 % P_2O_5 Phosphor bestemt som mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 55 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i 2 % myresyre Formalingsgrader: — mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde — mindst 99 % sigtegennemgang ved 0,125 mm maskevidde		Total phosphorpentoxid (mineralsyreopløseligt) Phosphorpentoxid opløseligt i 2 % myresyre Sigtegennemgang i vægtprocent ved 0,063 mm maskevidde

▼B

A.3. *Kaliumgødninger*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Kainit eller kaliumråsalt	Produkt udvundet af rå kaliumsalte	10 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O 5 % MgO Magnesium bestemt som vandopløselige magnesiumsalte og udtrykt som MgO	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt kaliumoxid Vandopløseligt magnesiumoxid
2	Beriget kaliumråsalt	Produkt fremstillet ved blanding af kaliumråsalte og kaliumchlorid	18 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt kaliumoxid Valgfri angivelse af indholdet af vandopløseligt magnesiumoxid, når dette overstiger 5 % MgO
3	Kaliumchlorid	Produkt fremstillet ved behandling af kaliumråsalte. Indeholder som hovedbestanddel kaliumchlorid	37 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt kaliumoxid
4	Kaliumchlorid med magnesiumsalte	Produkt fremstillet ved behandling af kaliumråsalte under tilsætning af magnesiumsalte. Indeholder som hovedbestanddele kaliumchlorid og magnesiumsalte	37 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O 5 % MgO Magnesium bestemt som vandopløselige magnesiumsalte og udtrykt som MgO		Vandopløseligt kaliumoxid Vandopløseligt magnesiumoxid
5	Kaliumsulfat	Produkt fremstillet ved kemisk behandling af kaliumsalte. Indeholder som hovedbestanddel kaliumsulfat	47 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O Største chlorindhold: 3 % Cl		Vandopløseligt kaliumoxid Valgfri angivelse af chlorindhold

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
6	Kaliumsulfat med magnesium	Produkt fremstillet ved kemisk behandling af kaliumsalte, evt. under tilsætning af magnesiumsalte. Indeholder som hovedbestanddele kaliumsulfat og magnesiumsulfat	22 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O 8 % MgO Magnesium bestemt som vandopløselige magnesiumsalte og udtrykt som MgO Største chlorindhold: 3 % Cl	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt kaliumoxid Vandopløseligt magnesiumoxid Valgfri angivelse af chlorindhold
7	Kieserit med kaliumsulfat	Produkt fremstillet ved behandling af kieserit tilsat kaliumsulfat	8 % MgO Magnesium bestemt som vandopløseligt MgO 6 % K_2O Kalium bestemt som vandopløseligt K_2O I alt MgO + K_2O: 20 % Største chlorindhold: 3 % Cl	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt magnesiumoxid Vandopløseligt kaliumoxid Valgfri angivelse af chlorindhold

B. **Uorganiske sammensatte gødninger indeholdende hovednæringsstoffer**

B.1. *NPK-gødninger*

B.1.1.	Typebetegnelse	NPK-gødninger
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej eller ved blanding uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— I alt: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Det totale kvælstofindhold (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof (5) Cyanamidkvælstof	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand (4) P_2O_5 kun mineralsyreopløseligt (5) P_2O_5 opløseligt i alkalisk ammoniumcitrat (efter Petermann) (6a) Mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i 2 % citronsyre (6b) P_2O_5 opløseligt i 2 % citronsyre (7) mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i alkalisk ammoniumcitrat (efter Joulie) (8) mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 55 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i 2 % myresyre	Vandopløseligt K_2O	(1) Det totale kvælstofindhold (2) Hvis indholdet af en kvælstofforbindelse (2) til (5) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal denne deklareres (3) Hvis over 28 %, se bilag III.2	1. En NPK-gødning, som hverken indeholder thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, delvist oplukket råphosphat eller blødt råphosphat, skal garanteres efter en af de under (1), (2) eller (3) angivne opløseligheder: — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindre end 2 %, angives udelukkende opløseligheden (2) — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindst 2 %, angives opløseligheden (3) med samtidig påbudt angivelse af det vandopløselige indhold af P_2O_5 (opløselighed (1)). Indholdet af kun mineralsyreopløseligt P_2O_5 må ikke overstige 2 %. For denne gødningstype 1 udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighederne (2) og (3) 1 g 2.(a) En NPK-gødning, som indeholder blødt råphosphat eller delvist oplukket råphosphat, må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat eller aluminium-calciumphosphat. Dette sikres ved hver af opløselighederne (1), (3) og (4) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % udelukkende mineralsyreopløseligt P_2O_5 (opløselighed (4)) — indeholde mindst 5 % vand- og i neutralt ammoniumcitrat opløseligt P_2O_5 (opløselighed (3))	1. Vandopløseligt kaliumoxid 2. Angivelsen »chlorfattig« er bundet til et størsteindhold på 2 % Cl 3. Det er tilladt at garantere et vist chlorindhold

1	2	3	4	5	6
				— indeholde mindst 2,5 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed 1)). Denne gødningstype bringes i handelen som »NPK-gødning med råphosphat« eller »NPK-gødning med delvist oplukket råphosphat«. For denne gødningstype 2a udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighed (3) 3 g 2. (b) En NPK-gødning, som indeholder aluminiumcalciumphosphat må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat, delvis oplukket råphosphat eller råphosphat. Garantien herfor er, at den pågældende gødning opfylder opløselighederne (1) og (7), når bortses fra vandopløselighed for så vidt angår (7) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed (1)) — indeholde mindst 5 % P_2O_5 svarende til opløselighed (7) Denne gødningstype bringes i handelen under betegnelsen »NPK-gødning med aluminiumcalciumphosphat« 3. For NPK-gødninger, der kun indeholder én af følgende phosphorgødningstyper: thomasphosphat, glødephosphat, aluminiumcalciumphosphat, blødt råphosphat, skal typebetegnelsen efterfølges af en angivelse af phosphorbestanddelen. Deklarationen for P_2O_5's opløselighed fastsættes efter følgende opløseligheder: — for gødninger på basis af thomasphosphat: opløselighed (6a) (Frankrig, Italien, Spanien, Portugal, Grækenland ►**M1** , Tjekkiet, Estland, Cypern, Letland, Litauen, Ungarn, Malta, Polen, Slovenien	

Formalingsgrader af grundbestanddelene:

Thomasphosphat:	mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Aluminiumcalciumphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Glødephosphat:	mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Blødt råphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde
Delvist oplukket råphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde

1	2	3	4	5	6
				og Slovakiet ◄), (6b) (Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxembourg, Nederlandene, Det Forenede Kongerige og Østrig) — for gødninger på basis af glødephosphat: opløselighed (5) — for gødninger på basis af aluminium-calciumphosphat: opløselighed (7) — for gødninger på basis af blødt råphosphat: opløselighed (8).	

B.1.2.	Typebetegnelse	NPK-gødning indeholdende crotonylidendiurea, eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (alt efter tilfældet)
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej, indeholdende crotonylidendiurea, eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd uden tilsætning af hovednæringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— I alt: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — For hvert enkelt næringsstof: — 5 % N. Mindst $^1/_4$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra kvælstofforbindelserne (5) eller (6) eller (7). Mindst $^3/_5$ af det deklarerede indhold af kvælstofforbindelsen (7) skal være opløseligt i varmt vand — 5 % P_2O_5 — 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat	Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof	Denne NPK-gødning, som hverken indeholder thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, delvist oplukket råphosphat	(1) Vandopløseligt kaliumoxid

1	2	3	4	5	6
(3) Ammoniumkvælstof (4) Urea-kvælstof (5) Crotonylidendiureakvælstof (6) sobutylidendiureakvælstof (7) Ureaformaldehydkvælstof (8) Ureaformaldehydkvælstof udelukkende opløseligt i varmt vand (9) Ureaformaldehydkvælstof opløseligt i koldt vand	(3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand		(2) Hvis indholdet af en kvælstofforbindelse (2) til (4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal denne deklareres (3) Den relevante af kvælstofforbindelserne (5) til (7) (4) Kvælstofforbindelsen (7) skal deklareres som kvælstofforbindelse (8) og (9)	eller råphosphat, skal deklareres efter en af de under (1), (2) eller (3) angivne opløseligheder: — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindre end 2 %, angives udelukkende opløseligheden (2) — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindst 2 %, angives opløseligheden (3) med samtidig påbudt angivelse af det vandopløselige indhold af P_2O_5 (opløselighed (1)). Indholdet af kun mineralsyreopløseligt P_2O_5 må ikke overstige 2 %. Prøvemængden til bestemmelse af opløselighederne (2) eller (3) udgør 1 g	(2) Angivelsen »chlorfattig« er bundet til et størsteindhold på 2 % Cl (3) Det er tilladt at garantere et vist chlorindhold

B.2. *NP-gødninger*

B.2.1.	Typebetegnelse	NP-gødninger
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej eller ved blanding uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt 18 % (N + P_2O_5) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % P_2O_5

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof (5) Cyanamidkvælstof	(1) Vandopløseligt $_2O_5$ (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand (4) P_2O_5 kun mineral-syreopløseligt (5) P_2O_5 opløseligt i alkalisk ammoniumcitrat (efter Petermann) (6a) Mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i 2 % citronsyre (6b) P_2O_5 opløseligt i 2 % citronsyre (7) mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i basisk ammoniumcitrat (efter Joulie) (8) mineralsyreopløseligt P_20_5. Mindst 55 % af det angivne indhold af P_20_5 skal være opløseligt i 2 % myresyre		(1) Total kvælstof (2) Såfremt indholdet af en kvælstofforbindelse (2) til (5) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal denne deklareres	1. En NP-gødning, som hverken indeholder thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, delvist oplukket råphosphat eller blødt råphosphat, skal garanteres efter en af de under (1), (2) eller (3) angivne opløseligheder: — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindre end 2 %, angives udelukkende opløseligheden (2) — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindst 2 %, angives opløseligheden (3) med samtidig påbudt angivelse af det vandopløselige indhold af P_2O_5 (opløselighed (1)). Indholdet af kun mineralsyreopløseligt P_2O_5 må ikke overstige 2 %. For denne gødningstype 1 udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighederne (2) og (3) 1 g 2.(a) En NP-gødning, som indeholder blødt råphosphat eller delvist oplukket råphosphat, må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat eller aluminium-calciumphosphat. Dette sikres ved hver af opløselighederne (1), (3) og (4) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % udelukkende mineralsyreopløseligt P_2O_5 (opløselighed (4)) — indeholde mindst 5 % vand- og i neutralt ammoniumcitrat opløseligt P_2O_5 (opløselighed (3))	

1	2	3	4	5	6
				— indeholde mindst 2,5 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed 1)). Denne gødningstype bringes i handelen som »NP-gødning med råphosphat« eller »NP-gødning med delvist oplukket råphosphat«. For denne gødningstype 2a udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighed (3) 3 g 2. (b) En NP-gødning, som indeholder aluminium-calciumphosphat må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat, blødt råphosphat eller delvis oplukket råphosphat Garantien herfor er, at den pågældende gødning opfylder opløselighederne (1) og (7), når bortses fra vandopløselighed for så vidt angår (7) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed 1)). — indeholde mindst 5 % P_2O_5 svarende til opløselighed (7) Denne gødningstype bringes i handelen under betegnelsen »NP-gødning med aluminium-calciumphosphat«. 3. For NP-gødninger, der kun indeholder én af følgende phosphorgødningstyper: thomasphosphat, glødephosphat, aluminiumcalciumphosphat, blødt råphosphat, skal typebetegnelsen efterfølges af en angivelse af phosphorbestanddelen. Deklarationen for P_2O_5's opløselighed fastsættes efter følgende opløseligheder: — for gødninger på basis af thomasphosphat: opløselighed (6a) (Frankrig, Italien, Spanien, Portugal, Grækenland ►M1 , Tjekkiet, Estland, Cypern, Letland, Litauen, Ungarn, Malta, Polen, Slovenien	
Formalingsgrader af grundbestanddelene: Thomasphosphat mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde Aluminiumcalciumphosphat mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde Glødephosphat: mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde Blødt råphosphat mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde Delvist oplukket råphosphat mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde					

1	2	3	4	5	6
				og Slovakiet ◄), (6b) (Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxembourg, Nederlandene, Det Forenede Kongerige og Østrig) — for gødninger på basis af glødephosphat: opløselighed (5) — for gødninger på basis af aluminium-calciumphosphat: opløselighed (7) — for gødninger på basis af blødt råphosphat: opløselighed (8)	

B.2.2.	Typebetegnelse	NP-gødning indeholdende crotonylidendiurea, eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (alt efter tilfældet)
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej, indeholdende crotonylidendiurea, eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— I alt 18 % (N + P_2O_5) — For hvert enkelt næringsstof: — 5 % N. Mindst $^1/_4$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra kvælstofforbindelserne (5) eller (6) eller (7) Mindst $^3/_5$ af det deklarerede indhold af kvælstofforbindelsen (7) skal være opløseligt i varmt vand — 5 % P_2O_5

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat		(1) Total kvælstof (2) Hvis indholdet af en kvælstoffor-	Denne NP-gødning, som hverken indeholder thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, delvist oplukket råphosphat	

1	2	3	4	5	6
(3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof (5) Crotonylidendiureakvælstof (6) Isobutylidendiureakvælstof (7) Ureaformaldehydkvælstof (8) Ureaformaldehydkvælstof udelukkende opløseligt i varmt vand (9) Ureaformaldehydkvælstof opløseligt i koldt vand	(3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand		bindelse (2) til (4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal denne deklareres (3) Den relevante af kvælstofforbindelserne (5) til (7). Kvælstofforbindelsen (7) skal deklareres som kvælstofforbindelse (8) og (9)	eller råphosphat, skal deklareres efter en af de under (1), (2) eller (3) angivne opløseligheder: — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindre end 2 %, angives udelukkende opløseligheden (2) — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindst 2 %, angives opløseligheden (3) med samtidig påbudt angivelse af det vandopløselige indhold af P_2O_5 (opløselighed (1)). Indholdet af kun mineralsyreopløseligt P_2O_5 må ikke overstige 2 % Prøvemængden til bestemmelse af opløselighederne (2) eller (3) udgør 1 g	

B.3. *NK-gødninger*

B.3.1.	Typebetegnelse	NK-gødninger
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej eller ved blanding uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % (N + K_2O) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof (5) Cyanamidkvælstof		Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof (2) Såfremt indholdet af en kvælstofforbindelse (2) til (5) udgør 1 vægtprocent eller mere skal denne deklareres		(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Angivelsen »chlorfattig« er bundet til et størsteindhold på 2 % Cl (3) Det er tilladt at garantere et vist chlorindhold

B.3.2.	Typebetegnelse	NK-gødning indeholdende crotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (alt efter tilfældet)
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej, indeholdende crotonylidendiurea, eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd uden tilsætning af hovednæringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % ($N + K_2O$) — For hvert enkelt næringsstof: — 5 % N Mindst ¼ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra kvælstofforbindelserne (5) eller (6) eller (7) Mindst $^3/_5$ af det deklarerede indhold af kvælstofforbindelsen (7) skal være opløseligt i varmt vand — 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof (5) Crotonylidendiureakvælstof (6) Isobutylidendiureakvælstof (7) Ureaformaldehydkvælstof (8) Ureaformaldehydkvælstof udelukkende opløseligt i varmt vand (9) Ureaformaldehydkvælstof opløseligt i koldt vand		Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof (2) Såfremt indholdet af en kvælstofforbindelse (2) til (4) udgør 1 vægtprocent eller mere skal denne deklareres (3) Den relevante af kvælstofforbindelserne (5) til (7). Kvælstofforbindelsen (7) skal deklareres som kvælstofforbindelse (8) og (9)		(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Angivelsen »chlorfattig« er bundet til et størsteindhold på 2 % Cl (3) Det er tilladt at garantere et vist chlorindhold

B.4. *PK-gødninger*

Typebetegnelse	PK-gødninger
Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej eller ved blanding uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — for de enkelte næringsstoffer: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 sopløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand (4) P_2O_5 kun mineralsyreopløseligt (5) P_2O_5 opløseligt i alkalisk ammoniumcitrat (efter Petermann) (6a) Mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i 2 % citronsyre (6b) P_2O_5 opløseligt i 2 % citronsyre (7) Mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 75 % af det angivne indhold af P_2O_5 skal være opløseligt i basisk ammoniumcitrat (efter Joulie) (8) P_2O_5 (7) (8) mineralsyreopløseligt P_2O_5. Mindst 55 % af det angivne indhold skal være opløseligt i 2 % myresyre	Vandopløseligt K_2O		1. En PK-gødning, som hverken indeholder thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, delvist oplukket råphosphat eller blødt råphosphat, skal garanteres efter en af de under (1), (2) eller (3) angivne opløseligheder: — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindre end 2 %, angives udelukkende opløseligheden (2) — udgør det vandopløselige P_2O_5 mindst 2 %, angives opløseligheden (3) med samtidig påbudt angivelse af det vandopløselige indhold af P_2O_5 (opløselighed (1)). Indholdet af kun mineralsyreopløseligt P_2O_5 må ikke overstige 2 % For denne gødningstype 1 udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighederne (2) og (3) 1 g 2.(a) En PK-gødning, som indeholder blødt råphosphat eller delvist oplukket råphosphat, må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat eller aluminium-calciumphosphat. Dette sikres ved hver af opløselighederne (1), (3) og (4) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % udelukkende mineralsyreopløseligt P_2O_5 (opløselighed (4)) — indeholde mindst 5 % vand- og i neutralt ammoniumcitrat opløseligt P_2O_5 (opløselighed (3))	(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Angivelsen »chlorfattig« er bundet til et størsteindhold på 2 % Cl (3) Det er tilladt at garantere et vist chlorindhold

1	2	3	4	5	6
				— indeholde mindst 2,5 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed 1)). Denne gødningstype bringes i handelen som »PK-gødning med råphosphat« eller »PK-gødning med delvist oplukket råphosphat« For denne gødningstype 2a udgør prøvemængden til bestemmelse af opløselighed (3) 3 g 2.(b) En PK-gødning, der indeholder aluminium-calciumphosphat, må hverken indeholde thomasphosphat, glødephosphat eller delvis oplukket råphosphat Garantien herfor er, at den pågældende gødning opfylder opløselighederne (1) og (7), når bortses fra vandopløselighed for så vidt angår (7) Denne gødningstype skal opfylde følgende krav: — indeholde mindst 2 % vandopløseligt P_2O_5 (opløselighed 1)). — indeholde mindst 5 % P_2O_5 svarende til opløselighed (7) Denne gødningstype bringes i handelen under betegnelsen »PK-gødning med aluminium-calciumphosphat« 3. For PK-gødninger, der kun indeholder én af følgende phosphorgødningstyper: thomasphosphat, glødephosphat, aluminium-calciumphosphat, blødt råphosphat, skal typebetegnelsen efterfølges af en angivelse af phosphorbestanddelen Deklarationen for P_2O_5's opløselighed fastsættes efter følgende opløseligheder: — for gødninger på basis af thomasphosphat: opløselighed (6a) (Frankrig, Italien, Spanien, Portugal, Grækenland ►**M1** , Tjekkiet, Estland, Cypern, Letland, Litauen, Ungarn, Malta, Polen, Slovenien og Slovakiet ◄), (6b) (Tyskland, Belgien,	

Formalingsgrader af grundbestanddelene

Thomasphosphat:	mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Aluminium-calciumphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Glødephosphat:	mindst 75 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde
Blødt råphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde
Delvist oplukket råphosphat	mindst 90 % sigtegennemgang ved 0,160 mm maskevidde

1	2	3	4	5	6
				Danmark, Irland, Luxembourg, Nederlandene, Det Forenede Kongerige og Østrig) — for gødninger på basis af glødephosphat: opløselighed (5) — for gødninger på basis af aluminium-calciumphosphat: opløselighed (7) — for gødninger på basis af blødt råphosphat: opløselighed (8).	

C. **Uorganiske flydende gødninger**

C.1. *Flydende enkeltgødninger*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger eller typebetegnelse	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Opløsning af kvælstofgødning (kvælstof fertilizer solution)	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand. Stabil ved atmosfæretryk. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse	15 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof eller, hvis der kun er én form, som nitrat-, ammonium- eller ureakvælstof Største indhold af biuret: Nurea-N × 0,026		Total kvælstof og for de former, hvis mængde overstiger 1 %, ammoniumkvælstof, nitratkvælstof, og/eller ureakvælstof Dersom biuretindholdet er mindre end 0.2 %, kan der anføres »biuretfattig«
2	Ureaammoniumnitratopløsning	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand, indeholder ammoniumnitrat og urea	26 % N Kvælstof bestemt som totalkvælstof, hvoraf ca. halvdelen stammer fra urea Største indhold af biuret: 0,5 %		Total kvælstof Nitratkvælstof, ammoniumkvælstof og ureakvælstof Dersom biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«
3	Calciumnitratopløsning	Produkt fremstillet ved opløsning af calciumnitrat i vand	8 % N	Typebetegnelsen kan i givet fald efterfølges af en af følgende angivelser:	Total kvælstof

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger eller typebetegnelse	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
			Kvælstof udtrykt som nitratkvælstof, hvoraf højst 1 % er ammoniumkvælstof Calcium bestemt som vandopløseligt CaO	— til bladgødskning — til fremstilling af næringsopløsninger — til spredning af flydende gødning	Vandopløseligt calciumoxid til de anvendelser, der er angivet i spalte 5 Valgfrit: — nitratkvælstof — ammoniumkvælstof
4	Magnesiumnitratopløsning	Kemisk fremstillet produkt, opløst i vand og indeholdende magnesiumnitrat	6 % N Kvælstof bestemt som nitratkvælstof 9 % MgO Magnesium bestemt som vandopløseligt magnesiumoxid pH minimum: 4		Nitratkvælstof Vandopløseligt magnesiumoxid
5	Calciumnitratsuspension	Produkt fremstillet ved suspension af calciumnitrat i vand	8 % N Kvælstof bestemt som total kvælstof eller som nitratkvælstof og ammoniumkvælstof Største indhold af ammoniumkvælstof: 1,0 % 14 % CaO Calcium bestemt som vandopløseligt CaO	Typebetegnelsen kan i givet fald efterfølges af en af følgende angivelser: — til bladgødskning — til fremstilling af næringsopløsninger — til spredning som flydende gødning	Total kvælstof Nitratkvælstof Vandopløseligt calciumoxid til de anvendelser, der er angivet i spalte 5
6	Kvælstofgødningsopløsning med ureaformaldehyd	Kemisk fremstillet produkt eller fremstillet ved opløsning af ureaformaldehyd og en kvælstofgødning fra liste A-1 i denne forordning, undtagen 3(a), 3(b), og 5, i vand	18 % N bestemt som total kvælstof Mindst $^1/_3$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra ureaformaldehyd. Største indhold af biuret: (ureakvælstof + ureaformaldehydkvælstof) × 0,026		Total kvælstof For så vidt som de findes i en mængde på mindst 1 %: — nitratkvælstof — ammoniumkvælstof — ureakvælstof Ureaformaldehydkvælstof

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger eller typebetegnelse	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
7	Kvælstofgødningssuspension med ureaformaldehyd	Kemisk fremstillet produkt eller fremstillet ved suspension af ureaformaldehyd og en kvælstofgødning fra liste A-1 i denne forordning, undtagen 3(a), 3(b), og 5, i vand	18 % N bestemt som totalkvælstof Mindst $^{1}/_{3}$ af det deklarerede totale kvælstofindhold skal stamme fra ureaformaldehyd, hvoraf mindst $^{3}/_{5}$ skal være opløseligt i varmt vand Største indhold af biuret: (ureakvælstof + ureaformaldehydkvælstof) × 0,026		Total kvælstof For så vidt som de findes i en mængde på mindst 1 %: — nitratkvælstof — ammoniumkvælstof — ureakvælstof Ureaformaldehydkvælstof Ureaformaldehydkvælstof opløseligt i koldt vand Ureaformaldehydkvælstof udelukkende opløseligt i varmt vand

C.2. *Flydende sammensatte gødninger*

C.2.1.	Typebetegnelse	Opløsning af PK-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand. Stabil ved atmosfæretryk. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) og andre krav	— i alt: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$) — for de enkelte næringsstoffer: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O — største indhold af biuret: urea-N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof	Vandopløseligt P_2O_5	Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof (2) Dersom en af kvælstofformerne (2)-(4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres (3) Dersom biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«	Vandopløseligt P_2O_5	(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

C.2.2.	Typebetegnelse	Suspension af NPK-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt i flydende form, hvis hovednæringsstoffer stammer fra stoffer, der både er opslæmmet og opløst i vand. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) og andre krav	— i alt: 20 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O — største indhold af biuret: urea-N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat	Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof	Gødningerne må hverken indeholde thomasphosphat, aluminium-calcium-phosphat,	(1) Vandopløseligt kaliumoxid

1	2	3	4	5	6
(3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof	(3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand		(2) Hvis en af kvælstofformerne 2-4 udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres (3) Hvis biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«	glødephosphat, delvis oplukket råphosphat eller råphosphat (1) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er mindre end 2 %, deklareres kun opløselighed 2 (2) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er 2 %, eller derover, deklareres opløselighed 3, idet indholdet af vandopløseligt P_2O_5 altid anføres	(2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

C.2.3.	Typebetegnelse	Opløsning af NP-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand. Stabil ved atmosfæretryk. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt 18 %, (N + P_2O_5) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % P_2O_5 — max. biuretindhold: urea N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof	Vandopløseligt P_2O_5		(1) Total kvælstof (2) Hvis en af kvælstofforbindelserne (2)-(4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres	Vandopløseligt P_2O_5	

1	2	3	4	5	6
			(3) Hvis biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«		

C.2.4.	Typebetegnelse	Suspension af NP-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt i flydende form, hvis hovednæringsstoffer stammer fra stoffer, der både er opslæmmet og opløst i vand. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt 18 %, ($N + P_2O_5$) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % P_2O_5 — max. biuretindhold: urea N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand		(1) Total kvælstof (2) Hvis en af kvælstofforbindelserne (2)-(4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres (3) Hvis biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«	(1) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er mindre end 2 %, deklareres kun opløselighed 2 (2) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er 2 % eller derover, deklareres opløselighed 3, idet indholdet af vandopløseligt P_2O_5 altid anføres Gødningerne må hverken indeholde thomasphosphat, aluminium-calcium-phosphat, glødephosphat, delvis oplukket råphosphat eller råphosphat	

C.2.5.	Typebetegnelse	Opløsning af NP-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand. Stabil ved atmosfæretryk. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 15 % ($N + K_2O$) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % K_2O — max. biuretindhold: urea N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof		Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof (2) Hvis en af kvælstofformerne (2)-(4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres (3) Hvis biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«		(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

C.2.6.	Typebetegnelse	Suspension af NK-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt i flydende form, hvis hovednæringsstoffer stammer fra stoffer, der både er opslæmmet og opløst i vand. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % ($N + K_2O$) — for de enkelte næringsstoffer: 3 % N, 5 % K_2O — max. biuret-indhold: urea N × 0,026

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Total kvælstof (2) Nitratkvælstof (3) Ammoniumkvælstof (4) Ureakvælstof		Vandopløseligt K_2O	(1) Total kvælstof (2) Hvis en af kvælstofforbindelserne (2)-(4) udgør 1 vægtprocent eller mere, skal den deklareres (3) Hvis biuretindholdet er mindre end 0,2 %, kan der anføres »biuretfattig«		(1) Vandopløseligt kaliumoxid (2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

C.2.7.	Typebetegnelse	Opløsning af PK-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt fremstillet ad kemisk vej og ved opløsning i vand. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — for de enkelte næringsstoffer: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vandopløseligt P_2O_5	Vandopløseligt K_2O		Vandopløseligt P_2O_5	(1) Vandopløseligt kaliumoxid

1	2	3	4	5	6
					(2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

C.2.8.	Typebetegnelse	Suspension af PK-gødning
	Henvisning til fremstillingsmåde	Produkt i flydende form, hvis hovednæringsstoffer stammer fra stoffer, der både er opslæmmet og opløst i vand. Uden tilsætning af organiske næringsstoffer af animalsk eller vegetabilsk oprindelse
	Mindsteindhold (i vægtprocent) af næringsstoffer	— i alt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — for de enkelte næringsstoffer: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Former og opløseligheder samt indhold af næringsstoffer, som skal deklareres i henhold til de i spalte 4, 5 og 6 givne specifikationer Formalingsgrader			Angivelse af gødningernes karakteristiske egenskaber Øvrige krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vandopløseligt P_2O_5 (2) P_2O_5opløseligt i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 opløseligt i neutralt ammoniumcitrat og i vand	Vandopløseligt K_2O		(1) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er mindre end 2 %, deklareres kun opløselighed 2 (2) Hvis indholdet af vandopløseligt P_2O_5 er 2 %, eller derover, deklareres opløselighed 3, idet indholdet af vandopløseligt P_2O_5 altid anføres Gødningerne må hverken indeholde thomasphosphat, aluminium-calcium-phosphat, glødephosphat, delvis oplukket råphosphat eller råphosphat	(1) andopløseligt kaliumoxid (2) Kun gødning, der højst indeholder 2 % chlor, må betegnes som »chlorfattig« (3) Chlorindholdet kan anføres

▼B

D. **Uorganiske sekundærgødninger**

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger eller typebetegnelse	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Calciumsulfat	Natur- eller industriprodukt indeholdende calciumsulfat med varierende vandindhold	25 % CaO 35 % SO_3 Calcium og svovl bestemt som total CaO + SO_3 Formalingsgrad: — mindst 80 % sigtegennemgang ved 2 mm maskevidde — mindst 99 % sigtegennemgang ved 10 mm maskevidde	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Total svovltrioxid Valgfrit: total CaO
2	Calciumchloridopløsning	Calciumchloridopløsning af industriel oprindelse	12 % CaO Calcium bestemt som vandopløseligt CaO		Calciumoxid Valgfrit: til plantesprøjtning
3	Rent svovl	Mere eller mindre renset natur- eller industriprodukt	98 % S (245 %: SO_3) Svovl bestemt som total SO_3		Total svovltrioxid
4	Kieserit	Mineralsk produkt med magnesiumsulfat med ét molekyle vand som hovedbestanddel	24 % MgO 45 % SO_3 Magnesium og svovl bestemt som vandopløseligt magnesiumoxid og svovltrioxid	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt magnesiumoxid Valgfrit: vandopløseligt svolvtrioxid
5	Magnesiumsulfat	Produkt med magnesiumsulfat med syv molekyler vand som hovedbestanddel	15 % MgO 28 % SO_3 Magnesium og svovl bestemt som vandopløseligt magnesiumoxid og svovltrioxid	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt magnesiumoxid Valgfrit: vandopløseligt svolvtrioxid

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelser til bestemmelse af indholdet af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger eller typebetegnelse	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
5.1	Magnesiumsulfatopløsning	Produkt opnået ved opløsning i vand af magnesiumsulfat af industriel oprindelse	5 % MgO 10 % SO_3 Magnesium og svovl bestemt som vandopløseligt magnesiumoxid og svovltrioxid	De almindelige handelsnavne kan tilføjes valgfrit	Vandopløseligt magnesiumoxid Valgfrit: vandopløseligt svovltrioxid
5.2	Magnesiumhydroxid	Kemisk fremstillet produkt med magnesiumhydroxid som hovedbestanddel	60 % MgO Partikelstørrelse: mindst 99 % kan passere gennem en sigte med en maskevidde på 0,063 mm		Total magnesiumoxid
5.3	Opslemning af magnesiumhydroxid	Produkt fremstillet ved opslemning af type 5.2	24 % MgO		Total magnesiumoxid
6	Magnesiumchloridopløsning	Produkt fremstillet ved opløsning af magnesiumchlorid af industriel oprindelse	13 % MgO Magnesium bestemt som total magnesiumoxid Største calciumindhold: 3 % CaO		Magnesiumoxid

E. **Uorganiske mikronæringsstofgødninger**

Forklarende bemærkning: Følgende anmærkninger gælder hele del E

Anmærkning 1: Som benævnelse for en chelatdanner kan dens forkortelse som anført i kapitel E benyttes.

Anmærkning 2: Hvis et produkt efter opløsning i vand ikke efterlader nogen fast rest, kan det betegnes »til opløsning«.

Anmærkning 3: Når et mikronæringsstof foreligger i chelateret form, anføres det pH-interval, hvori chelatet er stabilt.

E.1. *Gødninger indeholdende ét mikronæringsstof*

▼B

E.1.1. *Bor*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
1 (a)	Borsyre	Produkt fremstillet ved indvirkning af en syre på et borat	14 % vandopløseligt B	De almindelige handelsnavne kan tilføjes	Vandopløseligt bor (B)
1 (b)	Natriumborat	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et natriumborat	10 % vandopløseligt B	De almindelige handelsnavne kan tilføjes	Vandopløseligt bor (B)
1 (c)	Calciumborat	Produkt fremstillet på grundlag af colemanit eller pandermit, der som hovedbestanddel indeholder calciumborater	7 % total B Partikelstørrelse: mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde	De almindelige handelsnavne kan tilføjes	Total bor (B)
1(d)	Borethanolamin	Produkt fremstillet ved reaktion af borsyre med ethanolamin	8 % vandopløseligt B		Vandopløseligt bor (B)
1(e)	Borholdig gødning i opløsning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 1a og/eller 1b og/eller 1d i vand	2 % vandopløseligt B	Betegnelsen skal omfatte navnet på de tilstedeværende bestanddele	Vandopløseligt bor (B)
1(f)	Borholdig gødning i suspension	Produkt fremstillet ved at suspendere typerne 1a og/eller 1b og/eller 1d i vand	2 % vandopløseligt B	Betegnelsen skal omfatte navnet på de tilstedeværende bestanddele	Vandopløseligt bor (B)

E.1.2. *Cobolt*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
2(a)	Cobaltsalt	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et uorganisk cobaltsalt	19 % vandopløseligt Co	Betegnelsen skal omfatte navnet på den tilknyttede uorganiske anion	Vandopløseligt cobalt (Co)

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
2(b)	Cobaltchelat	Vandopløseligt produkt fremstillet ved kemisk binding af cobalt til en chelatdanner	2 % vandopløseligt Co, mindst $^{8}/_{10}$ af det deklarerede indhold chelateret	Navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt cobalt (Co) Chelateret cobalt (Co)
2(c)	Opløsning af cobaltgødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 2(a) og/eller 2(b) i vand	2 % vandopløseligt Co	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på den eller de uorganiske anion(er) (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt cobalt (Co) Chelateret cobalt (Co), hvis tilstede

E.1.3. *Kobber*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
3(a)	Kobbersalt	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et uorganisk kobbersalt	20 % vandopløseligt Cu	Betegnelsen skal omfatte navnet på den tilknyttede uorganiske anion	Vandopløseligt kobber (Cu)
3(b)	Kobberoxid	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder kobberoxid	70 % total Cu Partikelstørrelse: mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde		Total kobber (Cu)
3(c)	Kobberhydroxid	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder kobberhydroxid	45 % total Cu Partikelstørrelse: mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde		Total kobber (Cu)

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
3(d)	Kobberchelat	Vandopløseligt produkt fremstillet ved kemisk binding af kobber til en chelatdanner	9 % vandopløseligt Cu, mindst 8/10 af det deklarerede indhold chelateret	Navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt kobber (Cu) Chelateret kobber (Cu)
3(e)	Kobbergødning	Produkt fremstillet ved blanding af typerne 3(a) og/eller 3(b) og/eller 3(c) og/eller en enkelt type 3(d), og i givet fald et fyldstof, som hverken er giftigt eller indeholder næringsstoffer	5 % total Cu	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på kobberkomponenterne (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Total kobber (Cu) Vandopløseligt kobber (Cu), hvis det udgør mindst $^{1}/_{4}$ af total kobber Chelateret kobber (Cu), hvis tilstede
3(f)	Opløsning af kobbergødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 3(a) og/eller en enkelt type 3(d) i vand	3 % vandopløseligt Cu	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på den eller de uorganiske anion(er) (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt kobber (Cu) Chelateret kobber (Cu), hvis tilstede
3(g)	Kobberoxychlorid	Produkt, fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder kobberoxychlorid ($Cu_2Cl(OH)_3$)	50 % total Cu Partikelstørrelse: mindst 98 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde		Total kobber (Cu)
3(h)	Kobberoxychloridsuspension	Produkt fremstillet ved at suspendere type 3(g) i vand	17 % total Cu		Total kobber (Cu)

E.1.4. *Jern*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
4(a)	Jernsalt	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et uorganisk jernsalt	12 % vandopløseligt Fe	Betegnelsen skal omfatte navnet på den tilknyttede uorganiske anion	Vandopløseligt jern (Fe)
4(b)	Jernchelat	Vandopløseligt produkt fremstillet ved kemisk reaktion mellem jern og chelatdannere, der er opført på listen i bilag I, kapitel E.3	5 % vandopløseligt jern, hvoraf den chelaterede brøkdel mindst udgør 80 %	Navnet på chelatdannere	— jern (Fe) vandopløselig — chelateret brøkdel (EN 13366) — jern (Fe) chelateret af hver chelatdanner, hvis hver brøkdel overskrider 2 % (EN 13368 del 1 og 2)
4(c)	Opløsning af jerngødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 4(a) og/eller en enkelt type 4(b) i vand	2 % vandopløseligt Fe	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på den eller de uorganiske anion(er) (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt jern (Fe) Chelateret jern (Fe), hvis tilstede

E.1.5. *Mangan*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
5(a)	Mangansalt	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et uorganisk mangansalt (Mn II)	17 % vandopløseligt Mn	Typebetegnelsen skal omfatte navnet på den tilknyttede uorganiske anion	Vandopløseligt mangan (Mn)

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
5(b)	Manganchelat	Vandopløseligt produkt fremstillet ved kemisk binding af mangan til en chelatdanner	5 % vandopløseligt Mn, mindst $^{8}/_{10}$ af det deklarerede indhold chelateret	Navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt mangan (Mn) Chelateret mangan (Mn)
5(c)	Manganoxid	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder manganoxider	40 % total Mn Partikelstørrelse: mindst 80 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde		Total mangan (Mn)
5(d)	Mangangødning	Produkt fremstillet ved blanding af typerne 5(a) og 5(c)	17 % total Mn	Typebetegnelsen skal omfatte navnet på mangankomponenterne	Total mangan (Mn) Vandopløseligt mangan (Mn), såfremt det udgør mindst $^{1}/_{4}$ af total mangan (Mn)
5(e)	Opløsning af mangangødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 5(a) og/eller en enkelt type 5(b) i vand	3 % vandopløseligt Mn	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på den eller de uorganiske anion(er) (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt mangan (Mn) Chelateret mangan (Mn), hvis tilstede

E.1.6. *Molybdæn*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
6(a)	Natriummolybdat	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder natriummolybdat	35 % vandopløseligt Mo		Vandopløseligt molybdæn (Mo)

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
6(b)	Ammoniummolybdat	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder ammoniummolybdat	50 % vandopløseligt Mo		Vandopløseligt molybdæn (Mo)
6(c)	Molybdængødning	Produkt fremstillet ved blanding af typerne 6(a) og 6(b)	35 % vandopløseligt Mo	Typebetegnelsen skal omfatte navnet på molybdænkomponenterne	Vandopløseligt molybdæn (Mo)
6(d)	Opløsning af molybdængødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 6(a) og/eller en enkelt type 6(b) i vand	3 % vandopløseligt Mo	Typebetegnelsen skal omfatte navnet på molybdænkomponenterne	Vandopløseligt molybdæn (Mo)

E.1.7. *Zink*

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
7(a)	Zinksalt	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder et uorganisk zinksalt	15 % vandopløseligt Zn	Betegnelsen skal omfatte navnet på den tilknyttede uorganiske anion	Vandopløseligt zink (Zn)
7(b)	Zinkchelat	Vandopløseligt produkt fremstillet ved kemisk binding af zink til en chelatdanner	5 % vandopløseligt Zn, mindst $^{8}/_{10}$ af det deklarerede indhold chelateret	Navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt zink (Zn) Chelateret zink (Zn)
7(c)	Zinkoxid	Produkt fremstillet ad kemisk vej, der som hovedbestanddel indeholder zinkoxid	70 % total Zn Partikelstørrelse: mindst 80 % sigtegennemgang ved 0,063 mm maskevidde		Total zink (Zn)

▼B

Nr.	Typebetegnelse	Henvisning til fremstillingsmåde og hovedbestanddele	Mindsteindhold af næringsstoffer (i vægtprocent) Angivelse vedrørende vurderingen af næringsstoffer Øvrige krav	Yderligere oplysninger vedrørende typebetegnelsen	Næringsstoffer, hvis indhold skal deklareres Næringsstoffernes former og opløseligheder Øvrige kriterier
1	2	3	4	5	6
7(d)	Zinkgødning	Produkt fremstillet ved blanding af typerne 7(a) og 7(c)	30 % total Zn	Typebetegnelsen skal omfatte navnet på zinkkomponenterne	Total zink (Zn) Vandopløseligt zink (Zn), hvis det udgør mindst $^{1}/_{4}$ af total zink (Zn)
7(e)	Opløsning af zinkgødning	Produkt fremstillet ved opløsning af typerne 7(a) og/eller en enkelt type 6(b) i vand	3 % vandopløseligt Zn	Betegnelsen skal omfatte: (1) navnet eller navnene på den eller de uorganiske anion(er) (2) i givet fald navnet på chelatdanneren	Vandopløseligt zink (Zn) Chelateret zink (Zn), hvis tilstede

▼B

E.2. *Mindsteindhold af mikronæringsstoffer i vægtprocent af gødningen*

E.2.1. *Faste og flydende blandinger af mikronæringsstoffer*

	Når mikronæringsstoffet er til stede	
	udelukkende i uorganisk form	som chelat eller kompleks
For et mikronæringsstof:		
Bor (B)	0,2	0,2
Cobalt (Co)	0,02	0,02
Kobber (Cu)	0,5	0,1
Jern (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Molybdæn (Mo)	0,02	—
Zink (Zn)	0,5	0,1

Samlet mindsteindhold af mikronæringsstoffer i en fast blanding: 5 vægtprocent af gødningen.

Samlet mindsteindhold af mikronæringsstoffer i en flydende blanding: 2 vægtprocent af gødningen.

E.2.2. *EF-gødninger indeholdende hovednæringsstoffer og/eller sekundærnæringsstoffer samt mikronæringsstoffer, til brug på jorden*

	Til ager- og grøn jord	Til havebrug
Bor (B)	0,01	0,01
Cobalt (Co)	0,002	—
Kobber (Cu)	0,01	0,002
Jern (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Molybdæn (Mo)	0,001	0,001
Zink (Zn)	0,01	0,002

E.2.3. *EF-gødninger indeholdende hovednæringsstoffer og/eller sekundærnæringsstoffer samt mikronæringsstoffer til sprøjtning på bladene*

Bor (B)	0,01
Cobalt (Co)	0,002
Kobber (Cu)	0,002
Jern (Fe)	0,02
Mangan (Mn)	0,01
Molybdæn (Mo)	0,001
Zink (Zn)	0,002

E.3. *Liste over tilladte organiske chelatdannere og kompleksdannere til mikronæringsstoffer*

Følgende produkter tillades, såfremt de opfylder kravene i direktiv 67/548/EØF ([1]), som ændret

E.3.1. *Chelatdannere* ([2])

Syre eller salte af natrium, kalium og ammonium:

ethylendiamintetraeddikesyre	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$

([1]) EFT L 196 af 16.8.1967, s. 1.
([2]) Chelatdannerne identificeres og kvalificeres ved Europæisk standard EN 13368, del 1 og 2, for så vidt denne standard omfatter ovennævnte chelatdannere.

▼B

diethylenetriaminpentaeddikesyre	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$
[o,o]: ethylendiamin — di (o-hydroxyphenyleddikesyre)	EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$
[o,p]: ethylendiamin-N-(o-hydroxyphenyleddikesyre)-N'-(p-hydroxyphenyleddikesyre)	EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$
2-hydroxyethylendiamintrieddikesyre	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$
[o,o]: ethylendiamin-di (o-hydroxy o-methylphenyleddikesyre)	EDDHMA	$C_{20}H_{24}\ O_6N_2$
[o,p]: ethylendiamin-di (o-hydroxy-p-methylphenyleddikesyre)	EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$
[p,o]: ethylendiamin-di (p-hydroxy-o-methylphenyleddikesyre)	EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$
[2,4]: ethylendiamin- di (2-hydroxy-4-carboxyphenyleddikesyre)	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$
[2,5]: ethylendiamin- di (2-carboxy-5-hydroxyphenyleddikesyre)	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$
[5,2]: ethylendiamin- di (5-carboxy-2 hydroxyphenyleddikesyre)	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$

▼M2

Natriumsalt af		
ethylendiamin di-(2-hydroxy-5-sulphonatophenylacetic)-syre	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ +
og dets kondensationsprodukter		$n*(C_{12}H_{14}O_8N_2S)$

▼B

E.3.2. *Kompleksdannere:* Listen udarbejdes senere.

▼B

BILAG II

TOLERANCER

De tolerancer, der er angivet i dette bilag, er negative værdier i masseprocent

De tolerancer, der gælder for det deklarerede indhold af næringsstoffer i de forskellige typer EF-gødning, er følgende:

1. **Uorganiske enkeltgødninger indeholdende hovednæringsstoffer — absolut værdi i masseprocent udtrykt som N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1. *Kvælstofgødninger*

calciumnitrat	0,4
Calcium-magnesiumnitrat	0,4
natriumnitrat	0,4
Chilesalpeter	0,4
calciumcyanamid	1,0
nitratholdigt calciumcyanamid	1,0
ammoniumsulfat	0,3
ammoniumnitrat eller kalkammonsalpeter:	
— til og med 32 %	0,8
— over 32 %	0,6
ammoniumsulfat-salpeter	0,8
magnesiumsulfat-salpeter	0,8
ammoniumsulfat-salpeter med magnesium	0,8
urea	0,4
calciumnitrat-suspension	0,4
opløsning af kvælstofgødning med ureaformaldehyd	0,4
suspension af kvælstofgødning med ureaformaldehyd	0,4
urea-ammoniumsulfat	0,5
opløsning af kvælstofgødning	0,6
ammoniumnitrat-urea-opløsning	0,6

1.2. *Phosphorgødninger*

Thomasphosphat:		
— deklaration inden for en margin på 2 masseprocent		0,0
— deklaration udtrykt i et enkelt tal		1,0
Andre phosphorgødninger		
Opløselighed af P_2O_5 i:	(gødningens nr. i bilag I)	
— mineralsyre	(3, 6, 7)	0,8
— myresyre	(7)	0,8
— neutralt ammoniumcitrat	(2a, 2b, 2c)	0,8
— basisk ammoniumcitrat	(4, 5, 6)	0,8
— vand	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3. *Kaliumgødninger*

kainit eller kaliumråsalt	1,5
beriget kaliumråsalt	1,0

▼B

kaliumchlorid:	
— til og med 55 %	1,0
— over 55 %	0,5
kaliumchlorid med magnesiumsalt	1,5
kaliumsulfat	0,5
kaliumsulfat med magnesiumsalt	1,5

1.4. *Andre bestanddele*

chlorid	0,2

2. **Uorganiske sammensatte gødninger indeholdende hovednæringsstoffer**

2.1. *Hovednæringsstoffer*

N	1,1
P_2O_5	1,1
K_2O	1,1

2.2. *Totale negative afvigelser i forhold til de deklarerede værdier*

gødninger sammensat af to næringsstoffer	1,5
gødninger sammensat af tre næringsstoffer	1,9

3. **Sekundære næringsstoffer i gødninger**

Tolerancerne med hensyn til det deklarerede indhold af calcium, magnesium, natrium og svovl fastsættes til en ¼ af det deklarerede indhold af disse næringsstoffer med et maksimum på 0,9 % i absolut værdi for CaO, MgO, Na_2O og SO_3, dvs. 0,64 for Ca, 0,55 for Mg, 0,67 for Na og 0,36 for S.

4. **Mikronæringsstoffer i gødninger**

De tilladte tolerancer i forhold til det deklarerede indhold af mikronæringsstoffer fastsættes til:

— 0,4 % målt i absolutte tal ved et indhold på over 2 %

— $^1/_5$ af den deklarerede værdi ved et indhold på 2 % eller derunder.

For så vidt angår det deklarerede indhold af de forskellige kvælstofforbindelser og phosphorpentoxids opløselighed er tolerancerne $^1/_{10}$ af det totale indhold af det pågældende stof med et maksimum på 2 masseprocent, forudsat at totalindholdet af det pågældende næringsstof ligger inden for de grænser, der er fastsat i bilag I, og de tolerancer, der er fastsat ovenfor.

▼B

BILAG III

TEKNISKE FORSKRIFTER FOR AMMONIUMNITRATGØDNING MED HØJT KVÆLSTOFINDHOLD

1. **Karakteristika og grænser for ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold**

1.1. *Porøsitet (olieabsorption)*

Absorptionen af olie i gødningen, som forinden skal have gennemgået to varmecykler ved en temperatur på 25-50 °C, og som skal være i overensstemmelse med bestemmelserne i dette bilags del 2, afdeling 3, må ikke overstige 4 masseprocent.

1.2. *Brændbare bestanddele*

Indholdet af brændbart materiale målt som kulstof må ikke overstige 0,2 masseprocent i gødning med et kvælstofindhold på 31,5 masseprocent eller derover og må ikke overstige 0,4 procent i gødning med et kvælstofindhold på 28 masseprocent eller derover, men under 31,5 masseprocent.

1.3. *pH*

En opløsning indeholdende 10 g gødning i 100 ml vand skal have en pH-værdi på 4,5 eller derover.

1.4. *Partikelstørrelse*

Ikke mere end 5 masseprocent af gødningen må kunne gå igennem et sold med 1 mm maskevidde og ikke mere end 3 masseprocent igennem et 0,5 mm sold.

1.5. *Chlor*

Gødningens chlorindhold må højst udgøre 0,02 masseprocent.

1.6. *Tunge metaller*

Der bør ikke ske nogen bevidst tilsætning af tunge metaller, og forekomst af sådanne metaller på grund af fremstillingsprocessen må ikke overstige den af udvalget fastsatte grænse.

Kobberindholdet må ikke overstige 10 mg/kg.

Der er ikke fastsat grænseværdier for andre tungmetaller.

2. **Beskrivelse af detonerbarhedsprøven for ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold**

Prøven udføres på en repræsentativ gødningsprøve. Inden gennemførelsen af detonerbarhedsprøven underkastes hele prøvemassen fem varmecykler i overensstemmelse med bestemmelserne i del 3, afdeling 3, i dette bilag.

Gødningen underkastes en detonerbarhedsprøve i et vandret stålrør under følgende betingelser:

— sømløst stålrør

— rørlængde: min. 1 000 mm

— nominel udvendig diameter: min. 114 mm

— nominel udvendig vægtykkelse: min. 5 mm

▼B

— tændkæde: arten af sprængstoffet og forstærkningsladningens dimensioner skal vælges således, at der med hensyn til detonationsforplantningen opnås den størst mulige detonationsbelastning på gødningsprøven

— prøvetemperatur: 15-25 °C

— referencecylindre af bly til detonerbarhed: diameter 50 mm, højde 100 mm

— placeret med 150 mm's mellemrum til vandret understøtning af røret. Prøven udføres to gange. For at prøven kan ses som afgørende, må en eller flere af de benyttede understøttende blycylindre være sammentrykket mindre end 5 % under hver prøve.

3. **Metoder til kontrol af, at grænseværdierne i bilag III-1 og III-2 overholdes**

Metode 1

Metode til anvendelse af varmecykler

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåderne for gennemførelse af varmecykler forud for bestemmelsen af olieabsorption i ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold og bestemmelsen af detonerbarhed for både ren og sammensat ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

De metoder med lukkede varmecykler, der beskrives i denne afdeling, anses for på tilfredsstillende vis at simulere de forhold, der skal tages hensyn til i forbindelse med anvendelsen af afsnit II, kapitel IV, men de simulerer ikke nødvendigvis alle de forhold, der kan opstå under transport og lagring.

2. **Varmecykler omhandlet i bilag III-1**

2.1. *Anvendelsesområde*

Denne fremgangsmåde angår gennemførelse af cyklisk varmepåvirkning før bestemmelse af gødningens olieabsorption.

2.2. *Princip og definition*

I en Erlenmeyer-kolbe opvarmes prøven fra normal temperatur til 50 °C og holdes ved denne temperatur i to timer (fase ved 50 °C). Den afkøles dernæst til 25 °C og holdes ved denne temperatur i to timer (fase ved 25 °C). En fase ved 50 °C efterfulgt af en fase ved 25 °C udgør tilsammen en varmecyklus. Efter at have gennemgået to varmecykler opbevares måleprøven ved en temperatur på 20 ± 3 °C, indtil olieabsorptionen bestemmes.

2.3. *Apparatur*

Sædvanligt laboratorieapparatur, herunder:

— termostaterede vandbade på henholdsvis 25 (± 1) °C og 50 (± 1) °C

— Erlenmeyerkolber på 150 ml.

▼B

2.4. *Fremgangsmåde*

Hver måleprøve på 70 (± 5) gram anbringes i en Erlenmeyerkolbe, som lukkes med en prop.

Alle kolberne flyttes hver anden time fra 50 °C-badet til 25 °C-badet og tilbage igen.

Vandet i hvert bad holdes ved konstant temperatur og holdes i bevægelse ved hurtig omrøring. Vandet skal nå op til prøvens niveau. Propperne beskyttes mod kondensation med en skumgummihætte.

3. **Varmecykler til brug for bilag III-2**

3.1. *Anvendelsesområde*

Denne fremgangsmåde angår gennemførelse af cyklisk varmepåvirkning før gennemførelse af detonerbarhedsprøven.

3.2. *Princip og definition*

I en vandtæt beholder opvarmes prøven fra normal temperatur til 50 °C og holdes ved denne temperatur i en time (fase ved 50 °C). Den afkøles dernæst til 25 °C og holdes ved denne temperatur i en time (fase ved 25 °C). En fase ved 50 °C efterfulgt af en fase ved 25 °C udgør tilsammen en varmecyklus. Efter at have gennemgået det krævede antal varmecykler opbevares måleprøven ved en temperatur på 20 ± 3 °C, indtil detonerbarhedsprøven er udført.

3.3. *Apparatur*

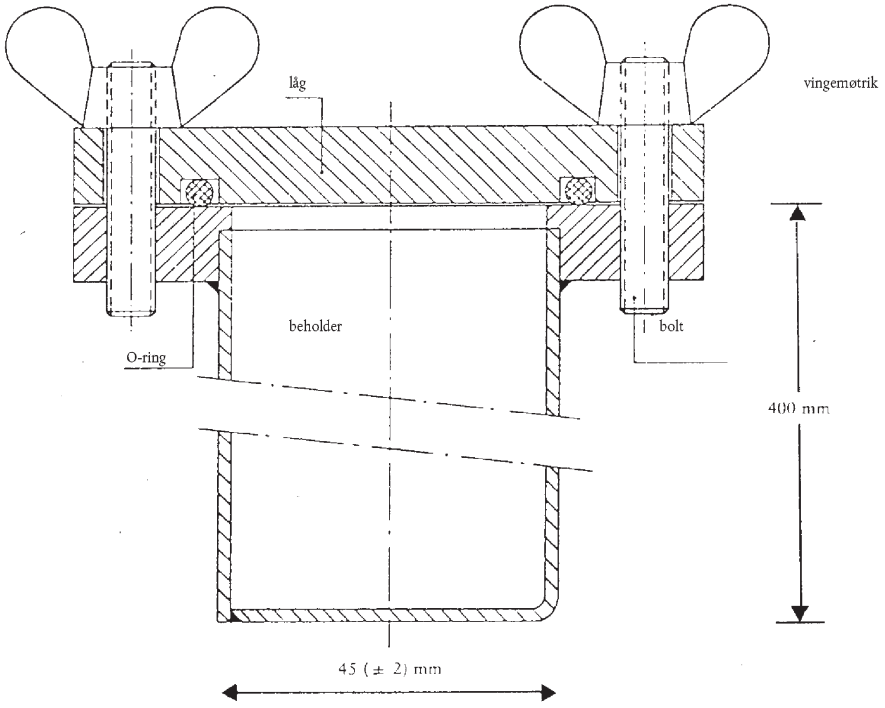
— Et vandbad, der kan termostateres i temperaturområdet 20 til 51 °C, med en opvarmnings- og afkølingshastighed på mindst 10 °C/h, eller to vandbade, hvoraf det ene er termostateret ved 20 °C og det andet ved 51 °C. Vandet i badet (badene) holdes under stadig omrøring, og vandbadet skal være stort nok til at sikre rigelig vandcirkulation.

— En fuldstændig vandtæt beholder af rustfrit stål med et termoelement midt i. Beholderens udvendige bredde er 45 (± 2) mm, og vægtykkelsen er 1,5 mm (se figur 1). Beholderens højde og længde kan vælges i overensstemmelse med vandbadets dimensioner, f.eks. længde 600 mm og højde 400 mm.

3.4. *Fremgangsmåde*

En tilstrækkelig mængde gødning til en enkelt detonationsprøve anbringes i beholderen, som dernæst lukkes med låget. Beholderen anbringes i vandbadet. Vandet opvarmes til 51 °C, og temperaturen midt i gødningen måles. En time efter at temperaturen i prøvens midte er nået op på 50 °C, afkøles vandet. En time efter at temperaturen i prøvens midte er nået ned på 25 °C, startes opvarmningen på ny, og den anden cyklus er begyndt. Hvis der arbejdes med to varmebade, overføres beholderen til det andet vandbad efter hver opvarmnings-/nedkølingsperiode.

▼B



Figur 1

Metode 2

Bestemmelse af olieabsorptionen

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af olieabsorptionen i rene ammoniumnitratgødninger med højt kvælstofindhold.

Metoden kan anvendes til både prillede og granulerede gødninger, der ikke indeholder olieopløselige stoffer.

2. **Definition**

En gødnings olieabsorption: Den mængde olie, gødningen absorberer, bestemt under de specificerede betingelser og udtrykt i masseprocent.

3. **Princip**

Fuldstændig nedsænkning af prøven i gasolie i et givet tidsrum, efterfulgt af fjernelse af overskydende olie under specificerede betingelser. Måling af prøveportionens masseforøgelse.

4. **Reagens**

Gasolie

Viskositet max.: 5 mPa.s. ved 40 °C

Massefylde: 0,8 til 0,85 g/ml ved 20 °C

Svovlindhold: ≤ 1,0 % (m/m)

Aske: ≤ 0,1 % (m/m).

5. **Apparatur**

Sædvanligt laboratorieapparatur samt:

5.1. Vægt til vejning med 0,01 g nøjagtighed.

5.2. Bægerglas på 500 ml.

▼B

5.3. Tragt af plast, helst med cylinderformet overdel, diameter ca. 200 mm.

5.4. Sigte, der passer i tragten (5.3), med maskevidde 0,5 mm.

NB: Tragtens og sigtens størrelse er afpasset, så at kun få korn ligger oven på hinanden, og olien let kan løbe af.

5.5. Filtrerpapir, hurtig blød kvalitet, vægt 150 g/m^2.

5.6. Papirservietter (laboratoriekvalitet).

6. **Fremgangsmåde**

6.1. Der gennemføres to enkeltbestemmelser hurtigt efter hinanden på en og samme prøve.

6.2. Partikler på under 0,5 mm udskilles ved hjælp af prøvesigten (5.4). Til en enkelt bestemmelse afvejes ca. 50 g af prøven med 0,01 g nøjagtighed i bægerglasset (5.2). Der tilføres så meget gasolie (4), at partiklerne er fuldstændig dækket, og der omrøres forsigtigt for at sikre, at deres overflade er fuldstændigt fugtede. Prøven står tildækket under urglas en time ved 25 (± 2) °C.

6.3. Bægerglassets indhold filtreres gennem tragten (5.3), hvorpå sigten (5.4) er anbragt. Delmængden henstår på sigten i en time, således at størstedelen af den overskydende olie kan dryppe af.

6.4. På et glat underlag lægges to ark filtrerpapir (5.5) (ca. 500 × 500 mm) oven på hinanden. Ca. 4 cm fra kanten bøjes alle fire sider på begge ark op, så partiklerne ikke kan rulle ned. Midt på filtrerpapiret lægges to lag sugende papirservietter (5.6), hvorpå sigtens (5.4) indhold kvantitativt hældes op og fordeles jævnt med en blød flad pensel. Efter to minutter trækkes servietterne væk, så partiklerne ruller ned på filtrerpapiret nedenunder, hvor de fordeles jævnt med en pensel. Et nyt ark filtrerpapir, hvis kanter er bøjet om som beskrevet ovenfor, lægges oven på prøven, og med en cirkulær bevægelse rulles partiklerne rundt mellem filtrerpapirarkene under let tryk. For hver ottende cirkulære bevægelse afbrydes aftørringen, og filtrerpapirets modstående kanter løftes op to og to, så de partikler, der er rullet ud til kanten, atter kommer ind på midten. Der gås frem på følgende måde: Når der er foretaget fire cirkulære bevægelser med og fire mod uret, rulles partiklerne ind på midten som beskrevet ovenfor. Denne operation foretages i alt tre gange (24 cirkulære bevægelser, opløftning af kanten to gange). Derefter skubbes forsigtigt et nyt ark filtrerpapir ind mellem det nederste og det næstnederste ark, og ved at løfte kanterne på sidstnævnte ark op, rulles partiklerne over på det nye ark. Partiklerne dækkes med et nyt ark filtrerpapir, og den ovenfor beskrevne aftørringsoperation gentages. Umiddelbart herefter hældes partiklerne ned i en tareret skål, og ved tilbagevejning bestemmes måleprøvens masse og dens indhold af gasolie med en nøjagtighed på 0,01 g.

6.5. *Gentagelse af aftørringsoperationen og tilbagevejning*

Hvis måleprøven har absorberet mere end 2 g gasolie, hældes den over på nye ark filtrerpapir, og der gennemføres en ny aftørringsoperation ved at løfte hjørnerne som beskrevet ovenfor i afsnit 6.4 (2 × 8 cirkulære bevægelser, opløftning af kanten en gang). Derefter tilbagevejes måleprøven.

7. **Angivelse af resultatet**

7.1. *Beregningsmåde og -formel*

Olieabsorptionen for hver enkelt bestemmelse (6.1) i vægtprocent af den sigtede prøve er givet ved ligningen:

$$\text{olieabsorption} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

hvor

m_1 = massen i gram af den sigtede måleprøve (6.2), og

▼B

m_2 = massen i gram af måleprøven, henholdsvis 6.4 eller 6.5, som resultat af den sidste tilbagevejning.

To enkeltbestemmelser noteres, og som endeligt resultat angives deres aritmetiske gennemsnit.

Metode 3

Bestemmelse af inholdet af brandbare bestanddele

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af brændbare bestanddele i ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

2. **Princip**

Først fjernes med en syre carbondioxid hidrørende fra uorganiske fyldstoffer. De organiske forbindelser oxideres med chromsvovlsyre. Det dannede carbondioxid absorberes i en bariumhydroxidopløsning. Bundfaldet opløses i saltsyre og måles ved tilbagetitrering med en natriumhydroxidopløsning.

3. **Reagenser**

3.1. Chrom (VI)-trioxid, CrO_3.

3.2. Svovlsyre, 60 % (v/v): 360 ml vand hældes ned i et 1 liters bægerglas, og der tilsættes forsigtigt 640 ml svovlsyre (massefylde ved 20 °C = 1,83 g/ml).

3.3. Sølvnitrat: 0,1 mol/l opløsning.

3.4. *Bariumhydroxidopløsning*

15 g bariumhydroxid ($Ba(OH)_2$. $8H_2O$) afvejes og opløses fuldstændigt i varmt vand. Efter afkøling overføres opløsningen til en 1 liters målekolbe. Der fyldes op til mærket og blandes. Der filtreres gennem foldefilter.

3.5. Saltsyre, 0,1 mol/l standardopløsning.

3.6. Natriumhydroxid: 0,1 mol/l standardopløsning.

3.7. Bromphenolblåt: opløsning i vand af 0,4 g pr. liter.

3.8. Phenolphthalein: 2 g/l i 60 % (v/v) ethanol.

3.9. Natronkalk: partikelstørrelse på 1,0 til 1,5 mm.

3.10. Demineraliseret vand, frisk afkogt (fjernelse af kuldioxid).

4. **Apparatur**

4.1. *Sædvanligt laboratorieudstyr, herunder specielt:*

— filterdigel på 15 ml med plade af sintret glas; pladediameter: 20 mm; højde i alt: 50 mm; porøsitet 4 (porediameter 5 til 15 μm)

— 600 ml bægerglas.

4.2. Komprimeret kvælstof.

4.3. Apparat bestående af følgende dele, om muligt samlet med kugleslib (se figur 2).

4.3.1. absorptionsrør A, ca. 200 mm langt og med en diameter på 30 mm, fyldt med natronkalk (3.9), som holdes på plads med glasuldspropper

4.3.2. reaktionskolbe B på 500 ml, rundbundet og med siderør

▼B

4.3.3. punktopdelt fraktioneringsrør på ca. 150 mm (C')

4.3.4. svaler C, med dobbelt overflade, ca. 200 mm lang

4.3.5. Drechselflaske D, der skal tilbageholde eventuelt overdestilleret syre

4.3.6. isbad E til afkøling af Drechselflasken

4.3.7. to absorptionsflasker F 1 og F 2 med en diameter på 32 til 35 mm og med gasfordeler bestående af en 10 mm plade af sintret glas med lav porøsitet

4.3.8. vakuumpumpe samt vakuumregulator G bestående af et T-rør, der er indskudt i ledningen, og hvis siderør er forbundet med et kapillarrør ved hjælp af et stykke gummislange, hvorpå der er anbragt en skrueklemme.

Forsigtig: brugen af kogende chromsvovlsyre i et apparat med reduceret tryk er en farlig operation og kræver visse nødvendige foranstaltninger.

5. **Fremgangsmåde**

5.1. *Afvejet mængde*

Der afvejes ca. 10 g ammoniumnitrat med en nøjagtighed på 0,001 g.

5.2. *Fjernelse af carbonater*

Den afvejede prøve anbringes i reaktionskolben B, og der tilsættes 100 ml H_2SO_4 (3.2). Prøven opløses i ca. 10 min. ved stuetemperatur. Apparatet samles som vist på figuren: absorptionsrøret (A) forbindes i den ene ende til kvælstofkilden (4.2) via en gaslås (fælde) med et tryk svarende til 5 til 6 mm kviksølvsøjle og i den anden ende til tilførselsrøret, som befinder sig i reaktionskolben. Det punktopdelte fraktioneringsrør (C') og svaleren (C) anbringes, og der åbnes for kølevandet til svaleren. Efter indstilling af kvælstofstrømmen, så der fremkommer en moderat gasstrøm gennem opløsningen, bringes denne til moderat kogning i 2 min. Derefter bør boblingen være ophørt. Hvis der stadig udvikles bobler, fortsættes kogningen i 30 minutter. Opløsningen afkøles dernæst i mindst 20 min. under en kvælstofstrøm.

Monteringen af apparatet færdiggøres som vist på figuren ved at forbinde svaleren med Drechselflasken (D) og denne med absorptionsflaskerne F_1 og F_2. Kvælstofstrømmen må ikke afbrydes under monteringen. Der hældes hurtigt 50 ml bariumhydroxidopløsning (3.4) i hver af absorptionsflaskerne (F_1 og F_2).

Der ledes en kvælstofstrøm gennem opløsningen i ca. 10 min. Opløsningen skal forblive klar i absorptionsflaskerne. Hvis ikke, gentages processen til fjernelse af carbonater.

5.3. *Oxidation og absorption*

Efter fjernelse af tilledningsrøret for kvælstof tilsættes hurtigt via siderøret til reaktionskolben (B) 20 g chromtrioxid (3.1) og 6 ml sølvnitratopløsning (3.3). Apparatet forbindes med vakuumpumpen, og kvælstofstrømmen indstilles på en sådan måde, at der fremkommer en konstant gasstrøm gennem de sintrede plader i de to absorptionsflasker F_1 og F_2.

Reaktionskolben (B) opvarmes til kogning, som fortsætter i halvanden time ([1]). Det kan være nødvendigt at benytte vakuumregulatoren (G) til indstilling af kvælstofstrømmen, da det

([1]) For de fleste organiske stoffer er en reaktionstid på $1^1/_2$ time tilstrækkeligt, når der er sølvnitrat til stede som katalysator.

▼B

udfældede bariumcarbonat kan tilstoppe de sintrede plader. Procesdelen er tilfredsstillende gennemført, når bariumhydroxidopløsningen i absorptionsflasken F_2 ikke bliver uklar. Hvis den gør dette, gentag proceduren. Opvarmningen standses, og apparatet adskilles. Begge fordelere skylles indvendigt og udvendigt, idet skyllevandet opsamles i den tilsvarende absorptionsflaske. Efter tur anbringes de to fordelere i et 600 ml bægerglas, som senere skal benyttes til bestemmelsen.

Indholdet af absorptionsflaske F_2 og derefter indholdet af absorptionsflaske F_1 vakuumfiltreres hurtigt på glasfilterdigelen. Bundfaldet skylles ud med vand (3.10) og vaskes på filterdigelen med 50 ml af dette vand. Digelen anbringes i bægerglasset på 600 ml, og der tilsættes ca. 100 ml kogt vand (3.10). Der hældes 50 ml kogt vand i hver absorptionsflaske, og en kvælstofstrøm sendes gennem fordelerne i 5 min., hvorefter vandet overføres til bægerglasset. Denne procedure gentages for at sikre, at fordelerne renses omhyggeligt.

5.4. *Bestemmelse af carbonatindhold stammende fra organisk kulstof*

Der sættes fem dråber phenolphthaleïn (3.8) til bægerglasset, hvorved opløsningen bliver rød. Derefter tilsættes saltsyre (3.5) dråbe for dråbe indtil omslagspunktet. Opløsningen skylles godt ind i digelen, og det kontrolleres, at opløsningen ikke farves rød. Efter tilsætning af fem dråber bromphenolblåt (3.7) titreres der med saltsyre (3.5) til omslag til gult, hvorefter der tilsættes yderligere 10 ml saltsyre.

Opløsningen koges i højst 1 min. Det kontrolleres nøje, at der i væsken ikke er uopløst bundfald.

Efter afkøling tilbagetitreres der med natriumhydroxidopløsning (3.6).

6. **Blindprøve**

Der foretages en blindprøve, hvor der følges samme fremgangsmåde og anvendes samme mængder af alle reagenser.

7. **Angivelse af resultatet**

Indholdet af brandbare bestanddele (C) udtrykt i masseprocent kulstof af prøven er givet ved formlen:

$$C\ \% = 0{,}06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

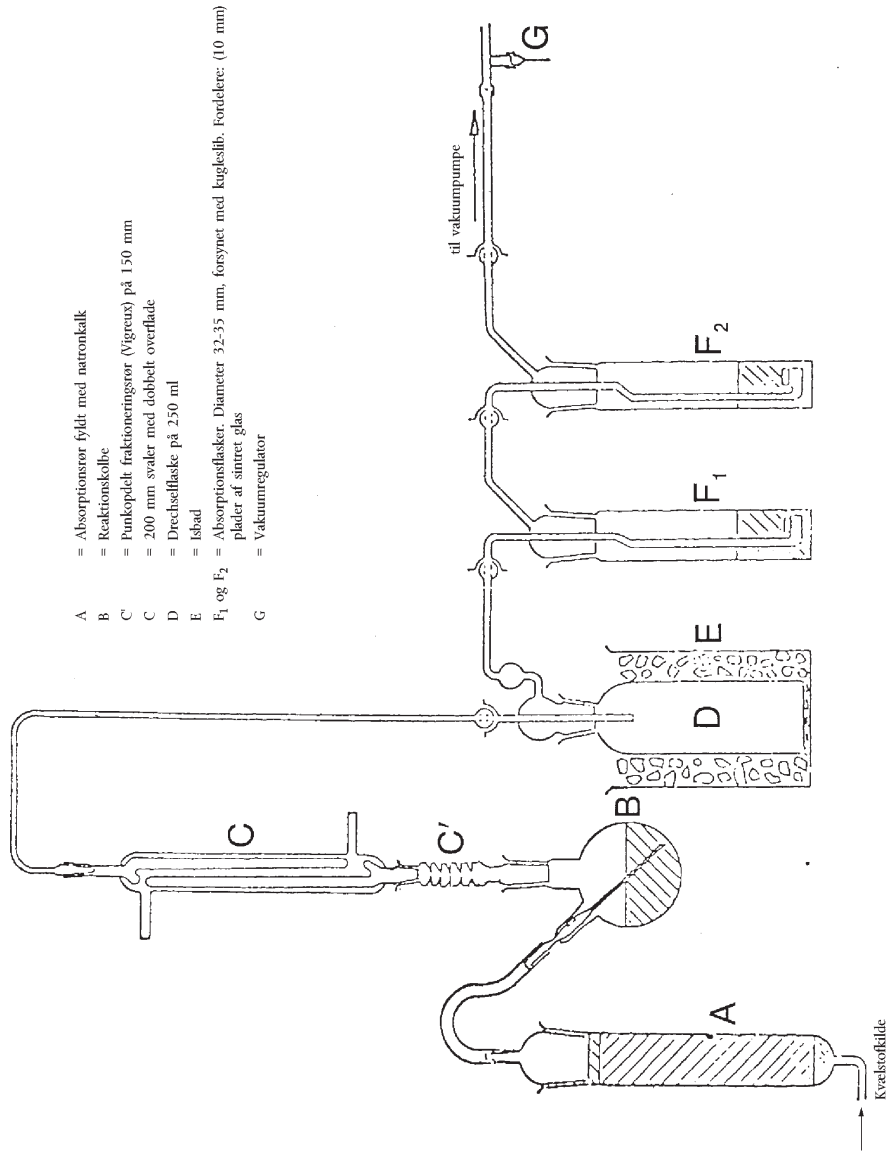
hvor

E = massen i g af prøvemængden

V_1 = det samlede volumen i ml af 0,1 mol/l saltsyre, der er tilsat efter phenolphthaleinets omslag, og

V_2 = volumet i ml af 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, der er anvendt til tilbagetitreringen.

▼B



Figur 2

Metode 4

Bestemmelse af Ph-værdien

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for måling af pH-værdien i en opløsning af ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

2. **Princip**

Måling af pH i en ammoniumnitratopløsning ved hjælp af et pH-meter.

3. **Reagenser**

Carbondioxidfrit destilleret eller demineraliseret vand.

3.1. *Bufferopløsning, pH 6,88 ved 20 °C*

3,40 (± 0,01) g kaliumdihydrogenortophosphat (KH_2PO_4) opløses i ca. 400 ml vand. Dernæst opløses 3,55 (± 0,01) g dinatriumhydrogenortophosphat (Na_2HPO_4) i ca. 400 ml vand. De to opløsninger overføres kvantitativt til en 1 000 ml

▼B

målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket og blandes. Denne opløsning opbevares i en lufttæt beholder.

3.2. *Bufferopløsning, pH 4,00 ved 20 °C*

10,21 (± 0,01) g kaliumhydrogenphthalat ($KHC_8O_4H_4$)) opløses i vand og overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket og blandes.

Denne opløsning opbevares i en lufttæt beholder.

3.3. De i handelen værende pH-standardopløsninger kan benyttes.

4. **Apparatur**

pH-meter med glas- og kalomelelektrode eller tilsvarende og med en følsomhed på 0,05 pH-enheder.

5. **Fremgangsmåde**

5.1. *Kalibrering af pH-meteret*

pH-meteret (4) kalibreres ved 20 (± 1) °C ved hjælp af bufferopløsningerne (3.1), (3.2) eller (3.3). En svag kvælstofstrøm ledes hen over opløsningens overflade under hele målingen.

5.2. *Måling*

Der hældes 100,0 ml vand på 10 (± 0,01) g prøve i et 250 ml bægerglas. Uopløselige bestanddele fjernes ved filtrering, dekantering eller centrifugering af væsken. Den klare opløsnings pH-værdi måles ved 20 (± 1) °C på samme måde som ved kalibrering af pH-meteret.

6. **Angivelse af resultatet**

Resultatet angives i pH-enheder med 0,1 enheds nøjagtighed, og temperaturen anføres.

Metode 5

Bestemmelse af partikelstørrelser

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for sigtning af ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

2. **Princip**

Måleprøven sigtes enten manuelt eller mekanisk over tre sigter. Når den på hver sigte tilbageholdte masse er bestemt, beregnes den procentdel materiale, der har passeret de krævede sigter.

3. **Apparatur**

3.1. Standardkontrolsigter med diameter 200 mm og med trådvæv med maskevidder på henholdsvis 2,0 mm, 1,0 mm og 0,5 mm, samt et låg og en opsamlingsskål hertil.

3.2. Vægt til vejning med 0,1 g nøjagtighed.

3.3. Mekanisk rysteapparat til sigterne (eventuelt), som kan bevæge måleprøven i både vertikal og horisontal retning.

4. **Fremgangsmåde**

4.1. Prøven deles repræsentativt i portioner på ca. 100 g.

4.2. En af disse portioner vejes med 0,1 g nøjagtighed.

4.3. Sigtesættet anbringes i følgende rækkefølge (nedefra): opsamlingsskål, 0,5 mm, 1 mm og 2 mm, og den vejede måleprøve anbringes på den øverste sigte. Låget sættes på sigtesættet.

4.4. Der rystes manuelt eller på rysteapparat i såvel vertikal som horisontal retning, idet der ved manuel rystning bankes let af

▼B

og til. Der rystes i 10 min., eller indtil den mængde, der passerer gennem hver sigte i 1 min., er mindre end 0,1 g.

4.5. Sigterne fjernes en efter en, og det tilbageholdte materiale opsamles, eventuelt ved forsigtig børstning fra bagsiden med en blød børste.

4.6. Det på hver sigte tilbageholdte materiale og materialet i opsamlingsskålen vejes med 0,1 g nøjagtighed.

5. **Vurdering af resultatet**

5.1. De enkelte masser omregnes til procentdelen af summen af disse masser (ikke af den oprindelige mængde).

Procentdelen i opsamlingsskålen (dvs. < 0,5 mm) beregnes: A %.

Procentdelen tilbageholdt på 0,5 mm-sigten beregnes: B %.

Den procentdel, der er passeret 1,0 mm beregnes: (A + B) %.

Summen af de enkelte masser skal ligge inden for 2 % af den oprindeligt udtagne masse.

5.2. Der foretages mindst to særskilte analyser, og de enkelte resultater for A må højst afvige 1 % absolut fra hinanden, og for B højst 1,5 % absolut. Hvis dette ikke er tilfældet, gentages prøven.

6. **Angivelse af resultatet**

Angiv gennemsnittet af de to værdier, der er opnået for dels A og dels A + B.

Metode 6

Bestemmelse af chlorindholdet (målt som chloridion)

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af chlorindholdet (målt som chloridion) i ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

2. **Princip**

Chloridioner opløst i vand, bestemmes ved potentiometrisk titrering med sølvnitrat i surt medium.

3. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand uden indhold af chlorid.

3.1. Acetone AR.

3.2. Koncentreret salpetersyre (massefylde 1,40 g/ml ved 20 °C).

3.3. Sølvnitrat: 0,1 mol/l standardopløsning Denne opløsning opbevares i en brun glasflaske.

3.4. Sølvnitrat, 0,004 mol/l standardopløsning; denne opløsning tilberedes umiddelbart forud for anvendelsen ved fortynding.

3.5. Kaliumchlorid: 0,1 mol/l standardreferenceopløsning. Der afvejes med en nøjagtighed på 0,1 mg 3,7276 g kaliumchlorid, som forinden er tørret i en time i en ovn ved 130 °C og afkølet til stuetemperatur i en ekssikkator. Denne mængde opløses i lidt vand, hvorefter opløsningen overføres kvantitativt til en 500 ml målekolbe; der fyldes op til mærket og blandes.

3.6. Kaliumchlorid, 0,004 mol/l standardreferenceopløsning; denne opløsning tilberedes umiddelbart forud for anvendelsen.

4. **Apparatur**

4.1. Potentiometer med sølvindikatorelektrode og calomel-referenceelektrode, med følsomhed 2 mV og måleområde - 500 til + 500 mV.

▼B

4.2. Bro indeholdende en mættet kaliumnitratopløsning, forbundet med calomelelektroden (4.1) og lukket i enderne med porøse propper.

4.3. Magnetomrører med teflonbelagt pind.

4.4. Mikroburette med fin spids, med streginddeling på 0,01 ml.

5. **Fremgangsmåde**

5.1. *Standardisering af sølvnitratopløsningen*

5,00 ml og 10,00 ml standardreference-kaliumchloridopløsning (3.6) anbringes i to lave bægerglas af passende størrelse (f.eks. 250 ml). Den nedenfor omhandlede titrering udføres på indholdet af hvert bægerglas.

5 ml salpetersyreopløsning (3.2) og 120 ml acetone (3.1) tilsættes tillige med så meget vand, at det samlede rumfang bliver ca. 150 ml. Magnetpinden (4.3) placeres i bægerglasset, hvorefter omrøreren sættes i bevægelse. Sølvelektroden (4.1) og den frie ende af broen (4.2) nedsænkes i opløsningen, elektroderne tilsluttes potentiometeret (4.1), og startpotentialet registreres, efter at apparatet er nulstillet.

Der titreres med anvendelse af mikroburetten (4.4), idet der først tilsættes henholdsvis 4 eller 9 ml af den sølvnitratopløsning, der svarer til den standardreference-kaliumchloridopløsning, der anvendes. Tilsætningen af opløsningen fortsættes i portioner på 0,1 ml for så vidt angår 0,004 mol/l opløsningerne og i portioner på 0,05 ml for så vidt angår 0,1 mol/l opløsningerne. Efter hver tilsætning afventes stabilisering af potentialet.

De tilsatte rumfang og de tilsvarende potentialværdier opføres i de første to kolonner i en tabel.

I tabellens tredje kolonne noteres de successive stigninger (Δ_1E) i potentialet E. I den fjerde kolonne noteres de positive eller negative forskelle (Δ_2E) mellem stigningerne i potentialet (Δ_1E). Titreringens slutpunkt er nået, når tilsætning af 0,1 eller 0,05 ml (V_1) sølvnitratopløsning giver den maksimale værdi af Δ_1E.

Til beregning af det nøjagtige volumen (V_{eq}) sølvnitratopløsning, der er tilsat indtil reaktionens slutpunkt, anvendes formlen

$$V_{eq} = V_0 + \left(V_1 \times \frac{b}{B} \right)$$

hvor

V_0 er det samlede volumen sølvnitratopløsning, i ml, umiddelbart inden tilsætning af den portion, som giver den største stigning i Δ1E

V_1 er volumenet (i milliliter) af den sidst tilsatte portion sølvnitratopløsning (0,1 eller 0,05 ml)

b er den sidste positive værdi af Δ_2E

B er summen af de numeriske værdier af den sidste positive værdi af Δ_2E og den første negative værdi af Δ_2E, se tabel 1.

5.2. *Blindprøve*

Der udføres en blindprøve, som der tages hensyn til ved beregningen af det endelige resultat.

Resultatet V_4 af blindprøven på reagenserne gives i milliliter ved formlen

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

hvor

V_2 er værdien i milliliter af det nøjagtige volumen (V_{eq}) sølvnitratopløsning, der er anvendt til titrering af 10 ml af den anvendte kaliumchloridstandardreferenceopløsning

▼B

V_3 er værdien i milliliter af det nøjagtige volumen (V_{eq}) sølvnitratopløsning, der er anvendt til titrering af 5 ml af den anvendte kaliumchloridstandardreferenceopløsning.

5.3. *Kontrolforsøg*

Blindprøven kan samtidig tjene som kontrol med, at apparaturet fungerer tilfredsstillende, og at analysen udføres korrekt.

5.4. *Måling*

Der udtages en prøve på en størrelse mellem 10 og 20 g, som afvejes med en nøjagtighed på 0,01 g. Den afvejede portion overføres kvantitativt til et 250 ml bægerglas. Der tilsættes 20 ml vand, 5 ml salpetersyreopløsning (3.2) og 120 ml acetone (3.1), hvorefter der fortyndes med vand op til et samlet volumen på ca. 150 ml.

Magnetpinden (4.3) placeres i bægerglasset, som anbringes på omrøreren, der derefter sættes i bevægelse. Sølvelektroden (4.1) og den frie ende af broen (4.2) nedsænkes i opløsningen, elektroderne tilsluttes potentiometeret (4.1), og startpotentialet noteres, efter at apparatet er nulstillet.

Der titreres med sølvnitratopløsningen, som tilsættes i portioner på 0,1 ml fra mikroburetten (4.4). Efter hver tilsætning afventes stabilisering af potentialet.

Titreringen fortsættes som specificeret under 5.1 begyndende fra det 4. afsnit: »De tilsatte rumfang og de tilsvarende potentialværdier opføres i de første to kolonner i en tabel …«.

6. **Angivelse af resultatet**

Resultatet af analysen udtrykkes som det procentvise chlorindhold i prøven, som den er modtaget til analyse. Det procentvise chlorindhold (Cl) beregnes ved hjælp af formlen:

$$\text{Cl } \% = \frac{0{,}3545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

hvor

T er den anvendte sølvnitratopløsning, angivet i mol/l

V_4 er resultatet i milliliter af blindprøven (5.2)

V_5 er værdien i milliliter af V_{eq} fundet under bestemmelsen (5.4)

m er prøvemassen i gram.

Tabel 1 — Eksempel

Volumen af sølvnitratopløsning V (ml)	Potentiale E mV	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	

$$V_{eq} = 4{,}9 + 0{,}1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4{,}943$$

Metode 7

Bestemmelse af kobber

1. **Formål og anvendelsesområde**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af kobber i ren ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

▼B

2. **Princip**

Prøven opløses i fortyndet saltsyre, og kobberindholdet bestemmes ved atomabsorptionsspektrofotometri.

3. **Reagenser**

3.1. Saltsyre (massefylde ved 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2. Saltsyre, 6 mol/l opløsning.

3.3. Saltsyre, 0,5 mol/l opløsning.

3.4. Ammoniumnitrat.

3.5. Hydrogenperoxid, 30 % (w/v).

3.6. Kobberopløsning (stamopløsning) ([1]): 1 g rent kobber afvejes med 0,001 g nøjagtighed og opløses i 25 ml 6 mol/l saltsyre (3.2), hvorefter der tilsættes 5 ml hydrogenperoxid (3.5) i portioner og fortyndes til 1 l med vand. 1 ml af denne opløsning indeholder 1 000 µg kobber (Cu).

3.6.1. Kobberopløsning (fortyndet): 10 ml stamopløsning (3.6) fortyndes til 100 ml med vand, hvorefter 10 ml af denne opløsning fortyndes til 100 ml med vand. 1 ml af den endelige opløsning indeholder 10 µg kobber (Cu).

Denne opløsning fremstilles umiddelbart før brugen.

4. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrofotometer med kobberlampe (324,8 nm).

5. **Fremgangsmåde**

5.1. *Fremstilling af analyseopløsninger*

Med 0,001 g nøjagtighed afvejes 25 g af prøven, som anbringes i et 400 ml bægerglas, hvorefter der forsigtigt tilsættes 20 ml saltsyre (3.1) (der kan indtræde en voldsom reaktion som følge af carbondioxidudvikling). Om nødvendigt tilsættes mere saltsyre. Når gasudviklingen er standset, inddampes der til tørhed på dampbad, medens der af og til omrøres med en glasstav. Der tilsættes 15 ml 6 mol/l saltsyreopløsning (3.2) og 120 ml vand. Der omrøres med glasstaven, som man lader stå i bægerglasset, og dette tildækkes med er urglas. Opløsningen koges svagt, indtil alt materialet er opløst, og der afkøles.

Opløsningen overføres kvantitativt til en 250 ml målekolbe, idet bægerglasset skylles med 5 ml 6 mol/l saltsyre (3.2) og to gange med 5 ml kogende vand. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyre (3.3) og blandes omhyggeligt.

Der filtreres gennem kobberfrit filtrerpapir ([2]), idet de første 50 ml bortkastes.

5.2. *Blindprøve*

Der fremstilles en blindprøve, hvor kun prøvematerialet er udeladt, og der tages hensyn hertil ved beregningen af de endelige resultater.

5.3. *Måling*

5.3.1. Fremstilling af analyse- og blindprøveopløsninger

Analyseprøveopløsningerne (5.1) og blindprøveopløsningen (5.2) fortyndes med 0,5 mol/l saltsyre (3.3) til en kobberkoncentration, der ligger inden for spektrofotometerets optimale måleområde. Der kræves normalt ingen fortynding.

([1]) De i handelen værende standardkobberopløsninger kan benyttes.
([2]) Whatman 541 eller tilsvarende.

▼B

5.3.2. Fremstilling af standardopløsningerne

Ved fortynding af standardopløsningen (3.6) med 0,5 mol/l saltsyre (3.3) fremstilles mindst fem standardopløsninger inden for spektrofotometrets optimale måleområde (0 til 5,0 mg/l Cu). Førend der fyldes op til mærket, sættes der til hver opløsning ammoniumnitrat (3.4) til en koncentration på 100 mg masse/volumen.

5.4. *Måling*

Spektrometeret (4) indstilles på bølgelængden 324,8 nm. Der anvendes en luft/acetylen-flamme. Tre gange indsprøjtes i rækkefølge standardopløsningen (5.3.2), analyseprøveopløsningen og blindprøveopløsningen (6.3.1), idet instrumentet skylles igennem med destilleret vand mellem hver indsprøjtning. Kalibreringskurven optegnes med absorbansgennemsnittet for hver standardopløsning som ordinat og den tilsvarende kobberkoncentration i µg/ml som abscisse.

Kobberkoncentrationen i de endelige analyse- og blindprøveopløsninger bestemmes ud fra kalibreringskurven.

6. **Angivelse af resultatet**

Prøvens kobberindhold beregnes under hensyntagen til måleprøvens masse, fortyndingerne under analysen og blindprøvens værdi. Resultatet angives som mg Cu/kg.

4. **Bestemmelse af detonerbarhed**

4.1. *Formål og anvendelsesområde*

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden for bestemmelse af detonerbarhed af ammoniumnitratgødning med højt kvælstofindhold.

4.2. *Princip*

Prøven indesluttes i et stålrør og udsættes for et detonationschok fra en eksplosiv tændkæde. Forplantningen bestemmes ud fra graden af knusningen af blycylindre, på hvilke røret var anbragt under prøvegennemførelsen.

4.3. *Materialer*

4.3.1. Plastisk sprængstof med et PETN-indhold på 83 til 86 %

Massefylde: 1 500 til 1 600 kg/m^3

Detonationshastighed: 7 300 til 7 700 m/s

Masse: 500 g (± 1) g.

4.3.2. Syv længder af fleksibel sprængsnor uden metalkappe

Fyldmasse: 11 til 13 g/m

Længde af hver enkelt snor: 400 ± 2 mm.

4.3.3. Presset legeme af sekundært sprængstof med central fordybning til detonator

Sprængstof: hexogen/voks 95/5, tetryl, eller tilsvarende sekundært sprængstof med eller uden tilsætning af grafit

Massefylde: 1 500 til 1 600 kg/m^3

Diameter: 19 til 21 mm

Højde: 19 til 23 mm

Central fordybning til detonator: Ø 7 til 7,3 mm, dybde 12 mm.

4.3.4. Sømløst stålrør efter ISO-standard 65-1981 — svær serie med nominelle dimensioner DN 100 (4″)

Ydre diameter: 113,1 mm til 115,0 mm

Vægtykkelse: 5,0 til 6,5 mm

Længde: 1 005 (± 2) mm.

▼B

4.3.5. Bundplade

Materiale: svejsbart stål

Dimension: 160 × 160 mm

Tykkelse: 5 til 6 mm.

4.3.6. 6 blycylindre

Diameter: 50 (± 1) mm

Højde: 100 til 101 mm

Materiale: blødt bly, mindst 99,5 % bly.

4.3.7. Stålblok

Længde: mindst 1 000 mm

Bredde: mindst 150 mm

Højde: mindst 150 mm

Masse: mindst 300 kg, såfremt blokken ikke hviler på et fast underlag.

4.3.8. Plast- eller kartonhylster til tændkæden

Vægtykkelse: 1,5 til 2,5 mm

Diameter: 92 til 96 mm

Højde: 64 til 67 mm.

4.3.9. Detonator (elektrisk eller ikke-elektrisk) af styrke 8 til 10.

4.3.10. Træskive

Diameter: 92 til 96 mm. Diameteren tilpasses plastik- eller paprørets (4.3.8) indre diameter

Tykkelse: 20 mm.

4.3.11. Træstift med samme dimensioner som detonatoren (4.3.9)

4.3.12. Små knappenåle (længde maksimalt 20 mm)

4.4. *Fremgangsmåde*

4.4.1. Fremstilling af tændkæden til indsættelse i stålrøret

Der er to alternative metoder til initiering af sprængstoffet i tændkæden, afhængig af det til rådighed værende materiel.

4.4.1.1. 7-punkts-simultan-initiering

Den færdige tændkæde, klar til brug, er vist på figur 1.

4.4.1.1.1. En træskive (4.3.10) gennembores parallelt med skivens akse i centrum og i seks punkter fordelt symmetrisk på en koncentrisk cirkel (diameter 55 mm). Huldiameteren skal være 6 til 7 mm (jf. snit A-B i figur 1), alt efter diameteren af den anvendte sprængsnor (4.3.2).

4.4.1.1.2. Af en sprængsnor (4.3.2) afskæres syv stykker på hver 400 mm på en sådan måde, at man undgår ethvert spild af eksplosivstof fra enderne, opnået ved øjeblikkeligt at smøre lim på skærefladerne. De syv stykker på hver 400 mm trækkes gennem de syv huller i træskiven (4.3.10), således at de stikker nogle centimetre ud på den anden side af skiven. I en afstand af 5 til 6 mm fra enden indstikkes derefter en lille knappenål (4.3.12) på tværs i kappen på hver af sprængsnorene, og regnet herfra påføres sprængsnorene lim på ydersiden i en længde af ca. 2 cm. Ved at trække i den lange ende af hver af sprængsnorsstykkerne bringes knappenålen derefter i kontakt med træskiven.

4.4.1.1.3. Det plastiske sprængstof (4.3.1) formes til en cylinder på 92 til 96 mm i diameter alt efter diameteren af hylsteret (4.3.8), hvori man indfører det med hylsteret stående på et glat underlag. Derefter sættes træskiven [1] med de syv sprængsnore oven på hylsteret og trykkes fast mod sprængstoffet. Højden af hylsteret (64 til 67 mm) tilpasses derefter på en sådan måde, at den øverste kant flugter med træoverfladen. Endelig fastgøres hylsteret hele vejen rundt til træskiven, f. eks. med hæfteklammer eller små søm.

[1] Skivens diameter skal i alle tilfælde svare til hylsterets indvendige diameter.

▼B

4.4.1.1.4. De frie ender af de syv stykker sprængsnor anbringes rundt om træstiften (4.3.11), således at enderne befinder sig i samme plan, vinkelret på denne. Ved hjælp af klæbebånd fastgøres de omkring stiften ([1]).

4.4.1.2. Central initiering ved hjælp af et presset tændlegeme

Den færdige tændkæde, klar til brug, er vist på figur 2.

4.4.1.2.1. Fremstilling af det pressede tændlegeme

Under iagttagelse af de nødvendige sikkerhedsforanstaltninger anbringes 10 g af et sekundært sprængstof (4.3.3) i en form med en indvendig diameter på 19 til 21 mm og presses sammen til korrekt form og massefylde.

(Forholdet mellem højde og diameter skal være ca. 1:1).

I centrum af formens bund findes en 12 mm høj stift med en diameter på 7,0 til 7,3 mm (afhængigt af diameteren af den anvendte detonator (3.9)), således at der i det pressede tændlegeme opstår et cylindrisk hulrum til placering af detonatoren.

4.4.1.2.2. Fremstilling af den færdige tændkæde

Sprængstoffet (4.3.1) anbringes i et hylster (4.3.8) stående på et glat underlag og presses derefter ned med et træstempel, hvorved sprængstoffet får cylinderform med en fordybning i midten. Det pressede tændlegeme anbringes i denne fordybning. Det cylinderformede nedpressede sprængstof indeholdende det pressede tændlegeme dækkes med en træskive (4.3.10), som i centrum er forsynet med et 7,0 til 7,3 mm stort hul til anbringelse af en detonator. Træskiven og hylsteret samles med tape over kors. Koaxialitet mellem hullet i skiven og fordybningen i det pressede tændlegeme sikres ved indførelse af træstiften.

4.4.2. Forberedelse af stålrørene til sprængningsforsøg

I rørets ene ende (4.3.4) bores der diametralt over for hinanden og vinkelret på rørvæggen i en afstand af 4 mm fra rørets kant to huller på 4 mm Ø.

Bundpladen (4.3.5) svejses på den modsatte ende af røret, således at den rette vinkel mellem bundplade og rørvæg fyldes ud med svejsemateriale langs hele rørets omkreds.

4.4.3. Påfyldning og ladning af stålrøret

Se fig. 1 og 2.

4.4.3.1. Gødningsprøve, stålrør og tændkæde bringes på en temperatur på 20 (± 5) °C. Der skal anvendes 16 til 18 kg af prøven til to sprængningsforsøg.

4.4.3.2. Røret anbringes stående med den kvadratiske bundplade hvilende på et plant og fast underlag, helst beton. Røret fyldes op med prøvemasse til ca. 1/3 af sin højde og løftes derefter 10 cm, hvorefter man lader det falde lodret ned på underlaget, fem gange efter hinanden, således at det prillede eller granulerede produkt rystes sammen, og røret bliver pakket så tæt som muligt. For at fremskynde sammenpakningen sættes røret i svingninger ved i alt ti slag med en hammer (hammerens masse 750 til 1 000 g) på siden af røret mellem faldene mod underlaget.

Denne operation gentages med endnu en del af prøvemassen. Endelig skal der til sidst tilføres en sådan mængde, at prøvemassen efter sammenpakningen efter henholdsvis hævning og fald af røret ti gange og efter i alt tyve hammerslag står ca. 70 mm under rørets øverste kant.

Ved indstilling af prøvemængdens højde i stålrøret er det absolut nødvendigt at sikre, at den senere indsatte tændkæde (4.4.1.1 eller 4.4.1.2) er i nær kontakt med prøven over hele overfladen.

4.4.3.3. Tændkæden anbringes i den øverste åbne ende af røret mod prøven, således at træskivens øverste kant ligger 6 mm under rørets kant. Der skal sikres den nødvendige nære kontakt mellem sprængstof og prøve

([1]) *NB:* Bemærk, at efter denne montage bevarer sprængsnoren i midten nødvendigvis en vis slaphed, når man trækker samtidig i de omgivende seks stykker.

▼B

ved at tilsætte eller fjerne små mængder af prøven. Som vist på figur 1 og 2 stikkes dernæst en sikringssplit ind i hullerne i rørets øverste kant, og splitternes ben bøjes fra hinanden, så de er i kontakt med røret.

4.4.4. Anbringelse af stålrør og blycylindre (se fig. 3)

4.4.4.1. Blycylindrenes (4.3.6) endeflader mærkes forinden med et tal fra 1 til 6. På en horisontalt liggende stålblok (4.3.7) afsættes på midterlinjen seks mærker med 150 mm mellemrum, idet afstanden fra første mærke til stålblokkens kant skal være mindst 75 mm. De seks blycylindre anbringes lodret på disse mærker, idet midten af hver cylinders endeflade placeres oven på mærket.

4.4.4.2. Stålrøret, klargjort som angivet under 4.4.3, anbringes vandret på blycylindrene, således at rørets akse er parallel med stålblokkens midterlinje, og rørets svejste ende befinder sig i en afstand af 50 mm fra blycylinder nr. 6. For at forhindre at røret ruller, kan der skubbes små trækiler ind mellem blycylinderens øverste endeflade og rørvæggen (én på hver side), eller der anbringes to korslagte trælister mellem rør og stålblok.

Anmærkning: Det skal sikres, at røret er i kontakt med alle blycylindre; en let krumning af rørfladerne kan udlignes ved at dreje røret omkring længdeaksen; hvis én af cylindrene er for høj (100 mm), slås den forsigtigt med en hammer, til den har den ønskede højde.

4.4.5. Forberedelse af sprængningen

4.4.5.1. Forsøgsopstillingen som beskrevet under punkt 4.4.4 skal anbringes i en bunker eller et tilsvarende indrettet hulrum under jorden (minegang eller tunnel). Man skal sikre, at temperaturen på 20 (± 5) °C er holdt for stålrøret før påtænding.

Anmærkning: I mangel af sådanne sprængningspladser kan der eventuelt anvendes en betonbeklædt grube overdækket med træbjælker. Da der ved sprængningen fremkommer stålsplinter med høj kinetisk energi, skal der sørges for passende afstand til steder, hvor mennesker opholder sig, og til trafikerede veje.

4.4.5.2. Ved anvendelse af 7-punktinitieringen skal det sikres, at sprængsnorene ligger så plant og udstrakt som muligt, som angivet i fodnoten under 4.4.1.1.4.

4.4.5.3. Afslutningsvis erstattes træstiften med detonatoren. Påtændingen må først finde sted efter evakuering af farezonen, og når operatørerne befinder sig i dækning.

4.4.5.4. Påtænd tændkæden.

4.4.6. Efter at have ventet den tid, som er nødvendig, for at røgen efter sprængningen har spredt sig (denne består af gasformige, til dels giftige omdannelsesprodukter, f.eks. nitrøse gasser), samles de enkelte blycylindre op. Blycylindrenes højde måles ved hjælp af en skydelære.

Den procentvise sammentrykning af den oprindelige højde på 100 mm registreres for hver af de mærkede blycylindre. Ved skrå sammentrykning af blycylindrene registreres den højeste og den laveste værdi, hvorefter man finder frem til middelværdien.

4.4.7. Om nødvendigt kan der benyttes en sonde til kontinuerlig måling af detonationshastigheden. Sonden anbringes parallelt med rørets akse eller op ad dets væg.

4.4.8. Der skal udføres to sprængningsforsøg pr. prøve.

4.5. *Prøverapport*

I prøverapporten skal anføres følgende parametre for hvert af de to sprængningsforsøg:

— de faktisk målte værdier for rørets yderdiameter og vægtykkelse

— rørets Brinell-hårdhed

— prøvens og rørets temperatur umiddelbart før sprængningen

▼B

— prøvens sammenpressede massefylde i røret (kg/m³)

— højden af hver enkelt blycylinder efter forsøget, opstillet i nummerorden

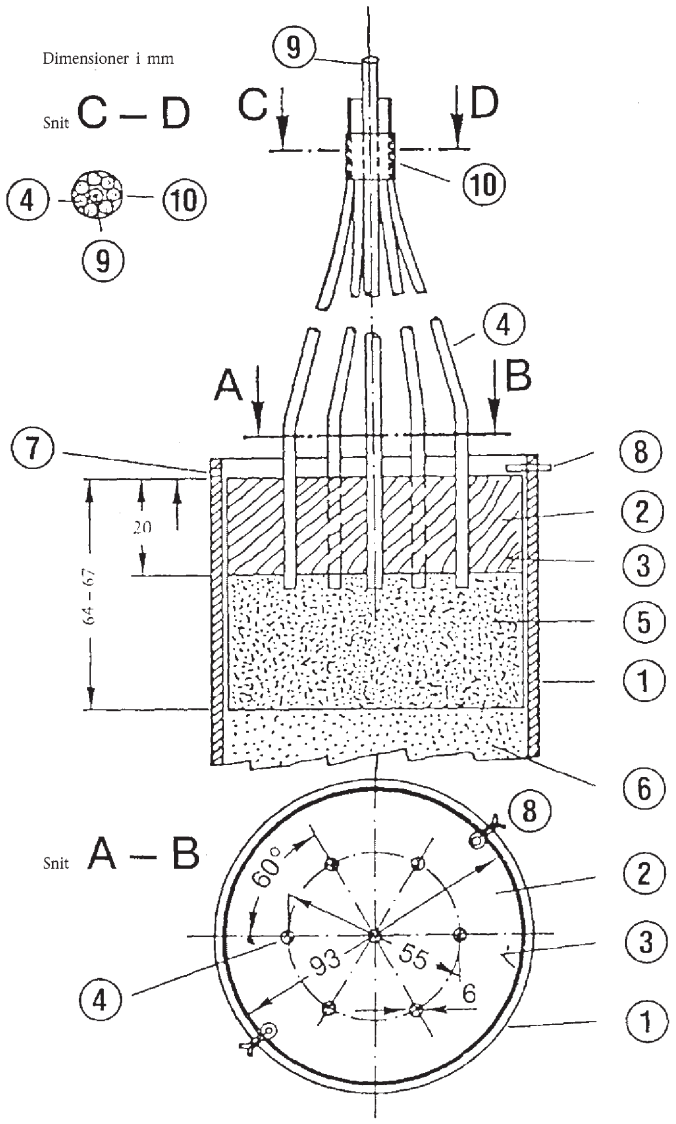
— hvilken initieringsmetode der er anvendt.

4.5.1. Bedømmelse af prøveresultaterne

Såfremt der for hvert af de to forsøg er mindst én blycylinder, der er sammentrykket mindre end 5 %, har gødningsprøven bestået detonerbarhedsprøven og opfylder dermed kravene i bilag III-2.

▼B

Tændkæde med 7-punkts-initiering



① Stålrør

② Træskive forsynet med syv huller

③ Plast- eller paphylster

④ Sprængsnore

⑤ Plastik sprængstof

⑥ Prøve

⑦ Hul med diameter 4 mm til sikringssplit ⑧

⑧ Sikringssplit

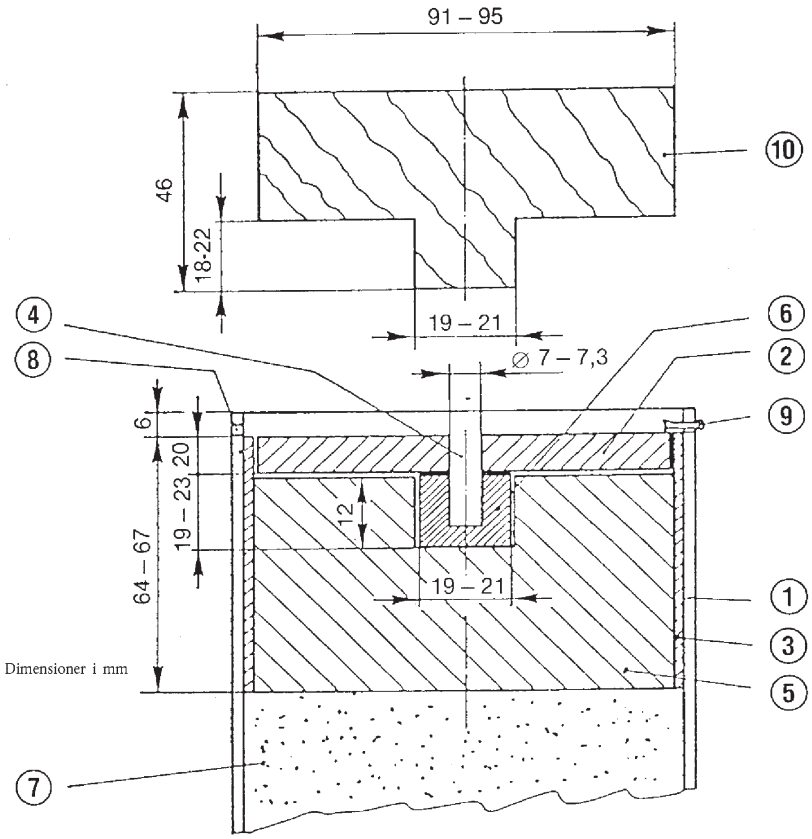
⑨ Stift omgivet af ④

⑩ Tape til fastgørelse af ④ omkring ⑨

Figur 1

▼B

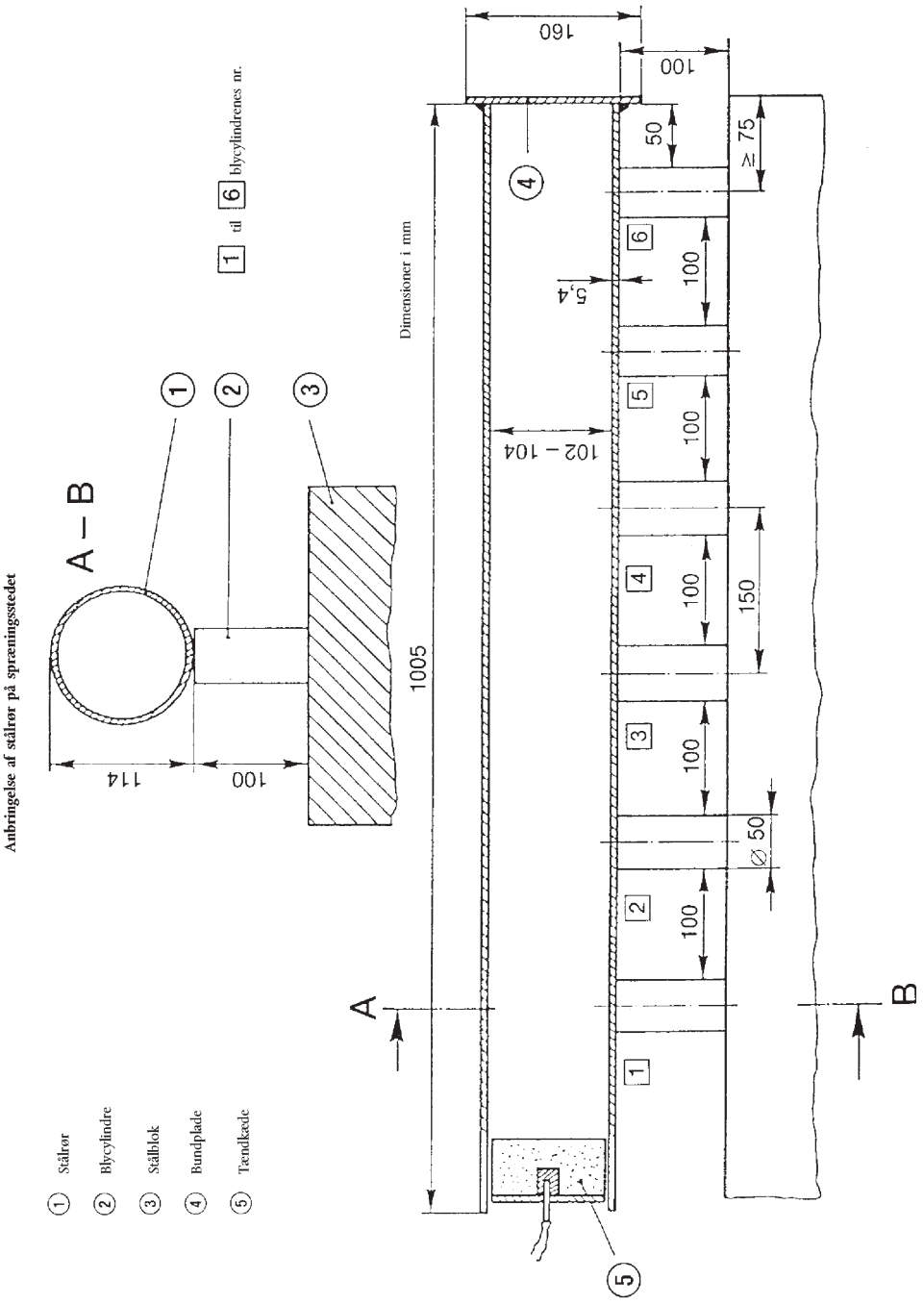
Tændkæde med central initiering



1. Stålrør
2. Træskive
3. Plast- eller paphylster
4. Træstift
5. Plastik sprængstof
6. Presset tændlegeme
7. Prøve
8. Hul med diameter på ∅ 4 mm til sikringssplit (9)
9. Sikringssplit
10. Stempel af træ til stampning af (5)

Figur 2

▼B


Anbringelse af stålrør på spræningsstedet
A – B
1 til 6 blycylindrenes nr.
Dimensioner i mm
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
150
∅ 50
114
100
A
B
1 Stålrør
2 Blycylindre
3 Stålblok
4 Bundplade
5 Tændkæde

Figur 3

▼B

BILAG IV

METODER TIL STIKPRØVEUDTAGNING OG ANALYSE

A. METODE TIL UDTAGNING AF PRØVER VED KONTROL AF GØDNING

INDLEDNING

Korrekt prøveudtagning er vanskeligt at udføre og kræver stor omhu. Nødvendigheden af at opnå en tilstrækkelig repræsentativ prøve til den officielle kontrol kan derfor ikke pointeres stærkt nok.

Den nedenfor beskrevne metode til prøveudtagning skal nøje følges af sagkyndige med erfaring i traditionel prøveudtagning.

1. **Formål og anvendelsesområde**

Prøver, som er bestemt til officiel kontrol af gødningers kvalitet og sammensætning, udtages i overensstemmelse med de nedenfor anførte metoder: De således fremkomne prøver skal betragtes som repræsentative for de pågældende partier.

2. **Autoriserede prøveudtagere**

Prøverne skal udtages af specialister, som af medlemsstaterne er autoriserede hertil.

3. **Definitioner**

Parti: En gødningsmængde, som udgør en enhed, og som efter sine egenskaber må antages at være ensartet.

Enkeltprøve: En mængde, som er udtaget på et enkelt sted i partiet.

Samleprøve: Et samlet, forenet antal enkeltprøver, udtaget af samme parti.

Reduceret prøve: En repræsentativ del af en samleprøve, fremkommet ved reduktion af denne.

Slutprøve: En repræsentativ del af den reducerede prøve.

4. **Apparatur**

4.1. Det apparatur, som skal anvendes til prøveudtagning, skal være udført i materialer, som ikke ændrer egenskaberne hos de produkter, hvoraf der skal udtages prøver. Medlemsstaterne kan officielt godkende sådant apparatur.

4.2. *Anbefalet apparatur til udtagning af prøver fra gødninger i fast form*

4.2.1. Manuel prøveudtagning

4.2.1.1. Skovl med flad bund og lodrette sider.

4.2.1.2. Søger med lang spalte eller søger inddelt i kamre. Søgerens dimensioner skal være afpasset til de forhold, hvorunder partiet befinder sig (f.eks. beholderens dybde, sækkenes dimensioner osv.), og efter størrelsen af de partikler, som gødningen består af.

4.2.2. Mekanisk prøveudtagning

Godkendt mekanisk apparatur kan anvendes til udtagning af prøver af gødninger i bevægelse.

4.2.3. Mekanisk prøvedeler

Apparatur, som deler prøven i omtrent lige store dele, kan bruges til udtagning af enkeltprøver og fremstilling af reducerede prøver og slutprøver.

4.3. *Anbefalet apparatur til udtagning af prøver fra flydende gødninger*

4.3.1. Manuel prøveudtagning

Åbent rør, probe, flaske eller andet egnet udstyr, hvormed der tilfældigt kan udtages prøver af partiet.

▼B

4.3.2. Mekanisk prøveudtagning

Godkendt mekanisk apparatur kan anvendes til udtagning af prøver af flydende gødninger i bevægelse.

5. **Kvantitative krav**

5.1. *Parti*

Størrelsen af partiet skal være således, at der kan udtages prøver af alle de dele, som partier består af.

5.2. *Enkeltprøver*

5.2.1. Ikke emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere med over 100 kg

5.2.1.1. Partier på højst 2,5 tons

Mindste antal enkeltprøver: syv

5.2.1.2. Prøver på over 2,5 tons og op til 80 tons:

Mindste antal enkeltprøver $\sqrt{20 \text{ x antallet af ton der udgør prøven}}$ (1)

5.2.1.3. Partier større end 80 tons

Mindste antal enkeltprøver: 40

5.2.2. Emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere (pakninger) med ikke over 100 kg hver

5.2.2.1. Pakninger på over 1 kg

5.2.2.1.1. Partier på 1-4 pakninger:

Mindste antal enkeltprøver (2): alle pakninger.

5.2.2.1.2. Partier på 5-16 pakninger:

Mindste antal enkeltprøver (2): fire.

5.2.2.1.3. Partier på 17-400 pakninger:

Mindste antal enkeltprøver (2):
$\sqrt{\text{antallet af enkeltprøver der udgør prøven}}$ (2)

5.2.2.1.4. Partier på over 400 pakninger:

Mindste antal enkeltprøver (2): 20.

5.2.2.2. Pakninger på 1 kg og derunder:

Mindste antal enkeltprøver (2): fire.

5.3. *Samleprøve*

Der skal være en samleprøve for hvert parti. Den samlede mængde af enkeltprøver, der udgør samleprøven, må ikke være mindre end følgende mængder:

5.3.1. Ikke emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere med over 100 kg: 4 kg.

5.3.2. Emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere (pakninger) med ikke over 100 kg hver

5.3.2.1. Pakninger på over 1 kg: 4 kg

5.3.2.2. Pakninger på ikke over 1 kg: massen af indholdet af 4 originale pakninger.

5.3.3. Ammoniumnitratgødninger, hvoraf der er udtaget prøver i overensstemmelse med Bilag III.2: 75 kg

5.4. *Slutprøver*

Slutprøven udtages af samleprøven, om nødvendigt efter reduktion af denne. Der kræves analyse af mindst én slutprøve. Massen af slutprøven, der skal analyseres, må ikke være mindre end 500 g.

5.4.1. Gødninger i fast form og flydende gødning

(1) Når den fremkomne størrelse er et brøktal, afrundes til nærmeste højere hele tal.
(2) For pakninger, hvis indhold ikke overstiger 1 kg, udgør en enkeltprøve indholdet i en original pakning.

▼B

5.4.2. Prøveudtagning af ammoniumnitratgødning

Slutprøven udtages af samleprøven, om nødvendigt efter reduktion af denne.

5.4.2.1. Mindste masse af slutprøven til prøvning efter bilag III 1: 1 kg

5.4.2.2. Mindste masse af slutprøven til prøvning efter bilag III.2: 25 kg

6. **Fremgangsmåde ved udtagning, klargøring og emballering af prøverne**

6.1. *Generelt*

Prøverne skal udtages og klargøres så hurtigt som muligt under hensyntagen til de forholdsregler, som er nødvendige for at sikre, at de forbliver repræsentative for gødningerne, de er udtaget af. Instrumenter og overflader, som prøverne kommer i berøring med, såvel som beholdere, der er beregnet til at rumme prøverne, skal være rene og tørre.

For flydende gødninger skal partiet om muligt omrøres før prøveudtagningen.

6.2. *Enkeltprøver*

Enkeltprøver skal udtages tilfældigt fra hele partiet. Deres størrelse skal være tilnærmelsesvis ens.

6.2.1. Ikke emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere med over 100 kg

Partiet opdeles imaginært i et antal omtrent lige store dele. Der udvælges tilfældigt et antal dele svarende til det krævede antal enkeltprøver, jf. 5.2, og der udtages mindst en prøve fra hver af disse dele. Hvor det ved udtagning af prøven i gødningsbunken eller af flydende gødning i beholdere med over 100 kg ikke er muligt at overholde kravene i punkt 5.1, skal prøveudtagningen udføres, mens partiet er i bevægelse (bliver læsset eller losset). I dette tilfælde skal prøverne udtages i tilfældigt valgte, imaginært opdelte dele, som defineret ovenfor, medens disse er i bevægelse.

6.2.2. Emballerede gødninger i fast form eller flydende gødninger i beholdere (pakninger) med ikke over 100 kg hver

Efter at det i 5.2 fastsatte antal pakninger til prøveudtagning er udvalgt, udtages en del af indholdet af hver pakning. Om nødvendigt skal prøverne udtages, efter at pakningerne er tømt hver for sig.

6.3. *Fremstilling af samleprøven*

Enkeltprøverne sammenblandes, så de udgør en enkelt samleprøve.

6.4. *Fremstilling af slutprøven*

Samleprøven blandes omhyggeligt ([1]).

Om nødvendigt reduceres samleprøven til mindst 2 kg (reduceret prøve) enten ved at bruge en mekanisk deler eller firedelingsmetoden.

Der udtages mindst tre slutprøver, der tilnærmelsesvis vejer det samme, og som opfylder de kvantitative krav i 5.4. Hver prøve anbringes i en egnet lufttæt beholder. Alle nødvendige forholdsregler tages for at undgå, at prøvens egenskaber ændres.

Slutprøver til prøvning efter bilag III, afdeling 1 og 2, skal opbevares ved en temperatur på mellem 0 og 25 °C.

7. **Emballering af slutprøver**

Beholdere eller pakninger plomberes og forsynes med etikette (etiketten skal omfattes af plomberingen) på en sådan måde, at beholderne eller pakningerne ikke kan åbnes, og etiketten ikke fjernes, uden at plomben beskadiges.

8. **Registrering af prøveudtagningen**

Hver prøveudtagning skal registreres, således at hvert parti, hvoraf prøver er udtaget, utvetydigt kan identificeres.

([1]) Eventuelle klumper findeles (om nødvendigt ved at udskille dem og derpå føre dem tilbage til samleprøven).

▼B

9. **Prøvernes bestemmelsessted**

For hvert parti sendes mindst én slutprøve så hurtigt som muligt til et autoriseret analyselaboratorium eller til prøvningsinstituttet sammen med de for analysen eller prøvningen nødvendige oplysninger.

B. ANALYSEMETODER FOR GØDNINGER

(Se indholdsfortegnelsen s. 2)

Almindelige bemærkninger

Laboratorieudstyr

Det almindelige laboratorieudstyr er ikke angivet i metodebeskrivelserne, undtagen hvor det drejer sig om kolber eller pipetter med et givet rumfang. Som almindeligt gældende skal laboratorieudstyret være vel rengjort, især ved bestemmelser af meget små mængder stof.

Kontrolprøve

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden ved den anvendte fremgangsmåde ved at analysere veldefinerede kemiske forbindelser (f.eks. ammoniumsulfat, kaliumdihydrogenfosfat, osv.). Alligevel kan de analyserede gødninger bestå af kemiske forbindelser, der kan interferere på bestemmelserne, dersom fremgangsmåden ikke følges nøjagtigt. Et vist antal af bestemmelserne er rent konventionelle og afhængige af produkternes komplekse kemiske sammensætning. Det anbefales i den udstrækning, det er muligt for laboratoriet, at anvende referenceprøver af veldefineret sammensætning eller med veldefinerede specifikationer.

Generelle bestemmelser vedrørende analysemetoder for gødninger

1. Reagenser

Medmindre andet er præciseret i analysemetoden, skal samtlige reagenser være analyseren (a.p.). Til analyse af mikronæringsstoffer bør reagensernes renhed kontrolleres ved en blindprøve. Alt efter det opnåede resultat vil det kunne være nødvendigt at foretage en supplerende rensning.

2. Vand

Hvis der i analysemetoderne henvises til opløsning, fortynding, skylning eller vaskning uden nærmere præcisering af opløsnings- eller fortyndingsmidlets art, implicerer dette, at der skal bruges vand. Normalt bør vandet være demineraliseret eller destilleret. I særlige tilfælde, som er angivet i analysemetoden, skal vandet underkastes specifikke rensningsprocesser.

3. Laboratorieudstyr

Under hensyntagen til kontrollaboratoriets sædvanlige udstyr begrænser det i analysemetoderne beskrevne apparatur sig til specielle instrumenter og apparater, eller til instrumenter og apparater, som stiller særlige krav. Udstyret bør være fuldstændigt rent, især ved bestemmelsen af små mængder. Når der er tale om målekolber og måleglas, bør laboratoriet sikre sig, at disse er nøjagtige ved sammenligning med passende metrologiske standarder.

Metode 1

Prøveforberedelse

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter fremgangsmåden ved forbehandling af analyseprøven.

2. **Princip**

Tilberedningen af en slutprøve, modtaget i laboratoriet, består af den række operationer, sædvanligvis sigtning, findeling og blanding, udført på en sådan måde, at:

— på den ene side, den mindste af de vægtmængder, der er fastsat i analysemetoderne, er repræsentativ for slutprøven, og

— på den anden side, finheden af gødningen ikke under tilberedningen kan være blevet ændret på en sådan måde, at det mærkbart påvirker opløseligheden i de forskellige ekstraktionsreagenser.

▼B

3. **Apparatur**

Prøvedeler (valgfri).

Sigter med maskevidder på 0,2 mm og 0,5 mm.

250 ml-flasker med lufttæt lukning.

Morter med porcelænspistil eller en mølle.

4. **Valg af behandlingsmåde**

Indledende bemærkning

Hvis prøven egner sig til det, opbevares kun en repræsentativ del af slutprøven.

4.1. *Slutprøver, som ikke må findeles*

Kalksalpeter, calciummagnesiumsalpeter, natriumnitrat, chilesalpeter, calciumcyanamid, nitratholdigt calciumcyanamid, ammoniumsulfat, ammoniumnitrat med over 30 % N, urea, thomasphosphat, delvist oplukket råphosphat, dicalciumphosphat, glødephosphat, aluminiumcalciumphosphat, blødt råphosphat.

4.2. *Slutprøver, der skal opdeles og en del deraf derpå findeles*

Det drejer sig om produkter, på hvilke der skal foretages visse bestemmelser uden forudgående findeling (f.eks. af finhedsgrad) og andre bestemmelser efter findeling. Hertil hører alle sammensatte gødninger, indeholdende følgende phosphatforbindelser: thomasphosphat, aluminiumcalciumphosphat, glødephosphat, blødt råphosphat og delvist oplukket råphosphat. Denne opdeling af slutprøven i to så vidt muligt identiske fraktioner udføres med en prøvedeler eller efter fjerdedelsmetoden.

4.3. *Slutprøver, hvor alle bestemmelser skal udføres på et findelt produkt*

Findelingen kan begrænses til en repræsentativ del af slutprøven. Dette omfatter alle gødninger på listen, undtagen de under pkt. 4.1 og 4.2 nævnte.

5. **Fremgangsmåde**

Den del af slutprøven, der omtales under punkterne 4.2 og 4.3 sigtes hurtigt på en sigte med 0,5 mm maskevidde. Sigteresten findeles let — således at der opnås et produkt, som indeholder så få fine bestanddele som muligt — og sigtes derefter. Yderligere skal findelingen gennemføres under sådanne betingelser, at der ikke sker nogen mærkbar opvarmning af materialet. Denne operation gentages, indtil der ikke er nogen sigterest tilbage. Desuden må der arbejdes så hurtigt som muligt for at undgå enhver optagelse eller afgivelse af materiale (vand, ammoniak). Alt findelt og sigtet materiale anbringes i en ren flaske, som lukkes lufttæt.

Forud for enhver afvejning til analyse skal hele prøven omhyggeligt blandes.

6. **Specielle tilfælde**

a) Gødninger indeholdende to eller flere slags krystaller

I dette tilfælde sker der ofte en sortering. Det er derfor absolut nødvendigt at findele og sigte prøven gennem en sigte med 0,2 mm maskevidde. Eksempel: blanding af ammoniumphosphat og kaliumnitrat. For disse produkters vedkommende anbefales det at findele hele slutprøven.

b) Sigterester, som er vanskelige at findele, og som ikke indeholder plantenæringsstoffer

Sigteresten vejes, og der tages hensyn til dens masse ved beregningen af slutresultatet.

c) Produkter, som let dekomponeres ved opvarmning

Findelingen skal udføres på en sådan måde, at enhver opvarmning undgås. Det må i dette tilfælde foretrækkes at foretage findelingen i en morter. For eksempel: sammensatte gødninger, indeholdende calciumcyanamid eller urea.

d) Produkter, som er usædvanligt fugtige, eller som bliver pastaagtige ved findeling

For at sikre ensartethed vælges en sigte med den mindste maskevidde, der kan bruges, når klumperne knuses med hånd eller

▼B

pistil. Dette kan gælde blandinger, hvor nogle bestanddele indeholder krystalvand.

Metode 2

Kvælstof

Metode 2.1

Bestemmelse af ammoniumkvælstof

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af ammoniumkvælstof.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle kvælstofholdige gødninger — sammensatte gødninger indbefattet — hvor kvælstof udelukkende findes som ammoniumforbindelse eller ammonium — og nitratforbindelser.

Metoden kan ikke anvendes på gødninger, som indeholder urea, cyanamid eller andre organiske kvælstofforbindelser.

3. **Princip**

Ammoniakken frigøres med et overskud af natriumhydroxid, destilleres og bindes i en kendt mængde svovlsyre-titrervæske. Syreoverskuddet tilbagetitreres med en natrium eller kaliumhydroxid-titrervæske.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) + 1 rumfang vand.

4.2. Svovlsyre: 0,05 mol/l

4.3. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri } til variant a.

4.4. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.5. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri } til variant b (se note 2).

4.6. Svovlsyre: 0,25 mol/l

4.7. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri } til variant c (se note 2).

4.8. Natriumhydroxid, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri.

4.9. *Indikatoropløsninger:*

4.9.1. Indikatorblanding.

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.9.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.10. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet.

4.11. Ammoniumsulfat til analyse.

▼B

5. **Apparatur**

5.1. Destillationsapparat, bestående af en passende stor rundbundet kolbe forsynet med en effektiv dråbefanger, der er forbundet til et svalerør.

Note 1

De forskellige apparattyper, som er godkendt til denne bestemmelse, er med alle konstruktionsdata gengivet på figurerne 1, 2, 3 og 4.

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

5.3. Målekolbe på 500 ml.

5.4. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Analysemetode**

7.1. *Fremstilling af opløsningen*

Prøvens opløselighed i vand ved stuetemperatur i forholdet 2 % (vægt/rumfang) undersøges. Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes — ifølge tabel 1 — en mængde på 5 eller 7 eller 10 g af den forbehandlede analyseprøve, som derpå overføres til en 500 ml målekolbe. Alt efter resultatet af opløselighedsforsøget fortsættes på følgende måde:

a) Produkter, som er helt opløselige i vand

Kolben tilsættes en vandmængde, der er tilstrækkelig til at opløse prøven, omrystes, og efter at prøven er helt opløst, fyldes op til mærket og blandes omhyggeligt.

b) Produkter, som ikke opløses fuldstændigt i vand

Kolben tilsættes 50 ml vand og derpå 20 ml saltsyre (4.1), hvorefter det omrystes og henstår, indtil en eventuel kuldioxidudvikling helt er ophørt. Derpå tilsættes yderligere 400 ml vand, og der omrystes en halv time i rotationsapparat. Kolben fyldes op til mærket med vand, indholdet blandes og filtreres på et tørt filter over i en tør beholder.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Alt efter den valgte variant tilsættes forlagskolben en nøjagtigt afmålt mængde svovlsyre-titrervæske, som angivet i tabel 1. Derpå tilsættes en passende mængde af den valgte indikatoropløsning (4.9.1 eller 4.9.2) og om nødvendigt vand for at opnå et rumfang på mindst 50 ml. Forlængerstykket forbundet til svaleren skal udmunde under væskeoverfladen i forlaget.

Af den klare opløsning udtages med pipette en alikvot del ([1]) (angivet i tabellen), som overføres til kogekolben. Der tilsættes vand til et samlet rumfang på ca. 350 ml samt lidt pimpsten for at hindre stødkogning.

Destillationsapparatet samles. Under tilstrækkelige forholdsregler mod ethvert tab af ammoniak tilsættes kogekolben 10 ml koncentreret natriumhydroxidopløsning (4.8). Hvor der er anvendt 20 ml saltsyre 1 + 1 (4.1) til opløsning af prøven tilsættes 20 ml koncentreret natriumhydroxidopløsning (4.8). Kogekolben opvarmes langsomt for at undgå en for voldsom kogning. Når kogningen er begyndt, destilleres med en hastighed på ca. 100 ml destillat pr. 10-15 minutter, indtil det samlede destillat udgør ca. 250 ml. ([2]). Når der ikke længere er risiko for tab af ammoniak, sænkes forlaget således at forlængerstykket på svaleren munder ud over væskeoverfladen.

Ved hjælp af en passende reagens kontrolleres det destillat, som kommer over, for at sikre at al ammoniak er destilleret. Svalerens endestykke vaskes med lidt vand, og syreoverskuddet titreres med den titreropløsning af natrium- eller kaliumhydroxid, der er foreskrevet for den valgte variant (se note 2).

([1]) Den omtrentlige mængde af ammoniumkvælstof i den alikvote del, som er udtaget efter tabellen, vil være ca:
— 0,05 g for variant a,
— 0,10 g for variant b,
— 0,20 g for variant c.

([2]) Svaleren skal indstilles på en sådan måde, at der sikres en fortsat strøm af kondensat. Destillationen bør gennemføres på 30-40 minutter.

▼B

Note 2

Til tilbagetitreringen kan anvendes titreropløsninger med andre styrker på betingelse af, at de rumfang, der benyttes ved titreringen, ikke overstiger 40-45 ml.

7.3. *Blindprøve*

Der gennemføres en blindanalyse under samme betingelser; ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde af en frisk fremstillet opløsning af ammoniumsulfat (4.11), indeholdende det maksimale kvælstofindhold foreskrevet for den valgte variant.

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som procent ammoniumkvælstof i gødningen, som denne er modtaget til analyse.

9. **Bilag**

Som anført i note 1 i 5.1 (apparatur) viser figurerne 1, 2, 3 og 4 de forskellige apparattyper, der er anvendt i dette dokument, med angivelse af konstruktionsdata

Tabel 1

Bestemmelse af ammoniumkvælstof og ammonium- og nitratkvælstof i gødninger

Tabel over vægtmængde, fortynding og beregning for hver af varianterne a, b og c

Variant a

Højst ca. 50 mg kvælstof til destillation

50 ml 0.1 mol/l svovlsyre som forlag

Tilbagetitrering med 0,1 mol/l NaOH eller KOH

Angivet indhold i gødningen % N	Vægtmængde (g)	Fortynding (ml)	Udtages til destillation (ml)	Angivelse af resultat [a] (% 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

[a] Til formlen til angivelse af resultatet:
— 50 eller 35 = ml svovlsyre-titrervæske som forlag
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid anvendt under tibagetitreringen
— F = faktor omfattende vægtmængden, fortyndingen, den udtagne alikvote mængde til destillation og den volumetriske ækvivalent.

Variant b

Højst ca. 100 mg kvælstof til destillation

50 ml 0,2 mol/l svovlsyre som forlag

Tilbagetitrering med 0,2 mol/l NaOH eller KOH

Angivet indhold i gødningen (% N)	Vægtmængde (g)	Fortynding (ml)	Udtages til destillation (ml)	Angivelse af resultat [a] (% N = (50 - A) F)
0-5	10	500	100	(50 — A) × 0.14
5-10	10	500	50	(50 — A) × 0.28

▼B

Angivet indhold i gødningen (% N)	Vægtmængde (g)	Fortynding (ml)	Udtages til destillation (ml)	Angivelse af resultat [a] (% N = (50 - A) F)
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

[a] Til formlen til angivelse af resultatet:
— 50 eller 35 = ml svovlsyre-titrervæske som forlag
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid anvendt under tibagetitreringen
— F = faktor omfattende vægtmængden, fortyndingen, den udtagne alikvote mængde til destillation og den volumetriske ækvivalent.

Variant c

Højst ca. 200 mg kvælstof til destillation

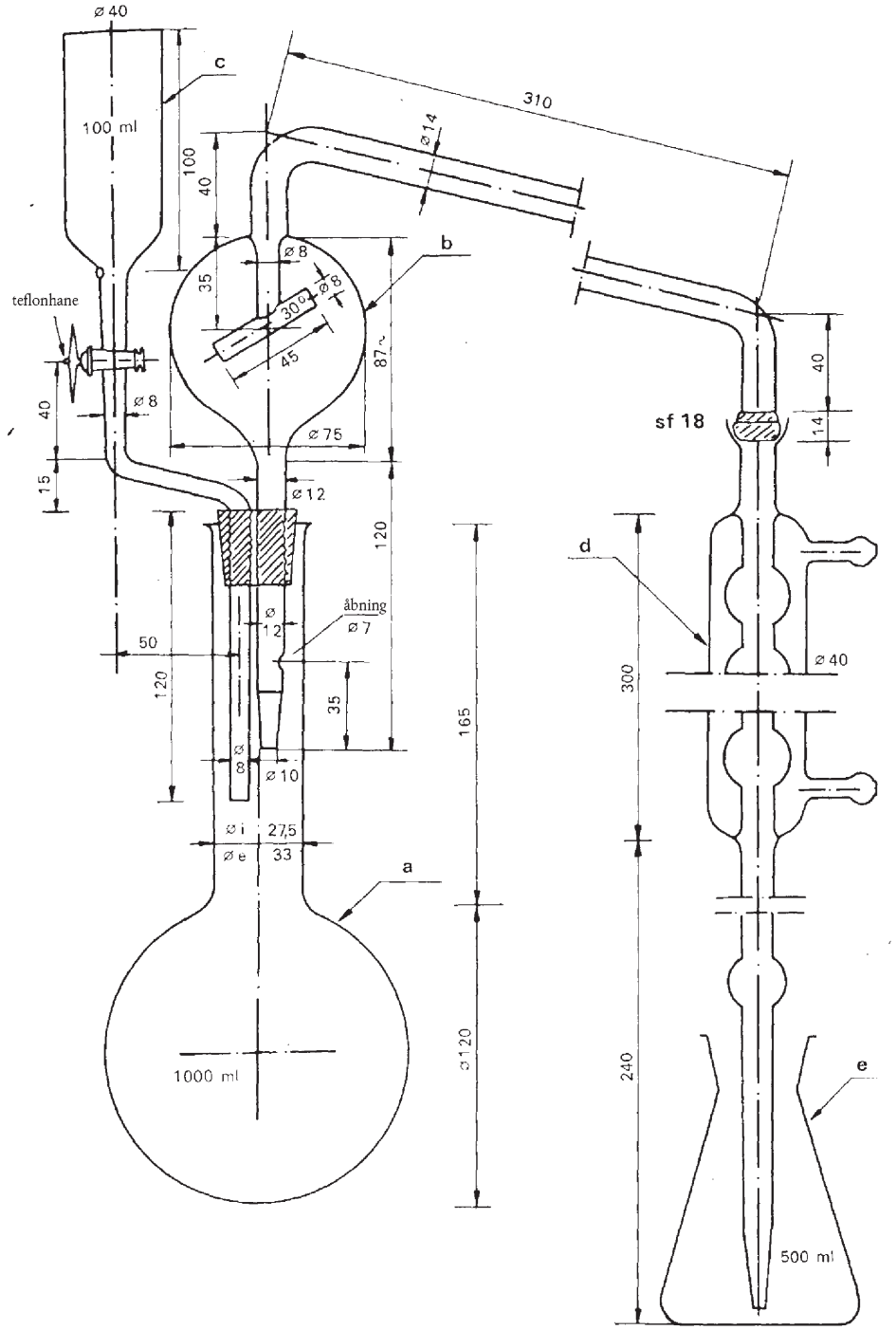
35 ml 0,25 mol/l svovlsyre som forlag

Tilbagetitrering med 0,5 mol/l NaOH eller KOH

Déclaration (% N)	Vægtmængde (g)	Fortynding (ml)	Udtages til destillation (ml)	Angivelse af resultat [a] (% N = (35 - 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

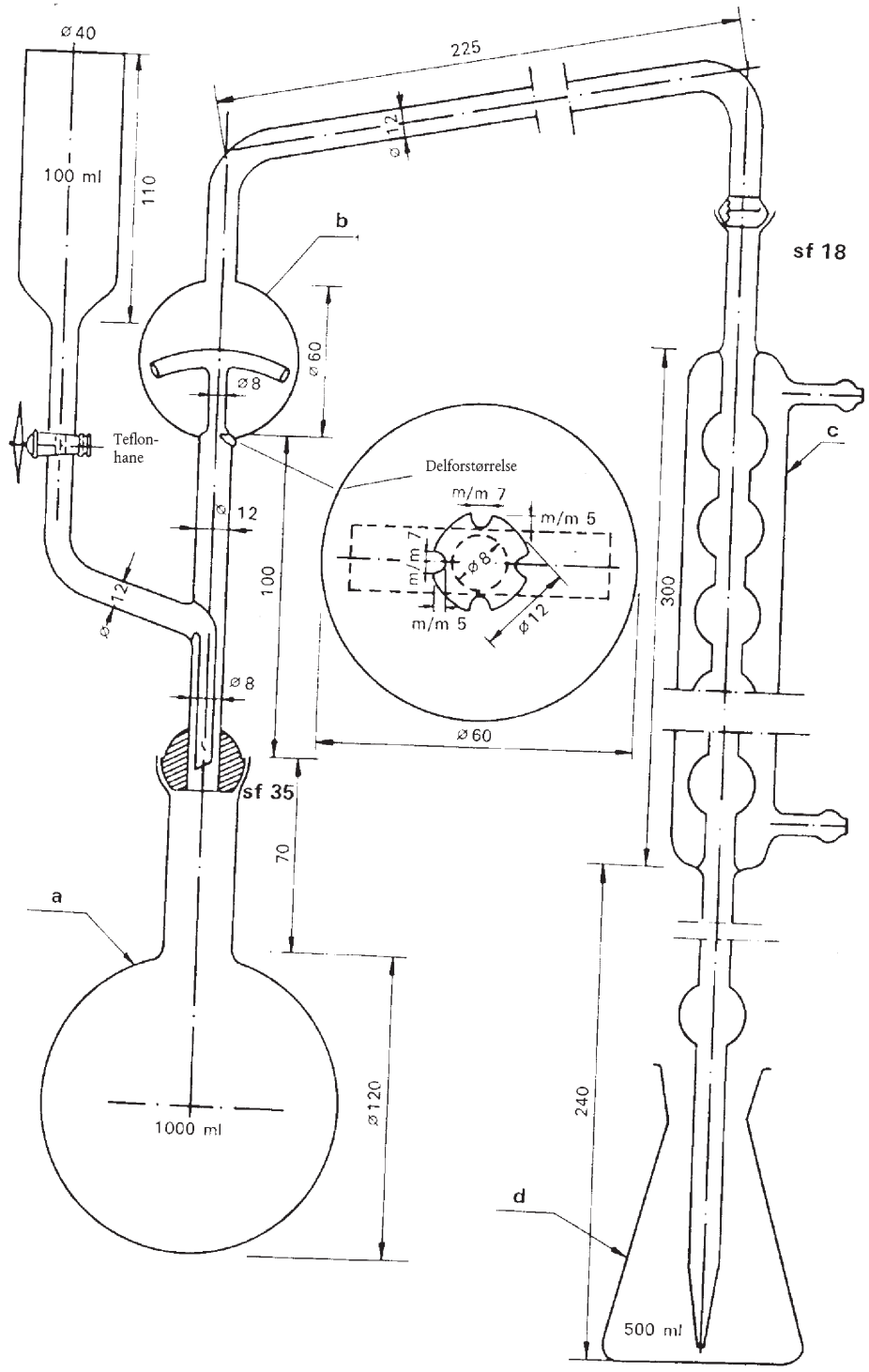
[a] Til formlen til angivelse af resultatet:
— 50 eller 35 = ml svovlsyre-titrervæske som forlag
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid anvendt under tibagetitreringen
— F = faktor omfattende vægtmængden, fortyndingen, den udtagne alikvote mængde til destillation og den volumetriske ækvivalent.

▼B


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

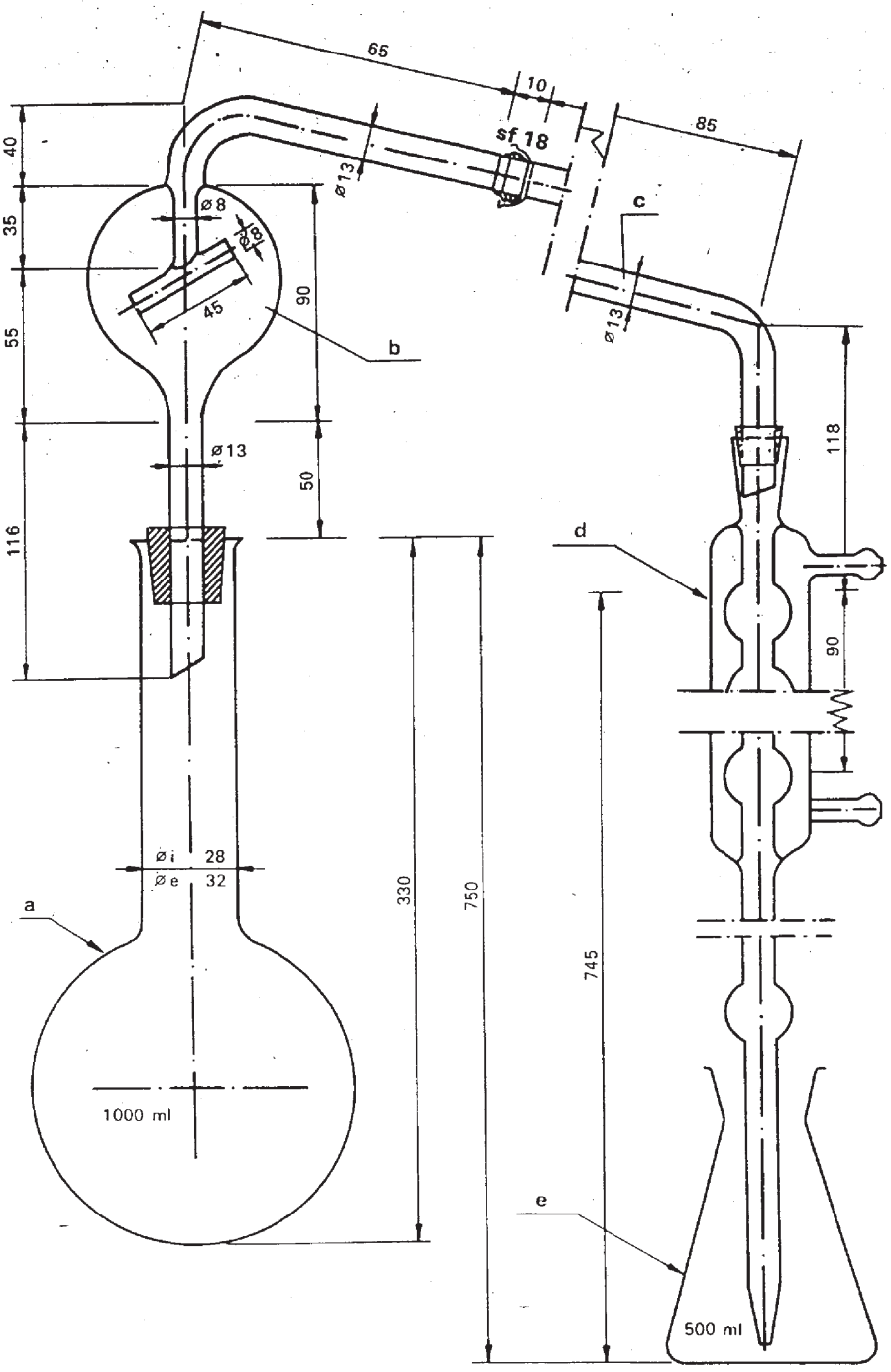
Figur 1

▼B


ø 40
100 ml
110
225
ø 12
b
sf 18
ø 60
ø 8
Teflon-
hane
Delforstørrelse
m/m 7
m/m 5
ø 8
ø 12
c
ø 12
100
300
ø 8
ø 60
sf 35
70
a
ø 120
1000 ml
240
d
500 ml

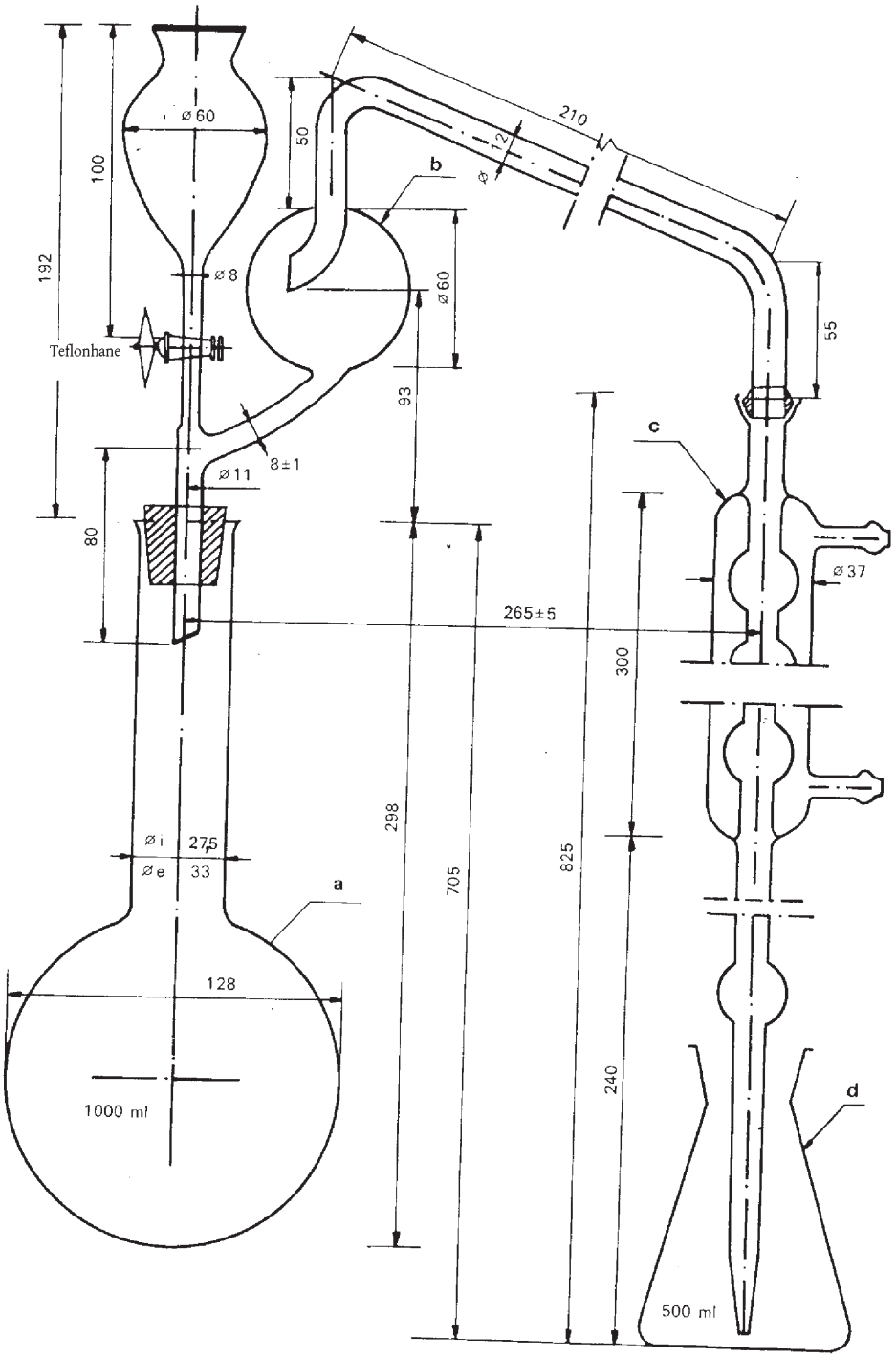
Figur 2

▼B


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

Figur 3

▼B


ø 60
100
192
50
210
12
b
ø 8
ø 60
55
Teflonhane
93
c
8±1
ø 11
80
ø 37
265±5
300
298
705
825
ø i
275
ø e
33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

Figur 4

▼B

Tegnforklaring til figurerne 1, 2, 3 og 4

Figur 1

a) Rundbundet kolbe på 1 000 ml med lang hals.

b) Destillationsrør med dråbefanger, forbundet til svaleren med kugleslib (»18«). (Kugleslibet kan erstattes af et passende stykke gummislange).

c) Tragt med teflonhane til påfyldning af natriumhydroxid (hanen kan ligeledes erstattes med et stykke gummislange).

d) Kuglesvaler (6 kugler) med kugleslib (»18«) foroven og ved hjælp af et lille stykke gummislange forneden forlænget med en glasspids (når tilslutningen mellem destillationsrør og svaleren udgøres af et stykke gummislange, erstattes kugleslibet af en krave med passende diameter).

e) 500 ml kolbe til opsamling af destillatet.

Apparaturet er udført i glas, som ikke under de anvendte forhold afgiver basiske stoffer til destillatet.

Figur 2

a) Rundbundet kolbe på 1 000 ml med kort hals og kugleslib (»35«).

b) Destillationsrør med dråbefanger forsynet med kugleslib (»35«) på indgangssiden og kugleslib (»18«) på udgangssiden og via et siderør forbundet til en tragt med teflonhane til natriumhydroxidtilsætning.

c) Kuglesvaler (6 kugler) med kugleslib (»18«) foroven og ved hjælp af et lille stykke gummislange forneden forlænget med en glasspids.

d) 500 ml kolbe til opsamling af destillatet.

Apparaturet er udført i glas, som ikke under de anvendte forhold afgiver basiske stoffer til destillatet.

Figur 3

a) Rundbundet kolbe på 750 eller 1 000 ml med lang hals og krave.

b) Destillationsrør med dråbefanger og kugleslib (»18«) ved udgangen.

c) Vinkelbøjet rør med kugleslib (»18«) på indgangssiden og et »næb« på udgangssiden (forbindelsen til destillationsrøret kan ligeledes gennemføres ved hjælp af et forbindelsesstykke af gummi i stedet for kugleslibet).

d) Kuglesvaler (6 kugler) på udgangssiden forbundet til et forlængerstykke af glas ved hjælp af et mellemstykke af gummi.

e) 500 ml kolbe til opsamling af destillatet.

Apparaturet er udført i glas, som ikke under de anvendte forhold afgiver basiske stoffer til destillatet.

Figur 4

a) Rundbundet kolbe på 1 000 ml med lang hals og krave.

b) Destillationsrør med dråbefanger og kugleslib (»18«) på udgangssiden, og som ved hjælp af et siderør er forbundet til en tragt med teflonhane med henblik på tilførsel af natriumhydroxid (som erstatning for kugleslibet kan ligeledes benyttes et passende forbindelsesstykke af gummi; hanen kan erstattes med forbindelsesstykke af gummi, forsynet med en gummiklemhane af passende størrelse).

c) Kuglesvaler (6 kugler) med kugleslib (»18«) på indgangssiden og på udgangssiden forbundet til et forlængerstykke af glas ved hjælp af et forbindelsesstykke af gummi (når forbindelsen til destillationsrøret er gennemført ved hjælp af en gummislange, erstattes kugleslibet af en krave med passende diameter).

d) 500 ml kolbe til opsamling af destillatet.

Apparaturet er udført i glas, som ikke under de anvendte forhold afgiver basiske stoffer til destillatet.

▼B

Metode 2.2

Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof

Metode 2.2.1

Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter ulsch

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter reduktion efter Ulsch.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle kvælstofholdige gødninger — sammensatte gødninger indbefattet — hvor kvælstof udelukkende findes som nitrater eller nitrat- og ammoniumforbindelser.

3. **Princip**

Reduktion af nitrat og af eventuelt tilstedeværende nitrit til ammoniumforbindelser ved hjælp af metallisk jern i surt miljø. Ammoniakken frigøres ved tilsætning af overskud af natriumhydroxid, destilleres og bindes i en kendt mængde svovlsyre-titrervæske. Syreoverskuddet tilbagetitreres med natrium- eller kaliumhydroxidtitrervæske.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand, fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang HCl (d_{20} = 1,18 g /ml) + 1 rumfang vand.

4.2. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.3. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri

4.4. Svovlsyreopløsning, indeholdende ca. 30 % W/V H_2SO_4, ammoniakfri

4.5. Ferrum reductum (den foreskrevne jernmængde skal kunne reducere mindst 0,05 g nitratkvælstof)

4.6. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri

4.7. *Indikatoropløsninger*

4.7.1. Indikatorblanding

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.7.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt.

Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.8. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet.

4.9. Natriumnitrat til analyse

5. **Apparatur**

Se metode 2.1 »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1 »Prøveforberedelse«.

7. **Analysemetode**

7.1. *Fremstilling af opløsningen*

Se metode 2.1 »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

▼B

7.2. *Fremgangsmåde*

Som forlag afpipetteres 50 ml svovlsyre-titrervæske (4.2), som angivet for variant a i tabellen til metode 2.1, og derefter tilsættes en passende mængde af den valgte indikatoropløsning (4.7.1 eller 4.7.2). Forlængerstykket på svaleren skal udmunde under væskeoverfladen i forlaget.

Af den klare opløsning udtages med pipette en alikvot del, (angivet for variant a i tabellen til metode 2.1), som overføres til kogekolben. 350 ml vand og 20 ml 30 % svovlsyre (4.4) tilsættes kogekolben og efter omrystning tilsættes 5 g ferrum reductum (4.5). Kolbehalsen skylles med få ml vand og en lille, langstilket glastragt anbringes i kolbehalsen. Kogekolben anbringes på kogende vandbad 1 time, hvorefter tragtens stilk skylles med få ml vand.

Under tilstrækkelige forholdsregler mod et hvert tab af ammoniak tilsættes kogekolben 50 ml koncentreret natriumhydroxidopløsning (4.6). Hvor der er anvendt 20 ml saltsyre 1 + 1 (4.1) til opløsning af prøven, tilsættes 60 ml koncentreret natriumhydroxidopløsning (4.6). Destillationsapparatet samles. Derpå destilleres ammoniakken som beskrevet i metode 2.1.

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde indeholdende 0,045-0,050 g kvælstof af en frisk fremstillet opløsning af natriumnitrat (4.9).

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som procent nitratkvælstof eller nitrat- og ammoniumkvælstof i gødningen, som denne er modtaget til analyse.

Metode 2.2.2

Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter Arnd

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter reduktion efter Arnd, tilpasset de tre varianter a, b og c).

2. **Anvendelsesområde**

Se metode nr. 2.2.1.

3. **Princip**

Reduktion af nitrat og af eventuelt tilstedeværende nitrit til ammoniumforbindelser i en neutral vandig opløsning ved hjælp af en metallegering, bestående af 60 % kobber (Cu) og 40 % magnesium (Mg) (Arnds legering) under tilstedeværelse af magnesiumchlorid ($MgCl_2$).

Ammoniakken destilleres og bindes. Syreoverskuddet tilbagetitreres med natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang HCl (d = 1,18) + 1 rumfang vand.

4.2. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.3. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri

} til variant a.

4.4. Svovlsyre: 0,2 mol/l

4.5. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri

} til variant b (se note 2, metode 2.1).

▼B

4.6. Svovlsyre: 0,5 mol/l

4.7. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri

} til variant c (se note 2, metode 2.1).

4.8. Natriumhydroxidopløsning: ca. 2 mol/l.

4.9. Arnds legering til analyse: kornstørrelse under 1,0 mm.

4.10. *20 % magnesiumchloridopløsning*

200 g magnesiumchlorid ($MgCl_2$. $6H_2O$) til analyse hældes i en fladbundet kolbe på 1 liter og opløses i ca. 600-700 ml vand. For at hindre skumdannelse tilsættes 15 g magnesiumsulfat ($MgSO_4$. $7H_2O$).

Når alt er opløst tilsættes 2 g magnesiumoxid og nogle pimpstenskorn, hvorefter suspensionen koncentreres til 200 ml ved kogning (på denne måde uddrives eventuelle spor af ammoniak, som måtte være til stede i reagenserne). Efter afkøling fyldes op til 1 liter mærket og filtreres.

4.11. *Indikatoropløsninger*

4.11.1. Indikatorblanding

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.11.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.11.3. Indikatoropløsning af methylrødt

3,0 g congorødt opløses i 1 liter varmt vand og filtreres om nødvendigt efter afkøling. Denne indikator kan anvendes valgfrit i stedet for de to ovenfor beskrevne ved neutralisationen af sure ekstrakter forud for destillationen, idet der anvendes 0,5 ml for hver 100 ml væske, der skal neutraliseres.

4.12. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

4.13. Natriumnitrat til analyse

5. **Apparatur**

Se metode 2.1 »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Analysemetode**

7.1. *Fremstilling af analyseopløsninger*

Se metode 2.1 »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Alt efter den valgte variant tilsættes forlagskolben en nøjagtig afmålt mængde svovlsyre-titrervæske, som angivet i tabel 1 til metode 2.1. Derpå tilsættes en passende mængde af den valgte indikatoropløsning (4.11.1 eller 4.11.2) og til sidst tilstrækkeligt vand til at opnå et rumfang på mindst 50 ml. Forlængerstykket forbundet til svaleren skal udmunde under væskeoverfladen i forlaget.

Af den klare opløsning udtages med pipette en alikvot del (angivet i tabellen til metode 2.1), som overføres til kogekolben.

Der tilsættes vand til et samlet rumfang på ca. 350 ml (se note 1), 10 g Arnds legering (4.9), 50 ml magnesiumchloridopløsning (4.10) og lidt pimpsten (4.12). Destillationsapparatet samles hurtigt. Der opvarmes svagt i ca. 30 minutter, hvorefter varmetilførselen øges og ammoniakken destillerer over; destillationen skal vare ca. 1 time, hvorefter remanensen i kogekolben skal have antaget en sirupsagtig

▼B

konsistens. Når destillationen er afsluttet, titreres syreoverskuddet i forlaget som beskrevet i metode 2.1.

Note 1

Når gødningsopløsningen er sur (dvs., når der er anvendt 20 ml HCl (1 + 1) (4.1) til at opløse prøven) neutraliseres den alikvote mængde, der er udtaget til analyse, på følgende måde: i kogekolben, som indeholder den udtagne alikvote mængde, hældes ca. 250 ml vand samt den nødvendige mængde indikatoropløsning (4.11.1, 4.11.2 eller 4.11.3) og der omrystes omhyggeligt.

Opløsningen neutraliseres med 0,2 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.8) og gøres sur igen ved tilsætning af en dråbe HCl (1 + 1) (4.1). Derefter fortsættes som angivet under punkt 7.2 (tredje afsnit).

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analysen kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde — indeholdende 0,050-0,150 g nitratkvælstof alt efter den valgte variant — af en frisk fremstillet opløsning af natriumnitrat (4.13).

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode nr. 2.2.1.

Metode 2.2.3

Bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter Devarda

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af nitrat- og ammoniumkvælstof efter reduktion efter Devarda (tilpasset de tre varianter a, b og c).

2. **Anvendelsesområde**

Se metode nr. 2.2.1.

3. **Princip**

Reduktion af nitrat og eventuelt tilstedeværende nitrit til ammoniumforbindelser i en stærk basisk opløsning ved hjælp af en metallegering, sammensat af 45 % aluminium (Al), 5 % zink (Zn) og 50 % kobber (Cu) (Devardas legering). Ammoniakken destilleres og bindes i et kendt rumfang svovlsyre-titrervæske. Syreoverskuddet tilbagetitreres med natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang HCl (d = 1,18) + 1 rumfang vand.

4.2.	Svovlsyre: 0,1 mol/l	til variant a.
4.3.	Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri	
4.4.	Svovlsyre: 0,2 mol/l	til variant b (se note 2, metode 2.1).
4.5.	Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri	
4.6.	Svovlsyre: 0,5 mol/l	til variant c (se note 2, metode 2.1).
4.7.	Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri	

4.8. *Devardas legering til analyse*

Kornstørrelse: 90-100 % under 0,25 mm, 50-75 % under 0,075 mm.

Det tilrådes at anvende emballering i beholder med maksimalt 100 g.

▼B

4.9. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri

4.10. *Indikatoropløsninger*

4.10.1. Indikatorblanding

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.10.2. Indikator af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt.

Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.11. Ethanol, 95-96 %

4.12. Natriumnitrat til analyse

5. **Apparatur**

Se metode 2.1.

5.1. Destillationsapparat bestående af en passende stor rundbundet kolbe, forbundet til en svaler ved hjælp af en destillationstragt med en effektiv dråbefanger. Yderligere er der over forlaget anbragt en vandventil for at hindre eventuelle tab af ammoniak.

Den apparattype, der er godkendt til denne bestemmelse, er vist i bilaget med alle konstruktionsdata (figur 5).

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

5.3. Målekolbe på 500 ml.

5.4. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af analyseopløsninger*

Se metode 2.1 »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Mængden af nitratkvælstof i den alikvote del af opløsningen må ikke være større end den maksimale mængde, der er angivet i tabel 1.

Alt efter den valgte variant tilsættes forlagskolben en nøjagtig afmålt mængde svovlsyre-titrervæske, som angivet i tabel 1. Derpå tilsættes en passende mængde af den valgte indikatoropløsning (4.10.1 eller 4.10.2) og til sidst tilstrækkeligt vand til at opnå et rumfang på 50 ml. Forlængerstykket forbundet til svaleren skal udmunde under væskeoverfladen i forlaget. Forlagskolben forsynes med et boblerør med destilleret vand.

Af den klare opløsning udtages med pipette en alikvot del (angivet i tabel 1 til metode 2.1), som overføres til kogekolben.

Kogekolben tilsættes vand til et samlet rumfang på 250-300 ml, 5 ml ethanol (4.11) og 4 g Devarda-legering (4.8) (se note 2).

Under tilstrækkelige forholdsregler mod et hvert tab af ammoniak tilsættes kogekolben ca. 30 ml 30 % natriumhydroxidopløsning (4.9) og eventuelt yderligere en mængde tilstrækkeligt til at neutralisere den mængde saltsyre 1 + 1 (4.1), der er brugt til opløsning af prøven. Destillationsapparatet samles, og det sikres, at forbindelserne er tætte. Kogekolben rystes med forsigtighed, så indholdet blandes.

Derpå opvarmes svagt, således at hydrogenudviklingen aftager kendeligt efter ca. en halv times forløb og væsken begynder at koge. Destillationen fortsættes nu under kraftigere opvarmning, så mindst

▼B

200 ml væske destilleres i løbet af ca. 30 minutter. (Destillationen må højst vare 45 minutter).

Når destillationen er afsluttet, sænkes forlaget. Forlængerstykket og boblerøret skylles omhyggeligt og vandet fra boblerøret samt vaskevandet samles i forlaget. Derpå titreres syreoverskuddet som beskrevet i metode 2.1.

Note 2

Ved tilstedeværelsen af calciumsalte, såsom calciumnitrat og kalkammonsalpeter, må der forud for destillationen (for hvert gram gødning i den udtagne del) tilsættes 0,700 g natriumphosphat ($Na_2HPO_4 . 2H_2O$) for at hindre dannelse af $Ca(OH)_2$.

7.3. *Blindprøve*

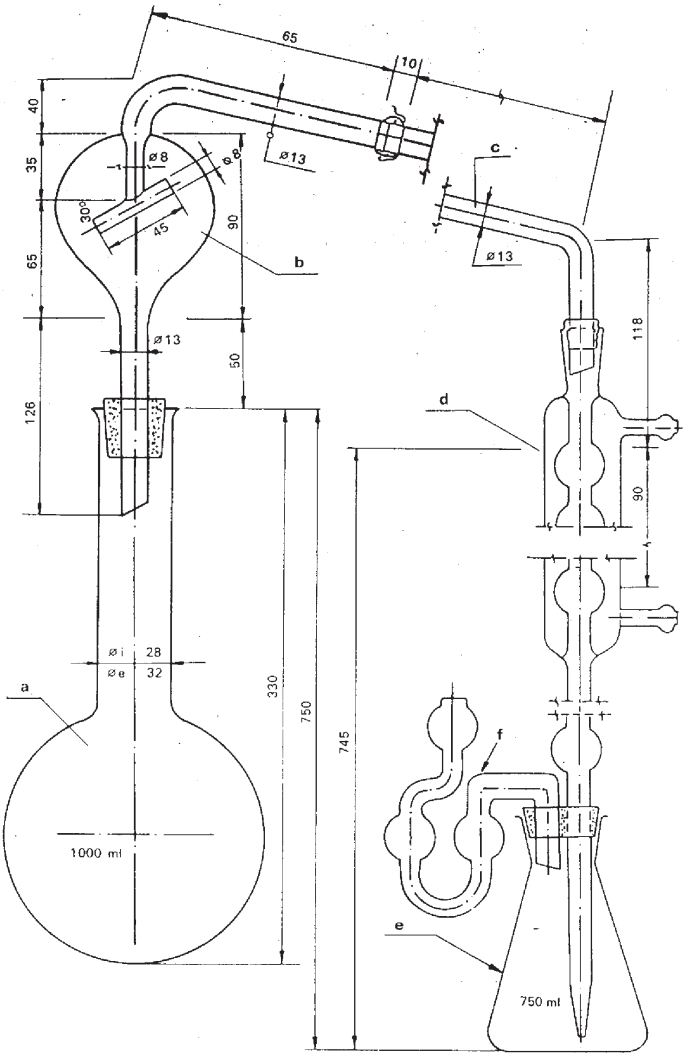
Der gennemføres en blindanalyse (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregning af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analysen kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analyserne en alikvot mængde — indeholdende 0,050-1,150 g nitratkvælstof alt efter den valgte variant — af en frisk fremstillet opløsning af natriumnitrat (4.12).

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode nr. 2.2.1.



Figur 5

▼B

Tegnforklaring til figur 5

a) Rundbundet kolbe på 750 ml (1 000 ml) med lang hals og krave.

b) Destillationsrør med dråbefanger og kugleslib (»18«) ved udgangen.

c) Bøjet rør med kugleslib (»18«) ved indgangen og næb ved udgangen. (Kugleslibet og det bøjede rør kan erstattes af et passende stykke gummislange).

d) Kuglesvaler (6 kugler). Svaleren er forneden med et stykke gummislange forbundet til en glasspids, der er monteret i en dobbelt gennemboret prop. Denne prop er foruden forsynet med et boblerør.

e) 750 ml kolbe til opsamling af destillat.

f) Boblerør med vand, der hindrer tab af ammoniak.

Apparaturet er udført i glas, som ikke under de anvendte forhold afgiver basiske stoffer til destillatet.

Metode 2.3

Bestemmelse af det totale kvælstofindhold

Metode 2.3.1

Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratfri calciumcyanamid

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratfri calciumcyanamid.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på nitratfri calciumcyanamid.

3. **Princip**

Efter destruktion efter Kjeldahls metode frigøres det dannede ammoniumkvælstof med natriumhydroxid. Ammoniakken destilleres, opsamles og bestemmes i en svovlsyre titrervæske.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Fortyndet svovlsyre (d_{20} = 1,54 g/ml): 1 rumfang koncentreret svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml) + 1 rumfang vand.

4.2. Kaliumsulfat til analyse

4.3. Cuprioxid (CuO): 0,3-0,4 g pr. bestemmelse eller en ækvivalent mængde cuprisulfat ($CuSO_4$, $5H_2O$) på 0,95-1,25 g pr. bestemmelse.

4.4. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri.

4.5. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.6. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri

} til variant a (se metode 2.1).

4.7. Svovlsyre: 0,2 mol/l

4.8. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri

} til variant b (se note 2, metode 2.1).

4.9. Svovlsyre: 0,5 mol/l

4.10. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri

} til variant c (se note 2, metode 2.1).

4.11. *Indikatoropløsninger:*

4.11.1. Indikatorblanding.

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

▼B

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.11.2. Indikator af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % methanol, og der fyldes op med vand til 100 ml. Om nødvendigt filtreres. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.12. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet.

4.13. Kaliumthiocyanat til analyse.

5. **Apparatur**

5.1. Destillationsapparat, se metode nr. 2.1. »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«.

5.2. Kjeldahl-kolbe af passende størrelse og med lang hals.

5.3. Pipetter på 50, 100 og 200 ml.

5.4. Målekolbe på 250 ml.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af analyseopløsninger*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemængde på 1 g og overføres til Kjeldahl kolben. Der tilsættes 50 ml fortyndet svovlsyre (4.1), 10-15 g kaliumsulfat (4.2) og katalysator (4.3). Der opvarmes svagt for at fjerne vandet, koges moderat i to timer, hvorefter væsken afkøles og fortyndes med 100-150 ml vand. Der afkøles på ny, hvorefter suspensionen kvantitativt overføres til en 250 ml målekolbe, som fyldes op til mærket med vand; der omrystes og filtreres gennem et tørt filter over i en tør beholder.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Med pipette udtages, alt efter den valgte variant (se metode nr. 2.1) en alikvot mængde på 50, 100 eller 200 ml af den således fremstillede opløsning, hvorefter ammoniakken destilleres efter den fremgangsmåde, der er beskrevet under metode nr. 2.1, idet der til destillationskolben tilsættes en tilstrækkelig mængde natriumhydroxidopløsning (4.4) til at sikre et stort overskud.

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde af en normalitetsbestemt opløsning af kaliumthiocyanat (4.13), med et kvælstofindhold omtrent svarende til prøvens.

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som kvælstofprocenten (N) i gødningen, således som denne er modtaget med henblik på analyse.

Variant a: % N = (50 — A) × 0,7

Variant b: % N = (50 — A) × 0,7

Variant c: % N = (35 — A) × 0,875

Metode 2.3.2

Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratholdig calciumcyanamid

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af det totale kvælstofindhold i nitratholdig calciumcyanamid.

▼B

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på nitratholdig calciumcyanamid.

3. **Princip**

En direkte destruktion efter Kjeldahls metode kan ikke anvendes på nitratholdig calciumcyanamid. Derfor reduceres nitrat til ammonium ved hjælp af ferrum reductum og stannochlorid forud for destruktionen med svovlsyre.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Ferrum reductum til analyse

4.3. Kaliumsulfat til analyse, fint pulveriseret

4.4. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.5. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri

} til variant a (se metode 2.1)

4.6. Svovlsyre: 0,2 mol/l

4.7. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri

} til variant b (se note 2, metode 2.1)

4.8. Svovlsyre: 0,5 mol/l

4.9. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri

} til variant c (se note 2, metode 2.1).

4.10. *Indikatoropløsninger*

4.10.1. Indikatorblanding.

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.10.2. Indikator af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.11. *Stannochloridopløsning*

120 g $SnCl_2$. $2H_2O$ til analyse opløses i 400 ml ren koncentreret saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml), og der fyldes op med vand til 1 liter. Opløsningen skal være helt klar og tilberedes umiddelbart før anvendelsen. Det er absolut nødvendigt at kontrollere stannochloridets reduktionsevne.

Anmærkning:

0,5 g $SnCl_2$. $2H_2O$ til analyse opløses i 2 ml ren koncentreret saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml), og der fyldes op med vand til 50 ml. Derpå tilsættes 5 g Seignettesalt til analyse (kaliumnatriumtartrat) og en tilstrækkelig mængde natriumcarbonat til analyse til at gøre opløsningen basisk i forhold til lakmuspapir.

Der titreres med en 0,1 mol/l jodopløsning med en stivelsesopløsning som indikator.

1 ml 0,1 mol/l jodopløsning svarer til 0,01128 g $SnCl_2$. $2H_2O$.

Mindst 80 % af den samlede tinmængde, der er tilstede i den således fremstillede opløsning, må findes på divalent form. Til titreringen bør der derfor mindst anvendes 35 ml 0,1 mol/l jodopløsning.

4.12. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri

▼B

4.13. *Ammoniumnitrat-standardopløsning*

2,500 g kaliumnitrat til analyse og 10,160 g ammoniumsulfat til analyse afvejes og overføres til en målekolbe på 250 ml. Det opløses i vand, og der fyldes op til 250 ml. 1 ml af denne opløsning indeholder 0,01 g kvælstof.

4.14. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

5. **Apparatur**

Se metode nr. 2.3.1.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af opløsningen*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemængde på 1 g og overføres til Kjeldahl kolben. Der tilsættes 0,5 g ferrum reductum (4.2) og 50 ml stannochloridopløsning (4.11). Kolben omrystes og henstilles en halv time med omrystning efter 10 og 20 minutters forløb. Derefter tilsættes 10 g kaliumsulfat (4.3) og 30 ml svovlsyre (4.1). Opløsningen bringes i kog og holdes kogende i en time fra det tidspunkt, hvor der fremkommer hvide dampe. Derpå henstilles kolben til afkøling, og der fortyndes med 100-150 ml vand. Suspensionen overføres til en 250 ml målekolbe og afkøles; der fyldes op til mærket med vand, omrystes og filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. I stedet for denne overførsel af suspensionen for at kunne anvende en af varianterne a, b eller c i metode 2.1, kan ammonium-kvælstof i opløsningen lige så godt afdestilleres direkte efter tilsætning af et stort overskud af natriumhydroxidopløsning (4.12).

7.2. *Analyse af opløsningen*

Af den således fremstillede opløsning udtages med pipette en alikvot del på 50, 100 eller 200 ml ifølge variant a, b eller c i metode 2.1. Ammoniakken afdestilleres efter fremgangsmåden i metode nr. 2.1, idet det må sikres, at destillationskolben tilsættes et stort overskud af natriumhydroxidopløsning (4.12).

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved hjælp af en standardopløsning, indeholdende ammonium- og nitratkvælstof-mængder, der er sammenlignelige med de mængder cyanamid- og nitratkvælstof, der findes i nitratholdig calciumcyanamid.

Der udtages til dette 20 ml standardopløsning (4.13), som overføres til Kjeldahl kolben.

Analysen udføres efter fremgangsmåden beskrevet under punkt 7.1 og 7.2.

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som det totale kvælstofindhold (N) i procent af gødningen, som denne er modtaget til analyse.

Variant a: % N = (50 — A) × 0,7

Variant b: % N = (50 — A) × 0,7

Variant c: % N = (35 — A) × 0,875

Metode 2.3.3

Bestemmelse af det totale kvælstofindhold i urea

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af det totale kvælstofindhold i urea.

▼B

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på nitratfri ureagødninger.

3. **Princip**

Ved kogning med svovlsyre omdannes urea kvantitativt til ammonium. Denne bestemmes derpå ved destillation i basisk væske, idet destillatet opsamles i en titreropløsning af svovlsyre i overskud. Syreoverskuddet bestemmes ved titrering ved hjælp af en basisk opløsning med kendt styrke.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Koncentreret svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri

4.3. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.4. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l, carbonatfri } til variant a (se metode 2.1)

4.5. Svovlsyre: 0,2 mol/l

4.6. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,2 mol/l, carbonatfri } til variant b (se note 2, metode 2.1)

4.7. Svovlsyre: 0,5 mol/l

4.8. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,5 mol/l, carbonatfri } til variant c (se note 2, metode 2.1).

4.9. *Indikatoropløsninger*

4.9.1. Indikatorblanding

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.9.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % methanol, og der fyldes op med vand til 100 ml. Om nødvendigt filtreres. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.10. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

4.11. Urea til analyse

5. **Apparatur**

5.1. Destillationsapparat, se metode nr. 2.1. »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«

5.2. Målekolbe på 500 ml.

5.3. Pipetter på 25, 50 og 100 ml

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af opløsningen*

2,5 g af den forbehandlede prøve afvejes med en nøjagtighed på 0,001 g, anbringes i en Kjeldahl-kolbe på 300 ml og fugtes med 20 ml vand. Under omrystning tilsættes 20 ml koncentreret svovlsyre (4.1) og nogle glaskugler for at regulere kogningen. I halsen på kolben indføres en glastragt med lang stilk for at undgå eventuelle udslyngninger, og der opvarmes, først svagt og derpå kraftigere, lige til der udvikles hvide dampe (30-40 minutter).

▼B

Efter afkøling fortyndes med 100-150 ml vand. Væsken hældes derpå over i en målekolbe på 500 ml, idet der ikke tages hensyn til eventuelle uopløste bestanddele, hvorefter der afkøles til stuetemperatur. Der fyldes op til mærket med vand, omrystes om nødvendigt og filtreres gennem et tørt filter over i en tør beholder.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Ved hjælp af en præcisionspipette udtages, alt efter den valgte variant (se metode 2.1) en alikvot mængde på 25, 50 eller 100 ml af den således fremkomne opløsning, hvorefter ammoniakken destilleres efter den i metode nr. 2.1 beskrevne fremgangsmåde, idet der til destillationskolben tilsættes en tilstrækkelig mængde NaOH opløsning (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2) til at sikre et kraftigt overskud.

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde af en frisk fremstillet opløsning af urea til analyse (4.11).

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som kvælstofprocenten (N) i gødningen, således som denne er modtaget med henblik på analyse.

Variant a: % N = (50 — A) × 1,12

Variant b: % N = (50 — A) × 1,12

Variant c: % N = (35 — A) × 1,40

Metode 2.4

Bestemmelse af cyanamidkvælstof

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af cyanamidkvælstof.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på calciumcyanamid og på nitratholdig calciumcyanamid.

3. **Princip**

Cyanamidkvælstof fældes som en sølvforbindelse og bestemmes i bundfaldet efter Kjeldahls metode.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand: fri for kuldioxid og kvælstofforbindelser af enhver art.

4.1. Koncentreret eddikesyre

4.2. Ammoniakopløsning med 10 % ammoniakgas efter masse, (d_{20} = 0,96 g/ml)

4.3. *Ammoniakalsk sølvopløsning efter Tollens*

500 ml af en 10 % vandig opløsning af sølvnitrat ($AgNO_3$) blandes med 500 ml af en 10 % vandig opløsning af ammoniak (4.2).

Blandingen må ikke unødigt udsættes for lysets påvirkning, ikke opvarmes unødvendigt og skal så vidt muligt opbevares lufttæt. Opløsningen er i almindelighed holdbar i årevis. Så længe opløsningen forbliver klar, er reagenset af god kvalitet.

4.4. Koncentreret svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5. Kaliumsulfat til analyse

4.6. Cuprioxid (CuO): 0,3-0,4 g pr. bestemmelse eller en ækvivalent mængde cuprisulfat ($CuSO_4$, $5H_2O$) på 0,95-1,25 g pr. bestemmelse

4.7. Natriumhydroxidopløsning, indeholdende ca. 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml), ammoniakfri

▼B

4.8. Svovlsyre: 0,1 mol/l

4.9. Natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske: 0,1 mol/l

4.10. *Indikatoropløsninger*

4.10.1. Indikatorblanding.

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.10.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % methanol, og der fyldes op med vand til 100 ml. Om nødvendigt filtreres. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.11. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

4.12. Kaliumthiocyanat til analyse

5. **Apparatur**

5.1. Destillationsapparat, se metode nr. 2.1. »Bestemmelse af ammoniumkvælstof«

5.2. Målekolbe på 500 ml (f.eks. Stohmannflaske).

5.3. Kjeldahl-kolbe af passende størrelse (300-500 ml) og med lang hals

5.4. Pipette på 50 ml

5.5. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Sikkerhedsforanstaltninger*

Ved enhver omgang med en ammoniakalsk sølvopløsning er det strengt påbudt at bære sikkerhedsbriller. Danner der sig en fin hinde på væskens overflade, kan der indtræffe en eksplosion efter en omrystning, og den største forsigtighed er absolut påkrævet.

7.2. *Fremstilling af analyseopløsninger*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemængde på 2,5 g, som anbringes i en lille glasmorter. Der udrives med vand tre gange, idet væsken efter hver udrivning dekanteres over i en 500 ml Stohmann-målekolbe. Morteren, pistillen og tragten vaskes ved hjælp af en sprøjteflaske på en sådan måde, at materialet efterhånden kommer over i Stohmann-målekolben. Der tilføres vand for at nå op på et rumfang på ca. 400 ml samt 15 ml eddikesyre (4.1). Der omrystes i et roterende rysteapparat (5.5) i to timer.

Derefter fyldes op med vand til 500 ml, blandes og filtreres.

Den påfølgende analyse bør finde sted hurtigst muligt.

7.3. *Analyse af opløsningen*

50 ml filtrat overføres til et 250 ml bægerglas.

Opløsningen gøres svagt basisk ved tilsætning af ammoniakopløsning (4.2), hvorefter der under omrøring tilsættes 30 ml varm ammoniakalsk sølvnitratopløsning (4.3) for at fælde den gule sølvcyanamidforbindelse.

Opløsningen henstår derpå til den følgende dag, hvorefter den filtreres, og bundfaldet udvaskes med koldt vand, indtil det er fuldstændig fri for ammoniak.

Filtret og det endnu fugtige bundfald anbringes i en Kjeldahl-kolbe, og der tilsættes 10-15 g kaliumsulfat (4.5), katalysator (4.6) i den

▼B

foreskrevne dosis og endelig 50 ml vand og 25 ml koncentreret svovlsyre (4.4).

Kolben opvarmes svagt under forsigtig omrystning, indtil indholdet begynder at koge. Derpå forøges varmetilførslen, og kogningen fortsættes indtil kolbens indhold bliver farveløst eller svagt grønt.

Kogningen fortsættes i endnu en time, hvorefter kolben stilles til afkøling.

Væsken i reaktionskolben hældes nu over i destillationskolben, der tilsættes lidt pimpsten (4.11), fortyndes med vand for at opnå et samlet rumfang på ca. 350 ml, blandes og afkøles.

Ammoniakken destilleres efter metode 2.1 variant a, idet der til destillationskolben tilsættes en tilstrækkelig mængde natriumhydroxidopløsning (4.7) til at sikre et stort overskud.

7.4. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.5. *Kontrolforsøg*

Forud for analyserne kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde ved at analysere en alikvot mængde, svarende til 0,05 g kvælstof, af en titreropløsning af kaliumthiocyanat (4.12).

8. **Angivelse af resultatet**

Resultatet udtrykkes som procent cyanamidkvælstof i gødninger, som denne er modtaget til analyse.

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

Metode 2.5

Bestemmelse af biuret i urea ved spektrometri

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til fotometrisk bestemmelse af biuret i urea.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på urea.

3. **Princip**

I basisk væske danner biuret i nærværelse af kaliumnatriumtartrat sammen med det divalente kobber et violet kobberkompleks. Opløsningens absorbans måles ved en bølgelængde på ca. 546 nm (nanometer).

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand, fri for kuldioxid og ammoniak. Denne vandkvalitet er særdeles vigtig ved denne bestemmelse.

4.1. Methanol

4.2. Svovlsyreopløsning, ca. 0,1 mol/l

4.3. Natriumhydroxidopløsning, ca. 0.1 mol/l

4.4. *Basisk kaliumnatriumtartratopløsning*

I en målekolbe på 1 liter opløses 40 g rent natriumhydroxid i 500 ml vand, som derpå afkøles. Der tilsættes 50 g kaliumnatriumtartrat ($NaKC_4H_4O_6 . 4H_2O$) og fyldes op til målestregen. Blandingen skal henstå i 24 timer, før den tages i brug.

4.5. *Cuprisulfatopløsning*

I en målekolbe på 1 liter opløses 15 g cuprisulfat ($CuSO_4 . 5H_2O$) i 500 ml vand. Derpå fyldes op til mærket.

▼B

4.6. *Frisk fremstillet standardopløsning af biuret*

I en målekolbe på 250 ml opløses 0,250 g rent biuret ([1]) i vand. De fyldes op til 250 ml. 1 ml af denne opløsning indeholder 0,010 g biuret.

4.7. *Indikatoropløsning*

I en målekolbe på 100 ml opløses 0,1 g methylrødt i 50 ml 95 % ethanol, og der fyldes op med vand til 100 ml. Der filtreres, hvis der bliver noget uopløst materiale tilbage.

5. **Apparatur**

5.1. Spektrometer eller fotometer med filtre, med en tilstrækkelig følsomhed og nøjagtighed til at muliggøre reproducerbare målinger på mindst 0,5 % T ([2]).

5.2. Målekolber på 100, 250 og 1 000 ml

5.3. Justerede pipetter på 2, 5, 10, 20, 25 og 50 ml eller en justeret burette på 25 ml med inddeling på 0,05 ml

5.4. Et bægerglas på 250 ml

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Kalibreringskurve*

Med pipetter overføres alikvote mængder på 0, 2, 5, 10, 20, 25 og 50 ml af biuretstandardopløsningen (4.6) til en serie på 7 målekolber på 100 ml. Der fyldes op med destilleret vand til et rumfang på ca. 50 ml, tilsættes en dråbe indikatoropløsning (4.7) og neutraliseres om nødvendigt med 0,1 mol/l svovlsyre (4.2). Under omrøring tilsættes 20 ml basisk tartratopløsning (4.4) og derpå 20 ml cuprisulfatopløsning (4.5).

Anmærkning:

Disse opløsninger bør tilsættes ved hjælp af 2 buretter eller endnu bedre ved hjælp af 2 kalibrerede pipetter.

Der fyldes op til 100 ml med destilleret vand og blandes, hvorefter opløsningerne stilles i ro i 15 minutter ved 30 °C ± 2 °C.

Med »0« biuret standardopløsningen som reference, måles absorbansen af hver opløsning ved en bølgelængde på ca. 546 nm, og i hver opløsning måles i fotometret ovenfor blindprøven ved en bølgelængde omkring 545 mm og i kuvetter med passende, ens lysvej.

En kalibreringskurve optegnes ved som abscisse at afsætte biuret-mængderne i mg og som ordinat de tilsvarende absorbanser.

7.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 10 g af den forbehandlede prøve, som opløses i en 250 ml målekolbe med ca. 150 ml vand. Efter opløsningen fyldes op til mærket. Om nødvendigt filtreres.

Bemærkning 1

Hvis den afvejede prøve indeholder mere end 0,015 g ammonium-kvælstof, opløses den i et 250 ml bægerglas med 50 ml methanol (4.1). Rumfanget reduceres ved inddampning til 25 ml, hvorefter væsken hældes over i en 250 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand. Om nødvendigt filtreres ned i en tør beholder gennem et tørt foldefilter.

Bemærkning 2

Fjernelse af opalescens: Når blandingen indeholder kolloider, kan den være vanskelig at filtrere. I så fald fremstilles analyseopløsningen på følgende måde: Den afvejede prøve opløses i 150 ml vand, tilsættes 2 ml 1 mol/l saltsyre og filtreres gennem to stykker tæt filtrerpapir over i en 250 ml målekolbe. Filtrene vaskes med vand, og der fyldes op til mærket. Derefter fortsættes efter den fremgangsmåde, der er beskrevet under 7.3.

([1]) Biuret kan renses i forvejen ved udvaskning med en 10 % ammoniakopløsning, vand, acetone og påfølgende vakuumtørring.

([2]) Se punkt 9 »Tillæg«.

▼B

7.3. *Måling*

Afhængig af det formodede indhold af biuret udtages med pipette 25 eller 50 ml af den under 7.2 nævnte opløsning og overføres til en 100 ml målekolbe. Om nødvendigt neutraliseres med 0,1 mol/l reagens (4.2 eller 4.3), idet methylrødt anvendes som indikator, og der tilsættes med samme nøjagtighed som under fremstillingen af kalibreringskurven 20 ml af den basiske kaliumnatriumtartratopløsning (4.4) og 20 ml cuprisulfatopløsning (4.5). Der fyldes op til mærket, omrystes omhyggeligt, hvorefter kolben lades i ro i 15 minutter ved 30 °C (± 2) °C.

Derpå gennemføres de fotometriske målinger, og den mængde biuret, der er til stede i urea'en, beregnes.

8. **Angivelse af resultatet**

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

hvor

»C« er massen i milligram af biuret, aflæst på kalibreringskurven,

og »V« er rumfanget af den alikvote mænge.

9. **Tillæg**

Hvis Jo er styrken af et bundt monokromatiske stråler før, og J er styrken af dette strålebundt efter, at samme strålebundt har passeret gennem et transparent legeme, får man:

transmissionsfaktor $T = \frac{J}{Jo}$

uigennemsigtighed $O = \frac{Jo}{J}$

ekstinktion $E = \log O$

ekstinktion pr. enhed af de optiske lag: $k = \frac{E}{s}$

Specifik ekstinktionskoefficient: $K = \frac{E}{C \times S}$

hvor

s = lagtykkelse i cm.

c = koncentration i mg pr. liter.

k = specifik faktor for hver substans efter Lambert-Beer.

Metode 2.6

Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i samme prøvemateriale

Metode 2.6.1

Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i samme prøvemateriale i gødninger, der indeholder kvælstof i form af nitrat-, ammonium-, urea- og cyanamidkvælstof

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af kvælstofindholdet i forskellige — samtidigt tilstedeværende kvælstofforbindelser.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på enhver i bilag 1 opført gødning, som indeholder kvælstof i forskellige forbindelser.

3. **Princip**

3.1. *Det totale indhold af opløseligt og uopløseligt kvælstof*

Ifølge listen over gødningstyper (bilag I) indskrænker denne bestemmelse sig til produkter, som indeholder calciumcyanamid.

3.1.1. Ved nitratfri gødninger mineraliseres den udtagne prøve direkte efter Kjeldahls metode.

3.1.2. Ved nitratholdige gødninger mineraliseres den udtagne prøve efter Kjeldahls metode efter reduktion med jernpulver og stannochlorid.

▼B

I begge tilfælde bestemmes ammoniakken efter metode 2.1.

Anmærkning:

Viser analysen at indholdet af uopløseligt kvælstof er over 0,5 %, kan det deraf sluttes, at gødningen indeholder andre former for uopløseligt kvælstof, som ikke er opført på listen i bilag I.

3.2. *Opløselige kvælstofforbindelser*

Af samme prøveopløsning udtages forskellige alikvote mængder til følgende bestemmelser:

3.2.1. Det totale opløselige kvælstofindhold:

3.2.1.1. I nitratfri gødninger bestemmes direkte efter Kjeldahls metode.

3.2.1.2. I nitratholdige gødninger bestemmes i en alikvot del efter Kjeldahls metode efter reduktion efter Ulsch. Ammoniakken bestemmes i begge tilfælde som beskrevet i metode 2.1.

3.2.2. Det totale opløselige kvælstofindhold med undtagelse af nitratkvælstof bestemmes efter Kjeldahls metode, efter at nitratforbindelserne er elimineret i surt miljø med ferrosulfat; ammoniakken bestemmes som beskrevet i metode 2.1.

3.2.3. Nitratkvælstof som differens:

3.2.3.1. Når gødningen ikke indeholder calciumcyanamid som differens mellem 3.2.1.2 og 3.2.2 og/eller mellem det totale opløselige kvælstofindhold (3.2.1.2) og summen af ammonium- og ureakvælstof (3.2.4 + 3.2.5).

3.2.3.2. Når gødningen indeholder calciumcyanamid som differens mellem (3.2.1.2) og (3.2.2) eller mellem (3.2.1.2) og summen af (3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6).

3.2.4. Ammoniumkvælstof:

3.2.4.1. Når gødningen ved anvendelse af metode 1 udelukkende indeholder ammoniumkvælstof og ammonium- og nitratkvælstof

3.2.4.2. Når gødningen indeholder urea- og/eller cyanamidkvælstof ved kold destillation i svagt basisk miljø; ammoniakken opsamles i svovlsyretitrervæske og bestemmes som beskrevet i metode 2.1.

3.2.5. Ureakvælstof:

3.2.5.1. Ved omdannelse ved hjælp af urease til ammoniak, som titreres med en saltsyreopløsning,

eller

3.2.5.2. Gravimetrisk med xanhydrol; biuret fældes samtidigt, men kan uden større fejl medregnes til ureakvælstof, idet det absolutte indhold normalt er ringe i sammensalte gødninger,

eller

3.2.5.3. Som differens ifølge nedenstående tabel:

Tilfælde	Nitratkvælstof	Ammoniumkvælstof	Cyanamidkvælstof	Differens
1	0	+	+	(3.2.1.1) — (3.2.4.2. + 3.2.6)
2	+	+	+	(3.2.2) — (3.2.4.2. + 3.2.6)
3	0	+	0	(3.2.1.1) — (3.2.4.2)
4	+	+	0	(3.2.2) — (3.2.4.2)

3.2.6. Cyanamidkvælstof ved fældning som sølvforbindelse, hvori kvælstoffet bestemmes efter Kjeldahls metode

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand.

4.1. Kaliumsulfat til analyse

4.2. Jern til analyse reduceret med brint (den foreskrevne jernmængde skal kunne reducere mindst 50 mg nitratkvælstof)

▼B

4.3. Kaliumthiocyanat til analyse

4.4. Kaliumnitrat til analyse

4.5. Ammoniumsulfat til analyse

4.6. Urea til analyse

4.7. Fortyndet svovlsyre 1: 1 efter rumfang: 1 rumfang svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml) i 1 rumfang vand

4.8. Svovlsyretitreropløsning: 0,2 mol/l

4.9. Koncentreret natriumhydroxidopløsning. Vandig opløsning på ca. 30 % (W/V) NaOH, ammoniakfri

4.10. Natrium- eller kaliumhydroxidopløsning: 0,2 mol/l, carbonatfri

4.11. *Stannochloridopløsning*

120 g $SnCl_2$. $2H_2O$ til analyse opløses i 400 ml ren koncentreret saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml), og der fyldes op med vand til 1 liter. Opløsningen skal være fuldstændig klar og fremstilles umiddelbart før brug.

Anmærkning:

Det er absolut nødvendigt at kontrollere stannochloridets reduktionsevne: 0,5 g $SnCl_2$. $2H_2O$ opløses i 2 ml ren koncentreret saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml), og der fyldes op til 50 ml med vand. Derpå tilsættes 5 g rent Seignettesalt (kaliumnatriumtartrat) og en tilstrækkelig mængde rent natriumhydrogencarbonat til at opløsningen reagerer basisk med lakmuspapir.

Der titreres med en 0,1 mol/l jodopløsning med en stivelsesopløsning som indikator.

1 ml 0,1 mol/l jodopløsning svarer til 0,01128 g $SnCl_2$. $2H_2O$.

Mindst 80 % af det tin, der er til stede i den således fremstillede opløsning, skal findes på divalent form. Til titreringen skal der derfor mindst anvendes 35 ml 0,1 mol/l jodopløsning.

4.12. Svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.13. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g /ml) + 1 rumfang vand.

4.14. Eddikesyre: 96-100 %

4.15. Svovlsyreopløsning indeholdende ca. 30 % H_2SO_4(W/V)

4.16. Ferrosulfat: krystallinsk, $FeSO_4$. $7H_2O$

4.17. Svovlsyretitreropløsning: 0,1 mol/l

4.18. Octylalkohol

4.19. Mættet kaliumcarbonatopløsning

4.20. Natrium- eller kaliumhydroxidopløsning: 0,1 mol/l (carbonatfri)

4.21. Mættet bariumhydroxidopløsning

4.22. Natriumcarbonatopløsning, 10 % (W/V)

4.23. Saltsyre: 2 mol/l

4.24. Saltsyre-titreropløsning: 0,1 mol/l

4.25. *Ureaseopløsning*

0,5 g aktiv urease suspenderes i 100 ml destilleret vand. Ved hjælp af 0,1 mol/l saltsyre (4.24) indstilles pH på 5,4 målt på pH-meter.

4.26. *Xanthydrol*

5 % opløsning i ethanol eller methanol (4.31) (der må ikke anvendes produkter, som giver en mængde uopløseligt materiale). Opløsningen kan holde sig i tre måneder i en godt tilproppet flaske, som beskyttes mod lysets indvirkning.

4.27. Kobberoxid (CuO): 0,3-0,4 g pr. bestemmelse eller en ækvivalent mængde cuprisulfat $5H_2O$ på 0,95-1,25 g pr. bestemmelse

4.28. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

▼B

4.29. *Indikatoropløsninger*

4.29.1. Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.29.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.30. *Indikatorpapir*

Lakmus, bromthymolblåt (eller andre papirindikatorer, følsomme i pH-området 6-8).

4.31. Ethanol eller methanol: 95 % opløsning

5. **Apparatur**

5.1. *Destillationsapparat*

Se metode 2.1.

5.2. *Apparatur til analytisk bestemmelse af ammoniumkvælstof efter fremgangsmåden i 7.2.5.3 (se figur 6)*

Apparatet består af en beholder med specialformet slib, forsynet med en sidehals, der kan lukkes, samt et rør med dråbefanger og endeligt med et vinkelret bøjet rør til indførsel af luft. Rørene kan eventuelt forbindes til beholderen med en almindelig gummiprop med to huller. Det er vigtigt, at rørene til luftindførsel har den rette udformning, så luftboblerne kan fordeles fuldstændigt i opløsningerne i beholderen og i forlaget. Den bedste udformning af rørene er en paddehatteformet afslutning med yder diameter på 20 mm. På afslutningen findes 6 åbninger med diameter 1 mm.

5.3. *Apparatur til bestemmelse af ureakvælstof efter ureasemetoden (7.2.6.1)*

Dette består af en Erlenmeyer-kolbe på 300 ml, forsynet med en tragt med hane og en lille absorptionsbeholder (se figur 7).

5.4. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

5.5. pH-meter

5.6. Regulerbart varmeskab

5.7. *Glasapparatur:*

Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25, 50 og 100 ml

Kjeldahl-kolber med lang hals på 300 og 500 ml

Målekolber på 100, 250, 500 og 1 000 ml

Filterdigler med porediameter på 5-15 μ

Mortere.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Det totale indhold af opløseligt og uopløseligt kvælstof*

7.1.1. Når gødningen ikke indeholder nitrat

7.1.1.1. Destruktion

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemængde, som maksimalt indeholder 100 mg kvælstof. Prøven hældes i destillationskolben (5.1), og der tilsættes 10-15 g kaliumsulfat (4.1), katalysator (4.27) og lidt pimpsten (4.28). Derpå tilsættes 50 ml fortyndet svovlsyre (4.7) og der omrystes forsigtigt. Først foretages en moderat opvarmning og omrystes fra tid til anden, indtil der ikke længere

▼B

finder nogen skumdannelse sted. Derefter opvarmes på en sådan måde, at der finder en regelmæssig kogning af væsken sted. Kogningen fortsættes en time efter, at opløsningen er blevet klar, idet der passes på, at det organiske materiale ikke sætter sig fast på kolbens vægge. hvorefter man lader den afkøle. Der tilsættes forsigtigt og under omrystning ca. 350 ml vand. Der omrystes på ny på en sådan måde, at det opløselige bliver opløst så fuldstændig som muligt. Derefter afkøles igen, og kolben forbindes til destillationsapparatet (5.1).

7.1.1.2. Destillation af ammoniakken

Med pipette overføres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) til destillationsapparatets forlag (5.1), og der tilsættes indikator (4.29.1 eller 4.29.2). Det påses, at svalerens endestykke befinder sig mindst 1 cm under væskeoverfladen i forlaget.

Idet der træffes de nødvendige forholdsregler for at undgå ethvert tab af ammoniak, tilsættes der forsigtigt til destillationskolben tilstrækkeligt med koncentreret natriumhydroxidopløsning (4.9) til at gøre væsken stærkt basisk (120 ml vil i reglen være tilstrækkeligt: en kontrol foretages ved tilsætning af et par dråber phenolphtalein. Efter afslutning af destillationen skal opløsningen i kolben stadig være tydeligt basisk). Varmetilførslen indstilles på en sådan måde, at der destilleres ca. 150 ml på en halv time. Med papirindikator (4.30) kontrolleres, at destillationen er fuldstændig. Er dette ikke tilfældet, destilleres endnu 50 ml, og kontrollen gentages, indtil det sidste destillat reagerer neutralt med papirindikatoren (4.30). Derpå sænkes forlaget, og der destilleres endnu nogle ml, hvorefter svalerens endestykke skylles. Syreoverskuddet titreres med 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidtitrervæske (4.10) til indikatoromslag.

7.1.1.3. Blindprøve

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.1.1.4. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) i forlaget (5.1),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram.

7.1.2. Når gødningen indeholder nitrat

7.1.2.1. Prøveudtagning

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemasse, der højst indeholder 40 mg nitratkvælstof.

7.1.2.2. Reduktion af nitrat

Den afvejede prøve blandes i en lille morter med 50 ml vand og føres sammen med den mindst mulige mængde destilleret vand over i en Kjeldahl-kolbe på 500 ml. Der tilsættes 5 g ferrum reductum (4.2) og 50 ml stannochloridopløsning (4.11). Kolben omrystes og henstilles derpå en halv time, hvor der omrystes efter 10 og 20 minutters forløb.

7.1.2.3. Destruktion efter Kjeldahl

Der tilsættes 30 ml svovlsyre (4.12), 5 g kaliumsulfat (4.1), den foreskrevne mængde katalysator (4.27) og lidt pimpsten (4.28). Kolben anbringes lidt på skrå og opvarmes svagt, hvorefter varmetilførslen langsomt forøges under hyppig omrystning af opløsningen for at bringe et eventuelt bundfald i suspension. Væsken bliver først sort og derpå klar under dannelse af en gulgrøn suspension af vandfrit jernsulfat. Opvarmningen fortsættes i en time, efter at opløsningen er blevet klar, og styres således, at opløsningen koger svagt, hvorefter man lader den afkøle. Der tilsættes med forsigtighed lidt efter lidt 100 ml vand. Kolben omrystes, og indholdet overføres til en 500 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand, blandes og filtreres på et tørt filter over i en tør beholder.

▼B

7.1.2.4. Analyse af opløsningen

Af opløsningen afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 100 mg kvælstof og overføres til destillationskolben (5.1). Ca. 350 ml vand og lidt pimpsten (4.28) tilsættes. Kolben forbindes med destillationsapparatet og bestemmelsen fortsættes som beskrevet under 7.1.1.2.

7.1.2.5. Blindprøve

Se 7.1.1.3.

7.1.2.6. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) i forlaget (5.1),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i g, til stede i den alikvote del (7.1.2.4).

7.2. *Opløselige kvælstofforbindelser*

7.2.1. Fremstilling af analyseopløsningen

Med en nøjagtighed på 1 mg afvejes en prøvemasse på 10 g, som hældes i en 500 ml målekolbe.

7.2.1.1. Gødninger, som ikke indeholder cyanamidkvælstof

Kolben tilsættes 50 ml vand og derefter 20 ml fortyndet saltsyre (4.13), omrystes og stilles i ro, indtil en eventuel kuldioxidudvikling er ophørt. Derpå tilsættes 400 ml vand og omrystes i en halv time i rotationsapparat (5.4). Der fyldes op til mærket med vand, blandes og filtreres gennem et tørt filter over i en tør beholder.

7.2.1.2. Gødninger, som indeholder cyanamidkvælstof

Kolben tilsættes 400 ml vand og nogle dråber methylrødt (4.29.2). Om nødvendigt gøres opløsningen sur med eddikesyre (4.14). Der tilsættes 15 ml eddikesyre (4.14). Derefter omrystes 2 timer i rotationsapparat (5.4). Om nødvendigt tilsættes eddikesyre (4.14), så opløsningen stadig er sur. Der fyldes op med vand, blandes, filtreres omgående gennem et tørt filter over i en tør beholder, hvorefter bestemmelsen af cyanamidkvælstof straks gennemføres.

I begge tilfælde bestemmes de forskellige opløselige kvælstofforbindelser samme dag, som opløsningen er fremstillet, idet cyanamidkvælstof og ureakvælstof, hvis disse er til stede, bestemmes først.

7.2.2. Det totale opløselige kvælstofindhold

7.2.2.1. Når gødningen ikke indeholder nitrat

Af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 100 mg kvælstof og overføres til en 300 ml Kjeldahl-kolbe. Der tilsættes 15 ml koncentreret svovlsyre (4.12), 0,4 g cuprioxid eller 1,25 g cuprisulfat (4.27) og lidt pimpsten (4.28). Der opvarmes først moderat for at sætte reaktionen i gang og derpå kraftigere indtil væsken bliver farveløs eller svagt grønlig, og der fremkommer tydelige hvide dampe. Efter afkøling hældes opløsningen over i destillationskolben, fortyndes til ca. 500 ml med vand og tilsættes lidt pimpsten (4.28). Derpå forbindes kolben med destillationsapparatet (5.1), og bestemmelsen fortsættes som beskrevet i 7.1.1.2.

7.2.2.2. Når gødningen indeholder nitrat

Af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 40 mg nitratkvælstof og overføres til en 500 ml Erlenmeyer-kolbe. På dette stadium af analysen er den samlede kvælstofmængde uden betydning. Der tilsættes 10 ml 30 % svovlsyre (4.15), 5 g ferrum reductum (4.2), og Erlenmeyer-kolben dækkes omgående med et urglas. Der varmes svagt op, indtil reaktionen bliver livlig, men ikke voldsom. På dette tidspunkt afbrydes opvarm-

▼B

ningen og kolben hensættes i mindst tre timer ved stuetemperatur. Med vand overføres væsken til en 250 ml målekolbe uden hensyntagen til uopløst jern. Der fyldes op til mærket med vand og blandes omhyggeligt. Derpå overføres med pipette en alikvot del, indeholdende maksimalt 100 mg kvælstof, til en 300 ml Kjeldahl-kolbe. Der tilsættes 15 ml koncentreret svovlsyre (4.12), 0,4 g cuprioxid eller 1,25 g cuprisulfat (4.27) og lidt pimpsten (4.28). Der opvarmes først moderat for at sætte reaktionen i gang og derpå kraftigere indtil væsken bliver farveløs eller svagt grønlig, og der viser sig tydelige hvide dampe. Efter afkøling hældes opløsningen over i destillationskolben, fortyndes til ca. 500 ml med vand og tilsættes lidt pimpsten (4.28). Derpå forbindes kolben med destillationsapparatet (5.1), og bestemmelsen fortsættes som beskrevet i 7.1.1.2.

7.2.2.3. Blindprøve

Se 7.1.1.3.

7.2.2.4. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) i forlaget (5.1),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram i den alikvote del (7.2.2.1 eller 7.2.2.2).

7.2.3. Det totale indhold af opløseligt kvælstof med undtagelse af nitratkvælstof

Til en 300 ml Kjeldahl-kolbe overføres med pipette en alikvot del af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2), højst indeholdende 50 mg af det kvælstof, der skal bestemmes. Der fortyndes med vand til 100 ml og tilsættes 5 g ferrosulfat (4.16), 20 ml koncentreret svovlsyre (4.1) og lidt pimpsten (4.28). Der opvarmes moderat til at begynde med, hvorefter varmetilførslen forøges, indtil der fremkommer hvide dampe. Reaktionen fortsættes i 15 minutter, hvorefter opvarmningen afbrydes. Cuprioxid (4.27) tilsættes som katalysator, hvorefter der fortsættes i endnu 10-15 minutter til der udvikles hvide dampe. Efter afkøling overføres indholdet i Kjeldahl-kolben til apparatets destillationskolbe (5.1). Der fortyndes til ca. 500 ml med vand og tilsættes lidt pimpsten (4.28). Kolben forbindes til destillationsapparatet, og bestemmelsen fortsættes som beskrevet i 7.1.1.2.

7.2.3.1. Blindprøve

Se 7.1.1.3.

7.2.3.2. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) i forlaget (5.1),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til bestemmelsen.

7.2.4. Nitratkvælstof bestemmes

7.2.4.1. Når gødningen ikke indeholder calciumcyamid

Som differens mellem resultaterne opnået i 7.2.2.4 og 7.2.3.2 og/eller mellem resultatet opnået i 7.2.2.4 og summen af resultaterne opnået i (7.2.5.2 eller 7.2.5.5) og (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6).

▼B

7.2.4.2. Når gødningen indeholder calciumcyamid

Som differens mellem resultaterne opnået i 7.2.2.4 og 7.2.3.2 såvel som mellem resultatet opnået i 7.2.2.4 og summen af resultaterne opnået i (7.2.5.5), (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6) og (7.2.7).

7.2.5. Ammoniumkvælstof

7.2.5.1. Når gødningen udelukkende indeholder ammoniumkvælstof og ammonium- og nitratkvælstof

Af filtratet (7.2.1.1) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 100 mg ammoniumkvælstof, som overføres til destillationskolben (5.1). Der tilsættes vand for at opnå et samlet rumfang på ca. 350 ml samt lidt pimpsten (4.28) for at give en roligere kogning. Kolben forbindes til destillationsapparatet, tilsættes 20 ml natriumhydroxid (4.9), og der destilleres som beskrevet i 7.1.1.2.

7.2.5.2. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.8) i forlaget (5.1),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til bestemmelsen.

7.2.5.3. Når gødningen indeholder urea- og/eller cyanamidkvælstof

Af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 20 mg ammoniumkvælstof, som overføres til en tør beholder fra apparatet (5.2). Destillationsapparatet samles. Der overføres med pipette til 300 ml Erlenmeyer-kolbe nøjagtigt 50 ml 0,1 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.17) og tilstrækkeligt med destilleret vand til, at væskeniveauet befinder sig ca. 5 cm over åbningen i tilførselsrøret. Gennem tuden på reaktionskolben tilsættes så meget destilleret vand, at rumfanget bringes op på ca. 50 ml, og der omrystes. For at undgå en generende skumdannelse i forbindelse med luftgennemstrømningen tilsættes nogle dråber octylalcohol (4.18). Indholdet gøres basisk med 50 ml mættet kaliumcarbonatopløsning (4.19), og straks begynder afgivelsen af den frigjorte ammoniak fra den kolde suspension. En kraftig luftstrøm er nødvendig (ca. 3 liter/minut). Før luften ledes gennem apparatet renses den ved at passere vaskeflasker med fortyndet svovlsyre og fortyndet natriumhydroxid. I stedet for trykluft kan benyttes vakuum (vandluftpumpe), såfremt forbindelsen mellem vakuumsystem og Erlenmeyer-kolben kan gøres tilstrækkelig tæt. Ammoniakken er normalt fuldstændig frigivet efter tre timer. Det tilrådes dog at overbevise sig herom ved at udskifte Erlenmeyer-kolben. Når proceduren er afsluttet, skilles Erlenmeyer-kolben fra apparatet, og den yderste ende af tilførselsrøret samt væggene i Erlenmeyer-kolben skylles med lidt destilleret vand, hvorefter syreoverskuddet titreres med 0,1 mol/l natriumhydroxid-titrervæske (4.20), indtil indikatoren (4.29.1) slår om til gråt.

7.2.5.4. Blindprøve

Se 7.1.1.3.

7.2.5.5. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, når der afpipetteres 50 ml 0,1 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.17) i apparatets 300 ml Erlenmeyer-kolbe (5.2),

▼B

A = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til analysen.

7.2.6. Ureakvælstof

7.2.6.1. Urease-metoden

Af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 250 mg ureakvælstof, som overføres til en 500 ml målekolbe. For at fælde phosphater tilsættes mættet bariumhydroxidopløsning (4.21), indtil der ikke sker yderligere udfældning. Derefter fjernes overskuddet af bariumioner (og eventuelle opløste calciumioner) med en 10 % natriumcarbonatopløsning (4.22).

Opløsningen stilles i ro, og det kontrolleres, om fældningen er fuldstændig. Derpå fyldes op til mærket, omrystes og filtreres gennem et foldefilter. Med pipette overføres 50 ml af filtratet til apparatets 300 ml Erlenmeyer-kolbe (5.3). Væsken gøres sur med 2 mol/l saltsyre (4.23) til pH 3,0 målt på pH-meter (5.5). Derpå ændres pH til 5,4 med 0,1 mol/l natriumhydroxid (4.20).

For at undgå tab af ammoniak under dekomponeringen med urease lukkes Erlenmeyer-kolben med en prop, forsynet med en tragt med hane og et lille boblerør, indeholdende nøjagtigt 2 ml 0,1 mol/l saltsyre-titrervæske (4.24). Gennem tragten tilsættes 20 ml ureaseopløsning (4.25), hvorefter væsken henstår i en time ved 20-25 °C. Derpå tilsættes med pipette 25 ml 0,1 mol/l saltsyretitrervæske (4.24) gennem tragten, som skylles efter med lidt vand. På samme måde overføres indholdet fra sikkerhedsbeholderen til opløsningen i Erlenmeyer-kolben. Syreoverskuddet tilbagetitreres med 0,1 mol/l natriumhydroxid-titrervæske (4.20), indtil pH 5,4 er målt på pH-meter.

7.2.6.2. Blindprøve

Se 7.1.1.3.

7.2.6.3. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindprøven, som gennemføres under nøjagtigt samme betingelser som analysen,

A = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen,

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til analysen.

Bemærkning

(1) Efter fældning med bariumhydroxid- og natriumcarbonat-opløsningerne fyldes op til mærket, filtreres og neutraliseres hurtigst muligt.

(2) Kontrollen af titreringen kan ligeledes foretages med indikatoren (4.29.2), men omslagspunktet er i så fald vanskeligere at iagttage.

7.2.6.4. Gravimetrisk metode med xanthydrol

Af filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 20 mg ureakvælstof, som overføres til et 250 ml bægerglas. Der tilsættes 40 ml eddikesyre (4.14). Der omrøres med en glasstav i et minut. Derpå lades opløsningen i ro i fem minutter for at give et eventuelt bundfald tid til at lægge sig. Indholdet filtreres gennem et stykke filtrerpapir over i et 100 ml bægerglas, vaskes med få ml eddikesyre (4.14) og under stadig omrøring med en glasstang tilsættes filtratet dråbe for dråbe 10 ml xanthydrol (4.26). Opløsningen hensættes indtil udfældningen begynder. Der omrøres på ny 1-2 minutter. Glasset henstilles 1 1/2 time. Indholdet filtreres derefter ved svagt vakuum gennem en forud tørret og vejet glasfilterdigel. Bundfaldet vaskes 3 gange med 5 ml ethanol (4.31) for at fjerne al eddikesyren. Filterdiglen anbringes 1 time i varmeskab ved 130 °C (må ikke overstige 145 °C), afkøles i ekssikkator og vejes. Derefter afkøles i ekssikkator og vejes.

▼B

7.2.6.5. Angivelse af resultatet

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

hvor

m_1 = bundfaldets masse i gram

M_2 = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til bestemmelsen.

Der korrigeres med resultatet fra blindanalysen. Biuret kan normalt uden større fejl medregnes som ureakvælstof, idet det absolutte indhold heraf er ringe i sammensatte gødninger.

7.2.6.6. Bestemt som differens

Ureakvælstof kan ligeledes beregnes efter følgende tabel:

Tilfælde	Nitrat-N	Ammonium-N	Cyanamid-N	Urea-N
1	0	+	+	(7.2.2.4) — (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	+	+	+	(7.2.3.2) — (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	0	+	0	(7.2.2.4) — (7.2.5.5)
4	+	+	0	(7.2.3.2) — (7.2.5.5)

7.2.7. Cyanamid-kvælstof

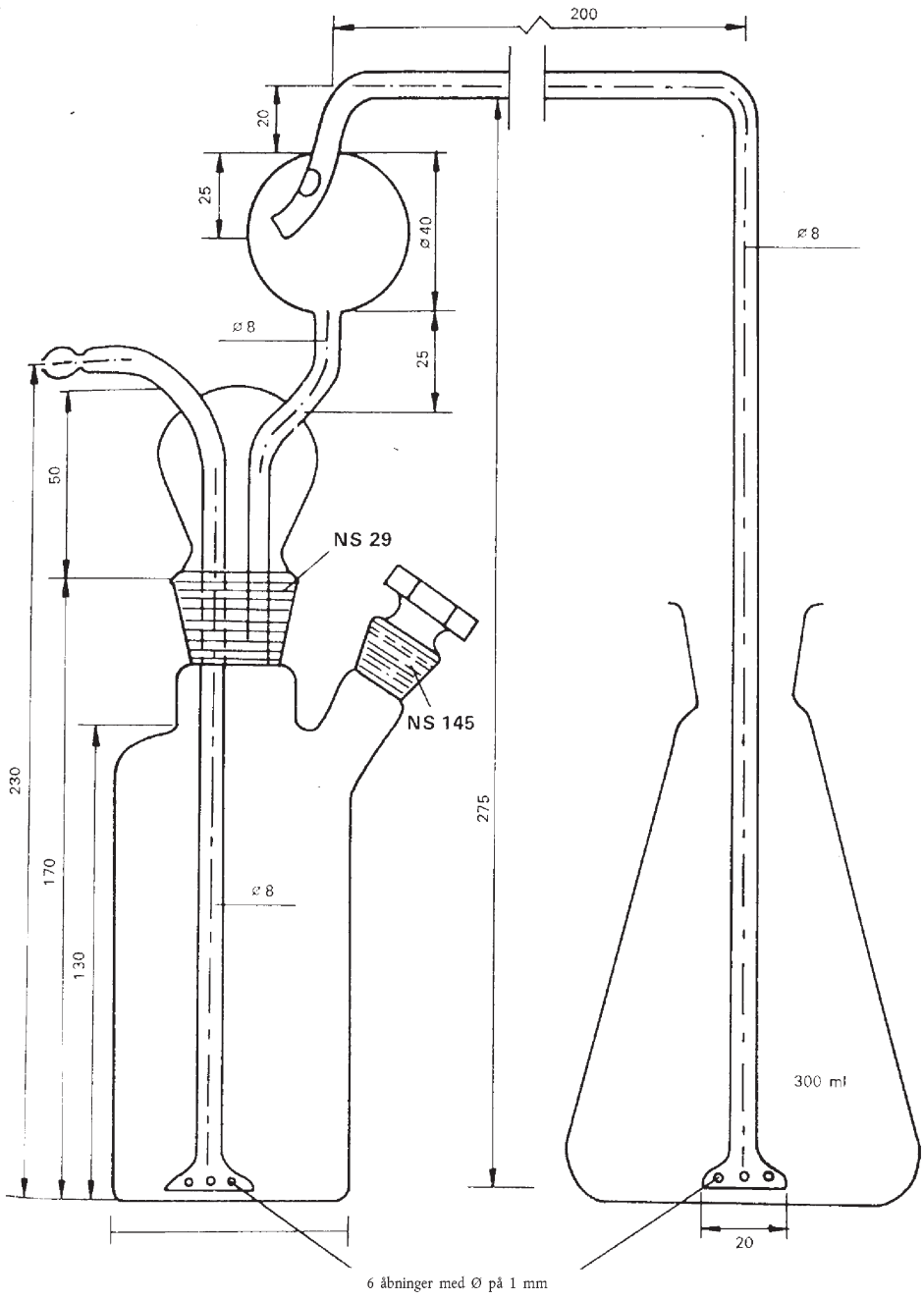
Af filtratet (7.2.1.2) udtages en alikvot del indeholdende 10-30 cyanamid-kvælstof, som overføres til et 250 ml bægerglas. Analysen fortsættes efter metode 2.4.

8. **Efterprøvning af resultaterne**

8.1. I visse tilfælde kan der være en forskel mellem det totale kvælstofindhold bestemt direkte på en afvejet prøve (7.1) og det totale indhold af opløseligt kvælstof (7.2.2). Denne forskel må dog ikke være over 0,5 %. I modsat fald indeholder gødningen uopløselige kvælstofforbindelser, som ikke er medtaget på listen i bilag I.

8.2. Forud for hver analyse kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden af den anvendte fremgangsmåde med en standardopløsning, som indeholder de forskellige kvælstofforbindelser i lignende indbyrdes forhold som i prøven. Denne standardopløsning fremstilles på grundlag af titrervæske af kaliumthiocyanat (4.3), kaliumnitrat (4.4), ammoniumsulfat (4.5) og urea (4.6).

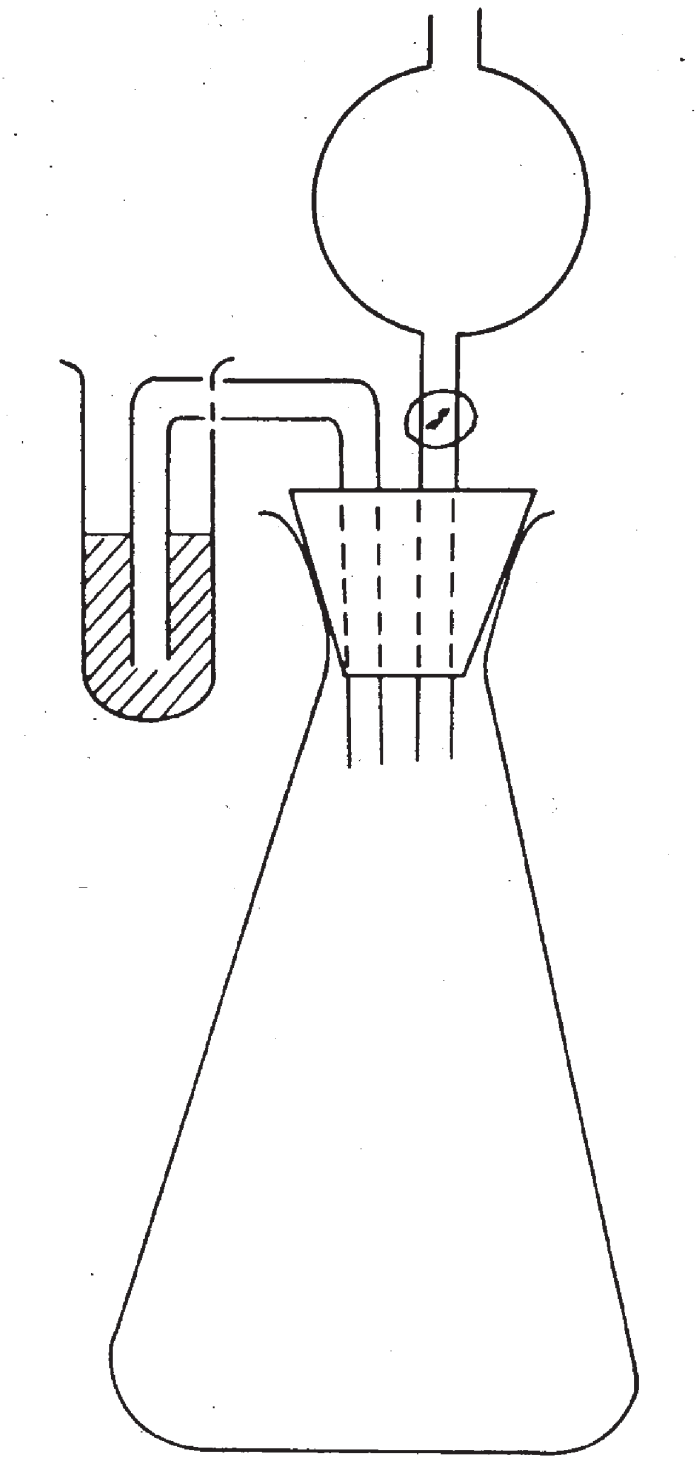
▼B



Figur 6

Apparat til bestemmelse af ammoniumkvælstof (7.2.5.3)

▼B



Figur 7

Apparat til bestemmelse af ureakvælstof (7.2.6.1)

▼B

Metode 2.6.2

Bestemmelse af forskellige former for kvælstof i gødninger, der kun indeholder kvælstof i form af nitrat-, ammonium- og ureakvælstof

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en forenklet metode til bestemmelse af forskellige kvælstofforbindelser i gødninger, der kun indeholder nitrat-, ammonium- og ureakvælstof.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på enhver i bilag I opført gødning, som udelukkende indeholder kvælstof som nitrat, ammonium eller urea.

3. **Princip**

Af samme prøveopløsning udtages forskellige alikvote mængder til bestemmelse af:

3.1. *Det totale opløselige kvælstofindhold:*

3.1.1. I nitratfri gødninger, ved anvendelse af Kjeldahls metode direkte på opløsningen.

3.1.2. I nitratholdige gødninger, ved anvendelse af Kjeldahls metode på en alikvot del af opløsningen efter reduktion efter Ulsch; ammoniakken bestemmes i begge tilfælde som beskrevet i metode 2.1.

3.2. Det totale kvælstofindhold med undtagelse af nitratkvælstof ved anvendelse af Kjeldahls metode efter at nitratforbindelserne er elimineret i surt miljø med ferrosulfat; ammoniakken bestemmes som beskrevet i metode 2.1.

3.3. Nitratkvælstof, som differens mellem 3.1.2 og 3.2 og/eller mellem det totale kvælstofindhold (3.1.2) og summen af ammonium- og ureakvælstof (3.4 + 3.5).

3.4. Ammoniumkvælstof, ved kold destillation i svagt basisk miljø; ammoniakken opsamles i svovlsyre-titrervæske og bestemmes som beskrevet i metode 2.1;

3.5. *Ureakvælstof, enten:*

3.5.1. Ved omdannelse ved hjælp af urease til ammoniak, som bestemmes ved titrering med en saltsyreopløsning,

3.5.2. Gravimetrisk med xanthydrol. Biuret fældes samtidigt, men kan uden større fejl medregnes til ureakvælstof, idet det absolutte indhold normalt er ringe i sammensatte gødninger, eller

3.5.3. Som differens ifølge nedenstående tabel:

Tilfælde	Nitrat-kvælstof	Ammoni-umkvælst-of	Differens
1	0	+	(3.1.1) — (3.4)
2	+	+	(3.2) — (3.4)

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. Kaliumsulfat til analyse

4.2. Jern: til analyse, reduceret med hydrogen (den foreskrevne jernmængde skal kunne reducere mindst 50 mg nitratkvælstof)

4.3. Kaliumnitrat til analyse

4.4. Ammoniumsulfat til analyse

4.5. Urea til analyse

4.6. Svovlsyreopløsning: 0,2 mol/l

4.7. Koncentreret natriumhydroxidopløsning: Vandig opløsning på ca. 30 % (W/V) NaOH, ammoniakfri

4.8. Natrium- eller kaliumhydroxidopløsning: 0,2 mol/l, carbonatfri.

4.9. Svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

▼B

4.10. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g /ml) + 1 rumfang vand

4.11. Eddikesyre: 96-100 %

4.12. Svovlsyre: Opløsning indeholdende ca. 30 % (W/V) H_2SO_4, ammoniakfri

4.13. Ferrosulfat: krystallinsk, $FeSO_4 . 7H_2O$

4.14. Titreret svovlsyreopløsning: 0,1 mol/l

4.15. Octylalkohol

4.16. Mættet kaliumcarbonatopløsning

4.17. Natrium- eller kaliumhydroxid: 0,1 mol/l

4.18. Mættet bariumhydroxidopløsning

4.19. Natriumcarbonatopløsning, 10 % (W/V)

4.20. Saltsyre: 2 mol/l

4.21. Saltsyreopløsning: 0,1 mol/l

4.22. *Ureaseopløsning*

0,5 g aktiv urease suspenderes i 100 ml destilleret vand. Ved hjælp af 0,1 mol/l saltsyre (4.21) indstilles pH på 5,4 målt på pH-meter (5.5).

4.23. *Xanthydrol*

5 % opløsning i ethanol eller methanol (4.28) (der må ikke anvendes produkter, som giver en stor uopløselig del). Opløsningen kan holde sig i tre måneder i en godt tillukket flaske beskyttet mod lyset.

4.24. *Katalysator*

Cuprioxid (CuO): 0,30-0,4 g pr. bestemmelse eller en ækvivalent mængde cuprisulfat ($CuSO_4$, $5H_2O$) på 0,95-1,25 g pr. bestemmelse.

4.25. Pimpsten, granuleret, vasket i saltsyre og udglødet

4.26. *Indikatoropløsninger*

4.26.1. Indikatorblanding

Opløsning A: 1 g methylrødt opløses i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidopløsning, og der fyldes op med vand til 1 liter.

Opløsning B: 1 g methylenblåt opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

1 rumfang af opløsning A blandes med 2 rumfang af opløsning B.

Denne indikator er violet i sur opløsning, grå i neutral opløsning og grøn i basisk opløsning. Der anvendes 0,5 ml (10 dråber) af denne opløsning som indikator.

4.26.2. Indikatoropløsning af methylrødt

0,1 g methylrødt opløses i 50 ml 95 % ethanol, tilsættes vand op til 100 ml og filtreres om nødvendigt. Denne indikator (4-5 dråber) kan benyttes i stedet for den foregående.

4.27. *Indikatorpapir*

Lakmus, bromthymolblåt (eller andet indikatorpapir følsomt i pH-området 6-8).

4.28. Ethanol eller methanol: 95 % (W/V).

5. **Apparatur**

5.1. *Destillationsapparat*

Se metode 2.1.

5.2. *Apparatur til bestemmelse af ammoniumkvælstof (7.5.1).*

Se metode 2.6.1 og figur 6.

5.3. *Apparatur til bestemmelse af ureakvælstof efter ureasemetoden (7.6.1).*

Se metode 2.6.1 og figur 7.

5.4. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

5.5. pH-meter

▼B

5.6. *Glasapparatur:*

Præcisionspipetter på 2, 5, 10, 20, 25, 50 og 100 ml.

Kjeldahl-kolber med lang hals på 300 og 500 ml.

Målekolber på 100, 250, 500 og 1 000 ml.

Filterdigler med porediameter på 5-15 μm.

Morter.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Med en nøjagtighed på 1 mg afvejes 10 g prøve, som overføres til en 500 ml målekolbe. Kolben tilsættes 50 ml vand og derefter 20 ml fortyndet saltsyre (4.10), omrystes og stilles i ro, indtil en eventuel kuldioxidudvikling er ophørt. Der tilsættes 400 ml vand, omrystes i en halv time, der fyldes op til mærket med vand, blandes og filtreres gennem et tørt filter over i en tør beholder.

7.2. *Det totale kvælstofindhold*

7.2.1. Når gødningen ikke indeholder nitrat

Af filtratet (7.1) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 100 mg kvælstof og overføres til en 300 ml Kjeldahl-kolbe. Der tilsættes 15 ml koncentreret svovlsyre (4.9), 0,4 g cuprioxid eller 1,25 g cuprisulfat (4.24) og nogle glaskugler for at stabilisere kogningen. Der opvarmes moderat for at sætte reaktionen i gang og derpå kraftigere, indtil væsken bliver farveløs eller svagt grønlig og der fremkommer tydelige hvide dampe. Efter afkøling overføres opløsningen kvantitativt til destillationskolben, fortyndes med vand til 500 ml og tilsættes lidt pimpsten (4.25). Kolben forbindes med destillationsapparatet (5.1) og bestemmelsen fortsættes som beskrevet i 7.1.1.2, metode 2.6.1.

7.2.2. Når gødningen indeholder nitrat

Af filtratet (7.1) af pipetteres en alikvot del indeholdende højst 40 mg nitratkvælstof og overføres til en 500 ml Erlenmeyer-kolbe. På dette stadium af analysen er den totale kvælstofmængde uden betydning. Der tilsættes 10 ml 30 % svovlsyre (4.12), 5 g ferrum reductum (4.2) og Erlenmeyer-kolben dækkes omgående med et urglas. Der opvarmes svagt, indtil reaktionen bliver livlig, men ikke voldsom. På dette tidspunkt standses opvarmningen og kolben henstilles i mindst tre timer ved stuetemperatur. Væsken overføres kvantitativt til en 250 ml målekolbe og uden hensyntagen til uopløst jern. Derpå fyldes op til mærket med vand. Der blandes omhyggeligt. Med pipette overføres en alikvot del indeholdende højst 100 mg kvælstof til en 300 ml Kjeldahl-kolbe. Der tilsættes 15 ml koncentreret svovlsyre (4.9), 0,4 g cuprioxid eller 1,25 g cuprisulfat (4.24) og nogle glaskugler for at stabilisere kogningen. Der opvarmes moderat for at sætte reaktionen i gang og derpå kraftigere, indtil væsken bliver farveløs eller svagt grønlig og der fremkommer tydelige hvide dampe. Efter afkøling overføres opløsningen kvantitativt til destillationskolben, fortyndes med vand til ca. 500 ml og tilsættes lidt pimpsten (4.25). Kolben forbindes med destillationsapparatet (5.1), og bestemmelsen fortsætter som beskrevet i 7.1.1.2, metode 2.6.1.

7.2.3. Blindprøve

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.2.4. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske (4.8) forbrugt til blindprøven, når der anvendes 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.6),

▼B

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen (4.8),

M = prøvens masse i gram i den alikvote del (7.2.1 eller 7.2.2).

7.3. *Det totale kvælstofindhold med undtagelse af nitratkvælstof*

7.3.1. Analyse

Til en 300 ml Kjeldahl-kolbe overføres med pipette en alikvot del af filtratet (7.1) højst indeholdende 50 mg kvælstof, der skal bestemmes. Der fortyndes med vand til 100 ml og tilsættes 5 g ferrosulfat (4.13) 20 ml koncentreret svovlsyre (4.9) og nogle glaskugler for at stabilisere kogningen. Der opvarmes moderat til at begynde med, hvorefter varmetilførslen øges, indtil der fremkommer hvide dampe. Reaktionen fortsættes i 15 minutter. Opvarmningen afbrydes for at tilsætte 0,4 g cuprioxid eller 1,25 g cuprisulfat (4.24) og fortsættes derpå i endnu 10-15 minutter, hvor der udvikles hvide dampe. Efter afkøling overføres indholdet i Kjeldahl-kolben kvantitativt til destillationsapparatets kogekolbe (5.1). Der fortyndes med vand til ca. 500 ml og tilsættes lidt pimpsten (4.25). Kolben forbindes med destillationsapparatet, og bestemmelsen fortsætter som beskrevet i 7.1.1.2, metode 2.6.1.

7.3.2. Blindprøve

Se 7.2.3.

7.3.3. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til blindanalysen, når der afpipetteres 50 ml 0,2 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.6) i forlaget (4.8),

A = ml 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen (4.8),

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til bestemmelsen.

7.4. *Nitratkvælstof*

findes som differens mellem resultaterne:

7.2.4. — (7.5.3. + 7.6.3.)

eller

7.2.4. — (7.5.3. + 7.6.5.)

eller

7.2.4. — (7.5.3. + 7.6.6.)

7.5. *Ammoniumkvælstof*

7.5.1. Analyse

Af filtratet (7.1) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 20 mg ammoniumkvælstof og overføres til den tørre beholder fra apparatet (5.2). Apparatet samles. Nøjagtigt 50 ml 0,1 mol/l svovlsyre-titrervæske (4.14) overføres med pipette til 300 ml Erlenmeyer-kolben, og der tilsættes tilstrækkeligt destilleret vand til at væskeoverfladen befinder sig ca. 5 cm over tilførselsrørets åbning. Gennem siderøret på reaktionsbeholderen tilsættes så meget destilleret vand, at rumfanget bringes op på ca. 50 ml. Der omrystes. For at undgå generende skumdannelse i forbindelse med luftgennemstrømningen tilsættes nogle dråber octylalcohol (4.15). Indholdet gøres basisk med 50 ml mættet kaliumcarbonatopløsning (4.16) og straks begynder afgivelsen af den frigjorte ammoniak fra den kolde suspension. En kraftig luftstrøm er nødvendig (ca. 3 liter pr. minut). Før luften ledes gennem apparatet renses den ved at passere vaskeflasker med fortyndet svovlsyre og fortyndet natriumhydroxid. I stedet for trykluft kan der benyttes vakuum, såfremt forbindelsen til apparatet er tæt.

Ammoniakken er normalt fuldstændig frigivet efter 3 timer.

▼B

Det er dog nyttigt at overbevise sig herom ved at udskifte Erlenmeyer-kolben. Når proceduren er afsluttet, fjernes Erlenmeyer-kolben fra apparatet, det yderste af tilførselsrøret samt Erlenmeyer-kolbens væg skylles med lidt destilleret vand og syreoverskuddet titreres med 0,1 mol/l natriumhydroxidtiterevæske (4.17).

7.5.2. Blindprøve

Se 7.2.3.

7.5.3. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,1 mol/l titreret natrium- eller kaliumhydroxid-opløsning (4.17) forbrugt til blindanalysen, når der afpipetteres 50 ml 0,1 mol/l titreret svovlsyre-opløsning (4.14) til apparatets 300 ml Erlenmeyer-kolbe (5.2),

A = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt til analysen (4.17),

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til analysen.

7.6. *Ureakvælstof*

7.6.1. Urease-metoden

Af filtratet (7.1) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 250 mg ureakvælstof, som overføres til en 500 ml målekolbe. For at fælde phosphater tilsættes en passende mængde mættet bariumhydroxidopløsning (4.18), indtil der ved yderligere tilsætning ikke dannes mere bundfald. Derefter fjernes overskuddet af bariumioner (og eventuelle opløste calciumioner) med 10 % natriumcarbonatopløsning (4.19). Kolben stilles i ro og det kontrolleres om fældningen er fuldstændig. Der fyldes op til mærket, blandes og filtreres gennem et foldefilter. Med pipette overføres 50 ml af filtratet til apparatets 300 ml Erlenmeyer-kolbe (5.3). Væsken gøres sur med 2 mol/l saltsyre (4.20) til pH 3,0 målt på pH-meter. Derpå ændres pH til 5,4 med 0,1 mol/l natriumhydroxid (4.17). For at undgå tab af ammoniak under hydrolysen med urease lukkes Erlenmeyer-kolben med en prop forsynet med en tragt med hane og en lille sikkerhedsbeholder indeholdende nøjagtigt 2 ml 0,1 mol/l saltsyretitrervæske (4.21). Gennem tragten med hane tilsættes 20 ml ureaseopløsning (4.22), hvorefter kolben henstilles en time ved 20-25 °C. Opløsningen tilsættes med pipette 25 ml 0,1 mol/l saltsyre-titrervæske (4.2) gennem tragten, som skylles med lidt vand. Indholdet fra sikkerhedsbeholderen overføres kvantitativt til Erlenmeyer-kolben. Syreoverskuddet tilbagetitreres med 0,1 mol/l natriumhydroxid-titrervæske (4.17), indtil pH er 5,4 målt på pH-meter.

Bemærkninger

1. Efter fældning med bariumhydroxid- og natriumcarbonatopløsningerne fyldes op til mærket, filtreres og neutraliseres hurtigst muligt.

2. Kontrollen af titreringen kan ligeledes udføres med indikator (4.26), men omslagspunktet er i så fald vanskeligere at iagttage.

7.6.2. Blindprøve

Se 7.2.3.

7.6.3. Angivelse af resultatet

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

hvor

a = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske (4.17) forbrugt ved blindanalysen, som gennemføres under nøjagtigt samme betingelser som analysen,

▼B

A = ml 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxid-titrervæske forbrugt ved blindanalysen (4.17),

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til analysen.

7.6.4. Gravimetrisk metode med xanthydrol

Af filtratet (7.1) afpipetteres en alikvot del indeholdende højst 20 mg urea, som overføres til et 100 ml bægerglas. 40 ml eddikesyre (4.11) tilsættes. Der omrøres med en glasstav i et minut. Derpå henstilles opløsningen i fem minutter for at give et eventuelt bundfald tid til at sætte sig. Efter filtrering og udvaskning med nogle dråber eddikesyre (4.11) tilsættes filtratet, dråbe for dråbe, 10 ml xanthydrol (4.23) under stadig omrøring med glaspinden. Opløsningen hensættes, indtil udfældningen begynder. Der omrøres på ny 1-2 minutter. Glasset henstilles 1 1/2 time. Indholdet filtreres ved svagt vakuum gennem en forud tørret og vejet glasfilterdigel; bundfaldet vaskes 3 gange med 5 ml ethanol (4.28) uden forsøg på at fjerne eddikesyren. Filterdiglen anbringes en time i varmeskab ved 130 °C (må ikke overstige 145 °C), afkøles i ekssikkator og vejes.

7.6.5. Angivelse af resultatet

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

hvor

m = bundfaldets masse i gram

M = prøvens masse i gram i den alikvote del, udtaget til bestemmelsen.

Der korrigeres med resultatet af blindanalysen. Biuret kan normalt uden større fejl medregnes som ureakvælstof, idet det absolutte indhold heraf er ringe i sammensatte gødninger.

7.6.6. Bestemt som differens

Ureakvælstof kan ligeledes beregnes efter følgende tabel:

Tilfælde	Nitrat-N	Ammonium-N	Urea-N
1	0	+	(7.2.4) — (7.5.3)
2	+	+	(7.3.3) — (7.5.3)

8. **Efterprøvning af resultaterne**

Forud for hver analyse kontrolleres apparaturets virkemåde og nøjagtigheden ved den anvendte fremgangsmåde på en standardopløsning, som indeholder de forskellige kvælstofforbindelser i lignende indbyrdes forhold som i prøven. Denne standardopløsning fremstilles på grundlag af standardopløsninger af kaliumnitrat (4.3), ammoniumsulfat (4.4) og urea (4.5).

Metode 3

Phosphor

Metode 3.1

Ekstraktion

Metode 3.1.1

Ekstraktion af phosphor opløseligt i mineralske syrer

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til ekstraktion af phosphor opløseligt i mineralske syrer.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på de phosphatgødninger, der er anført i bilag I.

▼B

3. **Princip**

Ekstraktion af phosphor i gødningen med en blanding af salpetersyre og svovlsyre.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. Svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2. Salpetersyre (d_{20} = 1,40 g/ml)

5. **Apparatur**

Almindeligt laboratorieudstyr.

5.1. Kjeldahl-kolbe med et rumfang på mindst 500 ml eller en kolbe på 250 ml, forsynet med et glasrør, der virker som tilbageløbssvaler

5.2. Målekolbe på 500 ml

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en prøvemængde på 2,5 g, som overføres til en tør Kjeldahl kolbe.

7.2. *Ekstraktion*

Der tilsættes 15 ml vand og omrystes for at bringe stoffet i suspension. Der tilsættes 20 ml salpetersyre (4.2) og meget forsigtigt 30 ml svovlsyre (4.1).

Når en eventuel kraftig indledende reaktion er ophørt, bringes kolbens indhold langsomt i kog og holdes kogende i 30 minutter, hvorefter der afkøles. Herpå tilsættes meget forsigtigt og under omrystning ca. 150 ml vand. Derpå koges opløsningen igen i 15 minutter.

Væsken afkøles fuldstændigt og hældes over i en 500 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket, blandes og filtreres på et tørt, phosphorfrit foldefilter. Den første portion af filtratet kasseres.

7.3. *Måling*

Bestemmelsen af det ekstraherede phosphor gennemføres på en alikvot del af den således fremstillede opløsning efter metode nr. 3.2.

Metode 3.1.2

Ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % myresyre (20 g/liter)

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en til ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % myresyre (20 g/liter).

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på bløde råphosphater.

3. **Princip**

For at adskille de hårde råphosphater fra de bløde råphosphater foretages en ekstraktion af det phosphor, der er opløseligt i myresyre, under fastlagte betingelser.

4. **Reagenser**

4.1. *Myresyreopløsning, 2 % (20 g/liter)*

Anmærkning

82 ml myresyre (koncentration 98-100 %, d_{20} = 1,22 g/ml) fortyndes til 5 liter med destilleret vand.

5. **Apparatur**

Almindeligt laboratorieudstyr.

5.1. Målekolbe på 500 ml (f.eks. Stohmannflaske)

5.2. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

▼B

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 5 g af den forbehandlede prøve, og dette overføres til en tør Stohmann-målekolbe på 500 ml (5.1) med vid hals.

7.2. *Ekstraktion*

Under roterende bevægelse af kolben tilsættes myresyre (4.1) med en temperatur på 20 (± 1) °C til ca. 1 cm under målestregen, hvorefter der fyldes op til mærket. Derefter lukkes kolben med en gummiprop og omrystes i 30 minutter i rotationsapparatet (5.2) ved en temperatur på 20 (± 2) °C.

Der filtreres på et tørt phosphorfrit foldefilter over i en tør glasbeholder. Den første portion af filtratet kasseres.

7.3. *Måling*

Phosphor bestemmes i en alikvot del af det helt klare filtrat efter metode 3.2.

Metode 3.1.3

Ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % citronsyre (20 g/liter)

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en til ekstraktion af phosphor opløseligt i 2 % citronsyre (20 g/liter).

2. **Anvendelsesområde**

Denne kan udelukkende anvendes på thomasphosphat (bilag I A).

3. **Princip**

Ekstraktion af phosphor i gødningen med en 2 % citronsyreopløsning (20 g/liter) under fastlagte betingelser.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. *2 % citronsyreopløsning (20 g/liter), fremstillet af rent, krystallinsk citronsyre ($C_6H_8O_7 . H_2O$).*

Anmærkning

Koncentrationen af denne citronsyreopløsning kontrolleres ved at titrere 10 ml af den med 0,1 mol/l natriumhydroxid-titrervæske og anvende phenolphtalein som indikator.

Hvis opløsningen er nøjagtig, skal resultatet blive 28,55 ml.

5. **Apparatur**

5.1. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

6. **Forbehandling af prøven**

Analysen udføres på produktet, som dette er modtaget, efter at have blandet den oprindelige prøve for at sikre, at den er homogen. Se 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 5 g prøve, som overføres til en tør kolbe med tilstrækkelig vid hals og et rumfang på mindst 600 ml, som tillader en god omrystning.

7.2. *Ekstraktion*

Der tilsættes 500 ± 1 ml af citronsyreopløsningen med en temperatur på 20(± 1) °C. Under tilsætningen af de første ml reagens omrystes kraftigt med hånden for at undgå at der dannes klumper samt hindre adsorption til kolbevæggen. Kolben lukkes med en gummiprop og omrystes i rotationsapparat (5.1) i nøjagtigt 30 minutter ved en temperatur på 20 (± 2) °C.

▼B

Der filtreres omgående på et tørt, phosphorfrit foldefilter over i en tør beholder. De første 20 ml af filtratet kasseres. Filtreringen fortsættes, indtil der er opnået en filtratmængde, som er tilstrækkelig til den egentlige phosphorbestemmelse.

7.3. *Måling*

Bestemmelsen af det ekstraherede phosphor gennemføres på en alikvot del af den således fremstillede opløsning efter 3.2.

Metode 3.1.4

Ekstraktion af phosphor opløseligt i neutralt ammoniumcitrat

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til ekstraktion af phosphor opløseligt i neutralt ammoniumcitrat.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle gødninger, hvis opløselighed i neutralt ammoniumcitrat er angivet (se bilag I).

3. **Princip**

Ekstraktion af phosphor ved en temperatur på 65 °C med en neutral opløsning af ammoniumcitrat (pH = 7,0) under fastlagte betingelser.

4. **Reagens**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. *Neutral ammoniumcitratopløsning (pH = 7,0)*

Denne opløsning skal pr. liter indeholde 185 g ren, krystallinsk citronsyre og skal have en massefylde på 1,09 ved 20 °C og pH 7,0.

Reagenset fremstilles på følgende måde:

370 g ren krystallinsk citronsyre ($C_6H_8O_7$. H_2O) opløses i ca. 1,5 liter vand og gøres næsten neutral ved tilsætning af 345 ml ammoniakopløsning (28-29 % NH_3). Hvis koncentrationen af NH_3 er lavere end 28 %, tilsættes en tilsvarende større mængde ammoniakopløsning, og citronsyren opløses i en tilsvarende mindre mængde vand.

Opløsningen afkøles og indstilles nøjagtigt på neutralpunktet: pH-metrets elektroder holdes neddyppet i opløsningen; dråbevis og under fortsat omrøring (mekanisk omrøring) tilsættes ammoniakopløsning med 28-29 % NH_3, indtil pH er nøjagtig 7,0 ved en temperatur på 20 °C. På dette tidspunkt fyldes op til et rumfang på 2 liter, og pH-værdien kontrolleres på ny. Reagenset opbevares i en lukket beholder, og pH kontrolleres med mellemrum.

5. **Apparatur**

5.1. Bægerglas på 2 liter

5.2. pH-meter

5.3. Erlenmeyer-kolbe på 200 eller 250 ml

5.4. Målekolber på 500 ml og på 2 000 ml

5.5. Termostatreguleret vandbad på 65 °C, forsynet med en egnet omryster (se figur 8)

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

1 eller 3 gram af den gødning, der skal analyseres (se forordningens bilag I A og B), overføres til en Erlenmeyer-kolbe på 200 eller 250 ml indeholdende 100 ml ammoniumcitratopløsning, som forud er opvarmet til 65 °C.

7.2. *Analyse af opløsningen*

Erlenmeyer-kolben lukkes lufttæt og omrystes for at bringe gødningen i suspension uden af den klumper. Proppen løsnes et øjeblik for at udligne trykforskellen, hvorefter Erlenmeyer-kolben på ny tillukkes, anbringes i et vandbad, som er indstillet til at holde kolbens indhold

▼B

på nøjagtigt 65 °C, og fastgøres til rysteapparatet (se figur 8). Under omrystningen skal væskeniveauet i kolben hele tiden ligge under niveauet i vandbadet ([1]). Den mekaniske omrystning reguleres på en sådan måde, at der sikres en vedvarende suspension.

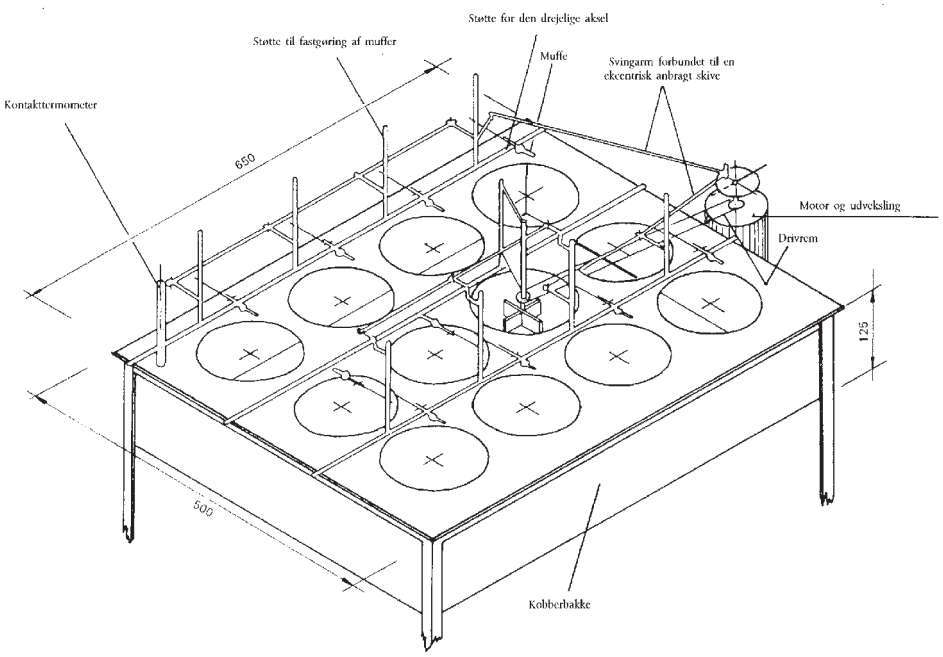
Efter nøjagtig en times omrystning tages Erlenmeyer-kolben op af vandbadet.

Den afkøles omgående under rindende vand til stuetemperatur, hvorefter indholdet ved hjælp af en vandstråle straks overføres til en 500 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand. Der blandes omhyggeligt. Der filtreres omgående på et tørt foldefilter (phosphorfrit, mellemhastighed) over i en tør beholder. Den første del af filtratet (ca. 50 ml) kasseres.

Derefter opsamles ca. 100 ml af det klare filtrat.

7.3. *Måling*

I det således fremstillede ekstrakt bestemmes phosphorindholdet efter metode 3.2.



Figur 8

Metode 3.1.5

Ekstraktion med basisk ammoniumcitrat

Metode 3.1.5.1

Ekstraktion af opløseligt phosphor efer Petermann ved 65 °C

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til varm ekstraktion af phosphor, opløseligt i basisk ammoniumcitrat.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på dicalciumphosphat, fældet som dihydrat ($CaHPO_4 . 2H_2O$).

3. **Princip**

Ekstraktion af phosphor ved en temperatur på 65 °C med en basisk opløsning af ammoniumcitrat (Petermann) under fastlagte betingelser.

([1]) I mangel af et mekanisk rysteapparat kan kolben omrystes med hånden for hver 5 minutter.

▼B

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand med samme egenskaber som destilleret vand.

4.1. Petermanns-opløsning

4.2. *Karakteristik*

Citronsyre ($C_6H_8O_7$. H_2O): 173 g pr. liter.

Ammoniak: 42 g ammoniakkvælstof pr. liter.

pH skal være mellem 9,4 og 9,7.

Fremstilling ud fra diammoniumcitrat

I en 5 liter målekolbe opløses 931 g diammoniumcitrat (molekylemasse 226,19) i ca. 3 500 ml vand. Under omrystning og afkøling i rindende vand tilsættes ammoniak i små portioner. Eksempelvis skal der ved d_{20} = 906 g/ml, svarende til 20,81 % ammoniakkvælstof efter masse, anvendes 502 ml ammoniakopløsning. Temperaturen holdes på 20 °C, og der tilsættes destilleret vand op til 5 liter. Derefter blandes.

Fremstilling ud fra citronsyre og ammoniak

I en beholder på ca. 5 liter opløses 865 g ren citronsyre monohydrat i ca. 2 500 ml destilleret vand. Beholderen anbringes i koldt vand og tilsættes i små portioner og under fortsat omrystning ammoniak gennem en tragt, hvor det nederste af stilken stikker ned i citronsyreopløsningen. Eksempelvis skal der ved d_{20} = 906 g/ml, svarende til 20,81 % ammoniakkvælstof efter masse, tilsættes 1 114 ml ammoniakopløsning. Temperaturen holdes på 20 °C, og opløsningen overføres til en 5 000 ml målekolbe. Der tilsættes destilleret vand til mærket og blandes.

Kontrol på indholdet af ammoniakkvælstof

Af opløsningen udtages 25 ml, som overføres til en 250 ml målekolbe, tilsættes destilleret vand til mærket og blandes. Af denne opløsning udtages 25 ml, hvori indholdet af ammoniak bestemmes efter metode 2.1. Hvis opløsningen er korrekt, skal der anvendes 15 ml 0,5 H_2SO_4.

Hvis indholdet af ammoniakkvælstof er større end 42 g/l, kan NH_3 fjernes med en luftstrøm af en inert gas eller ved svag opvarmning, således at pH bliver 9,7. En ny kontrolanalyse udføres.

Hvis indholdet af ammoniakkvælstof er mindre end 42 g/l, skal der tilsættes en masse — M — af ammoniakvand:

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

$$\text{eller et volumen } V = \frac{M}{0{,}906} \text{ ved 20 °C}$$

Hvis V er mindre en 25 ml, tilsættes 5 liter målekolben direkte massen V gange 0,173 g pulveriseret citronsyre.

Hvis V er større end 25 ml, fremstilles en ny liter reagens på følgende måde:

173 g citronsyre afvejes og opløses i 500 ml vand. Under de ovenfor angivne forsigtighedsregler tilsættes 225 + V gange 1,206 ml af den ammoniakopløsning, der er brugt til fremstillingen af de 5 liter reagens. Der fyldes op til mærket med vand. Derefter blandes.

Denne liter opløsning blandes med de tidligere fremstillede 4 975 ml.

5. **Apparatur**

5.1. Vandbad, der kan indstilles på temperaturen 65 (± 1) °C

5.2. Målekolbe på 500 ml (f.eks. Stohmannflaske)

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

▼B

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 1 g af den forbehandlede prøve og overføres til en 500 ml målekolbe (5.2).

7.2. *Ekstraktion*

200 ml basisk ammoniumcitratopløsning (4.1) tilsættes. Kolben tilproppes og rystes kraftigt med hånden for at undgå at der dannes klumper samt hindre adsorption til kolbevæggen.

Kolben anbringes i vandbad indstillet på 65 °C og omrystes hvert femte minut i den første halve time. Efter hver omrystning lettes proppen for at udligne trykket. Vandoverfladen i vandbadet skal befinde sig over væskeoverfladen i kolben. Kolben skal derefter stå yderligere 1 time i vandbadet ved 65 °C under omrystning hver tiende minut. Kolben fjernes fra vandbadet, afkøles til stuetemperatur (omkring 20 °C), tilsættes destilleret vand op til 500 ml og omrystes. Blandingen filtreres gennem et phosphorfrit foldefilter. Det første filtrat kasseres.

7.3. *Måling*

Bestemmelse af det ekstraherede phosphor gennemføres på en alikvot del af den således fremkomne opløsning efter metode 3.2.

Metode 3.1.5.2

Ekstraktion af opløseligt phosphor efter Petermann ved stuetemperatur

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til kold ekstraktion af phosphor, opløseligt i basisk ammoniumcitrat.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan udelukkende anvendes på glødephosphater.

3. **Princip**

Ekstraktion af phosphor ved en stuetemperatur på 20 °C med en basisk ammoniumcitratopløsning (Petermann) under fastlagte betingelser.

4. **Reagens**

Se metode 3.1.5.1.

5. **Apparatur**

5.1. Almindeligt laboratorieudstyr samt en målekolbe på 250 ml (f.eks. Stohmannflaske).

5.2. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 2,5 g af den forbehandlede prøve og overføres til målekolbe på 250 ml (5.1).

7.2. *Ekstraktion*

Der tilsættes lidt af Petermanns-opløsning ved 20 °C, omrystes kraftigt for at undgå at der dannes klumper samt hindre adsorption til kolbevæggen. Der fyldes op til mærket med Petermanns-opløsning, og kolben lukkes med en gummiprop.

Der omrystes i et roterende rysteapparat (5.2) i to timer. Der filtreres omgående på et tørt, phosphorfrit foldefilter over i en tør beholder. Den første del af filtratet kasseres.

7.3. *Måling*

Bestemmelsen af det ekstraherede phosphor gennemføres på en alikvot del af den således fremstillede opløsning efter metode 3.2.

▼B

Metode 3.1.5.3

Estraktion af opløseligt phosphor Joulies basiske ammoniumcitratopløsning

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til ekstraktion af phosphor, opløseligt i Joulies basiske ammoniumcitrat.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle phosphatgødninger — sammensatte gødninger indbefattet — hvor phosphor findes som aluminium-calciumphosphat.

3. **Princip**

Ekstraktion ved en stuetemperatur på 20 °C under veldefineret omrystning og eventuelt ved tilstedeværelse af oxin med en basisk ammoniumcitratopløsning med nærmere angiven sammensætning.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand.

4.1. *Basisk ammoniumcitratopløsning efter Joulie*

Denne opløsning indeholder 400 g citronsyre og 153 g NH_3 pr. liter. Dens indhold af fri ammoniak ligger i nærheden af 55 g pr. liter. Den kan tilberedes ved anvendelse af en af nedennævnte fremgangsmåder:

4.1.1. I en målekolbe på 1 liter opløses 400 g ren citronsyre ($C_6H_8O_7$. H_2O) i ca. 600 ml ammoniak (d_{20} = 0,925 g/ml, eller 200 g NH_3 pr. liter). Citronsyren tilsættes i portioner på 50-80 g ad gangen under samtidig afkøling, så maksimumstemperaturen ikke overstiger 50 °C. Der fyldes op med ammoniak til et rumfang på 1 000 ml.

4.1.2. I en målekolbe på 1 000 ml opløses 432 g rent ammoniumcitrat ($C_6H_{14}N_2O_7$). Der tilsættes 440 ml ammoniak (d_{20} = 0,925 g/ml). Der fyldes op med vand til et rumfang på 1 000 ml.

Anmærkning

Kontrol af indholdet af total ammoniak.

Der udtages 10 ml af citratopløsningen og anbringes i en kolbe på 250 ml. Der fyldes op til mærket med destilleret vand. Af denne opløsning udtages 25 ml, hvori indholdet af ammoniakkvælstof bestemmes efter metode 2.1.

1 ml H_2SO_4 0,5 mol/l = 0,008516 g NH_3

Under disse omstændigheder anses reagenset for at være korrekt, såfremt det antal ml, der findes ved titreringen, ligger mellem 17,7 og 18 ml.

Hvis ikke, skal der tilsættes 4,25 ml ammoniak (d_{20} = 0,925 g/l) for hver 0,1 ml under de ovennævnte 18 ml.

4.2. 8-hydroxyquinolin (oxin), pulveriseret

5. **Apparatur**

5.1. Almindeligt laboratorieudstyr og en lille glas- eller porcelænsmorter med tilhørende pistil

5.2. Målekolber på 500 ml

5.3. Målekolbe på 1 000 ml

5.4. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,0005 g afvejes 1 g af den forbehandlede gødning og overføres til en lille morter, fugtes med en halv snes dråber citratopløsning (4.1) og findeles meget omhyggeligt med pistillen.

▼B

7.2. *Ekstraktion*

Der tilsættes 20 ml citratopløsning (4.1), og den pastaagtige masse udrøres i denne væske, hvorefter blandingen henstår i ca. 1 minut.

Væsken overføres til 500 ml målekolben, idet det, der ikke er udrevet tilstrækkelig godt lades tilbage i morteren. Denne rest tilsættes 20 ml citratopløsning (4.1), der udrives som ovenfor og væsken overføres til målekolben. 4 gange gentages denne procedure, således at hele prøven er blevet overført til målekolben efter femte udsivning. Den samlede mængde citratopløsning, der medgår til disse operationer, bør være på ca. 100 ml.

Morteren og pistillen skylles over målekolben med 40 ml destilleret vand.

Den tilproppede kolbe omrystes i rotationsapparat (5.4) i 3 timer.

Efter at kolben derefter har stået i ro i 15-16 timer, genoptages omrystningen under de samme betingelser og fortsættes i 3 timer. Temperaturen holdes under hele operationen på 20 (± 2) °C.

Der fyldes op til mærket med destilleret vand og filtreres på et tørt filter. De første portioner af filtratet kasseres, hvorefter det klare filtrat opsamles i en tør kolbe.

7.3. *Måling*

Bestemmelsen af det ekstraherede phosphor sker på en alikvot del af den således fremstillede opløsning efter metode 3.2.

8. **Tllæg**

Oxintilsætning gør det muligt at benytte denne metode til gødninger, der indeholder magnesium. Tilsætningen anbefales, såfremt forholdet mellem indholdet af magnesium og phosphor overstiger 0,03 (Mg/P_2O_5 > 0,03). I så fald tilsættes 3 g oxin til den fugtede prøve. Tilsætning af oxin, når der ikke er magnesium til stede, vil desuden med sandsynlighed ikke påvirke bestemmelsen. Hvis det vides, at magnesium ikke er tilstede, er det imidlertid muligt at undlade oxintilsætningen.

Metode 3.1.6

Ekstraktion af vandopløseligt phosphor

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af vandopløseligt phosphor.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle gødninger — sammensatte gødninger indbefattet — hvor der er foreskrevet en bestemmelse af det vandopløselige phosphor.

3. **Princip**

Ekstraktion med vand ved omrystning under fastlagte betingelser.

4. **Reagens**

Destilleret eller demineraliseret vand

5. **Apparatur**

5.1. Målekolbe på 500 ml (f.eks. Stohmannflaske)

5.2. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning af prøven*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes 5 g af den forbehandlede prøve og overføres til målekolbe på 500 ml (5.1).

7.2. *Ekstraktion*

Til kolben tilsættes 450 ml vand med en temperatur på 20-25 °C.

▼B

Der omrystes i rotationsapparatet (5.2) i 30 minutter.

Derefter fyldes op til mærket med vand, blandes omhyggeligt ved omrystning og filtreres gennem et tørt, phosphorfrit foldefilter over i en tør beholder.

7.3. *Måling*

Bestemmelsen af phosphor gennemføres på en alikvot del af den således fremstillede opløsning efter metode nr. 3.2.

Metode 3.2

Bestemmelse af ekstraheret phosphor

(gravimetrisk metode med quinolinphosphormolybdat)

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til bestemmelse af det ekstraherede phosphor fra gødninger.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle de gødningsekstrakter ([1]), hvori forskellige phosphorforbindelser skal bestemmes.

3. **Princip**

Efter en eventuel hydrolyse fældes de forskellige former for phosphor bortset fra orthophosphater de orthophosphaterede ioner i surt miljø som quinolinphosphormolybdat.

Efter filtrering og udvaskning tørres bundfaldet ved 250 °C og vejes.

Under de angivne forsøgsbetingelser vil forbindelser, der kan forekomme i opløsningen (uorganiske eller organiske syrer, ammoniumioner, opløste silikater, osv.) ikke genere, såfremt der til fældningen anvendes et reagens fremstillet af natrium- eller ammoniummolybdat.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. Koncentreret saltsyre (d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2. *Reagensfremstilling*

4.2.1. Fremstilling af fældningsreagens ud fra natriummolybdat

Opløsning A: 70 g natriummolybdat (dihydrat) opløses i 100 ml destilleret vand.

Opløsning B: 60 g ren citronsyre (monohydrat) opløses i 100 ml destilleret vand, og der tilsættes 85 ml koncentreret saltsyre (4.1).

Opløsning C: Opløsning C fremstilles ved under omrøring at tilsætte opløsning A til opløsning B.

Opløsning D: Til 50 ml destilleret vand tilsættes 35 ml koncentreret salpetersyre (4.1) og derpå 5 ml frisk destilleret quinolin. Opløsning D tilsættes til opløsning C, blandes omhyggeligt og henstår derpå en nat i mørke. Herefter fyldes op med 500 ml med destilleret vand, blandes på ny og filtreres på filtrertragt (5.6).

4.2.2. Fremstilling af fældningsreagens ud fra ammoniummolybdat

Opløsning A: 100 g ammoniummolybdat til analyse opløses i 300 ml destilleret vand under svag opvarmning og regelmæssig omrystning.

Opløsning B: 120 g ren citronsyre (monohydrat) opløses i 200 ml destilleret vand og tilsættes 170 ml koncentreret salpetersyre (4.1).

Opløsning C: 10 ml frisk destilleret quinolin tilsættes til 70 ml koncentreret salpetersyre (4.1).

Opløsning D: Opløsning A hældes langsomt og under grundig omrøring over i opløsning B. Efter omhyggelig blanding tilsættes opløsning C til denne blanding, og der fyldes op til en liter, hvorefter

([1]) Phosphor opløseligt i minerale syrer, vandopløseligt phosphor, phosphor opløseligt i ammoniumcitratopløsninger, phosphor opløseligt i 2 % citronsyre og phosphor opløseligt i 2 % myresyre.

▼B

blandingen henstår i mørke i to døgn og til slut filtreres på filtertragt (5.6).

Reagenserne 4.2.1 og 4.2.2 kan anvendes med lige stor berettigelse, begge skal opbevares i mørke i hermetisk tillukkede flasker af polyethylen.

5. **Apparatur**

5.1. Almindeligt laboratorieudstyr samt 500 ml Erlenmeyer-kolbe med vid hals

5.2. Kalibrerede pipetter på 10, 25 og 50 ml

5.3. Glasfilterdigel med en porestørrelse på 5-20 μm

5.4. Kolbe til vakuumfiltrering

5.5. Varmeskab, der kan indstilles på 250 (± 10) °C

5.6. Glasfilterdigel med en porestørrelse på 5-20 μm

6. **Fremgangsmåde**

6.1. *Prøveudtagning fra opløsningen*

Med pipette udtages en alikvot del af gødningsekstraktet (se tabel 2), indeholdende ca. 0,010 g P_2O_5 (0,004 g P), som overføres til en 500 ml Erlenmeyer-kolbe. Der tilsættes 15 ml koncentreret salpetersyre ([1]) (4.1) og fortyndes med vand til ca. 100 ml.

Tabel 2

Bestemmelse af alikvote mængder, der udtages til fældning af quinolinphosphormolybdat

% P_2O_5 i gødningen	% p i gødningen	Prøve til analyse (g)	Fortynding (à (til ml)	Prøve (ml)	Fortynding (til ml)	Prøvetil bundfældning (ml)	Faktor for omregning af quinolinphosphormolybdat til % P_2O_5	Faktor for omregning af quinolinphosphormolybdat til % 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

6.2. *Hydrolyse*

Når metaphosphater, pyrophosphater eller polyphosphat findes i opløsningen hydrolyseres på følgende måde:

Indholdet i Erlenmeyer-kolben bringes til at koge svagt og holdes svagt kogende, indtil hydrolysen er tilendebragt (i almindelighed 1 time). Der kan eksempelvis anbringes en svaler i kolbehalsen for at hindre tab ved væskesprøjt eller en for kraftig fordampning, hvilket kan mindske rumfanget til under det halve af begyndelsesrumfanget. Efter endt hydrolyse erstattes det fordampede vand med destilleret vand.

6.3. *Vejning af diglen*

Filterdiglen (5.3) tørres i 15 minutter i varmeskabet, som er indstillet på 250 (± 10) °C. Den vejes efter afkøling i en ekssikkator.

6.4. *Fældning*

Den sure opløsning i Erlenmeyer-kolben opvarmes til kogepunktet, hvorefter fældningen af quinolinphosphormolybdat sker ved dråbe for dråbe og under vedvarende omrøring at tilsætte 40 ml af fældningsreagenset (reagens 4.2.1 eller 4.2.2) ([2]). Erlenmeyer-kolben anbringes i et

([1]) 21 ml, når den opløsning, der skal bundfældes, indeholder mere end 15 ml citratopløsning (neutral citratopløsning eller basisk citratopløsning efter Petermann eller Joulie).

([2]) Når der til fældning er udtaget mere end 15 ml citratopløsning (neutral citratopløsning, Petermanns eller Joulie's basiske citratopløsning) og derfor tilsat 21 ml koncentreret salpetersyre, anvendes 80 ml fældningsreagens.

▼B

kogende vandbad i 15 minutter og omrystes med mellemrum. Filtreringen kan ske umiddelbart herefter eller efter en afkøling.

6.5. *Filtrering og udvaskning*

Der dekanteres og filtreres under vakuum. Bundfaldet i Erlenmeyerkolben vaskes med 30 ml vand. Opløsningen dekanteres og filtreres. Denne operation gentages fem gange. Resten af bundfaldet overføres til diglen ved hjælp af en sprøjteflaske. Det udvaskes fire gange med 20 ml vand, idet vaskevandet suges helt fra, før en ny portion tilsættes. Bundfaldet tørres grundigt.

6.6. *Tørring og vejning*

Diglen aftørres udvendigt med filtrerpapir og anbringes derefter i varmeskabet ved en temperatur på 250 °C (5.5), indtil massen er blevet konstant (i almindelighed 15 minutter); derpå afkøles den i ekssikkator til stuetemperatur og vejes hurtigt.

6.7. *Blindprøve*

For hver serie af bestemmelser gennemføres en blindprøve, idet der udelukkende anvendes reagenser og opløsningsmidler i de mængder, der er benyttet til ekstraktionen (citratopløsning, osv.) og tages hensyn til denne blindprøve ved beregningen af slutresultatet.

6.8. *Kontrol*

Bestemmelsen gennemføres på en alikvot mængde af en vandig opløsning af kaliumdihydrogenphosphat indeholdende 0,01 g P_2O_5.

7. **Angivelse af resultatet**

Benyttes de i tabellen angivne størrelser for afvejet mængde og for fortyndinger, anvendes følgende formel:

$$\% \text{ P i gødningen} = (A - a) \times F'$$

eller

$$\% \ P_2O_5 \text{ i gødningen} = (A - a) \times F$$

hvor

A = massen af quinolinphosphormolybdat i gram,

a = massen af quinolinphosphormolybdat i blindprøven i gram,

F og F′ = faktorer i de to sidste kolonner i tabel 2.

Benyttes andre end de i tabellen angivne størrelser for afvejet mængde og for fortyndingen, anvendes følgende formel:

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

eller

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

hvor

f and f′ = omregningsfaktorer for omregning af quinoliphosphormolybdat til P_2O_5= 0,032074, (f) eller til P = 0,013984 (f'),

D = fortyndingsfaktor,

M = den analyserede prøves masse, i gram.

▼B

Metode 4

Kalium

Metode 4.1

Bestemmelse af vandopløseligt kalium

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af indholdet af vandopløseligt kalium.

2. **Anvendelsesområde**

Alle kaliumgødninger anført i bilag I.

3. **Princip**

Kalium bestemmes i en vandig opløsning af prøven. Stoffer, der kan interferere på bestemmelsen fjernes eller maskeres, og kalium fældes i svagt basisk miljø som kaliumtetraphenylborat.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand

4.1. *Formaldehyd*

Klar opløsning med 25-35 % formaldehyd.

4.2. Kaliumchlorid til analyse

4.3. *Natriumhydroxidopløsning: ca. 10 mol/l*

Der må kun anvendes kaliumfrit natriumhydroxid til analyse.

4.4. *Indikatoropløsning*

0,5 g phenolphtalein opløses i 90 % ethanol, og der fyldes op til et rumfang på 100 ml.

4.5. *EDTA-opløsning.*

4 g dinatriumethylendiamintetraacetat-dihydrat opløses i vand i en 100 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket og blandes.

Dette reagens opbevares i en plastikbeholder.

4.6. *STPB-opløsning.*

I 480 ml vand opløses 32,5 natriumtetraphenylborat, og der tilsættes 2 ml natriumhydroxidopløsning (4.3) og 20 ml magnesiumchloridopløsning (100 g $mgCl_2$. $6H_2O$ pr. liter).

Der omrystes i 15 minutter og filtreres gennem et tæt, askefrit filter.

Dette reagens opbevares i en plastikbeholder.

4.7. *Vaskevæske*

20 ml af TPB Na-opløsningen (4.6) fortyndes med vand til 1 000 ml.

4.8. *Bromvand*

Mættet opløsning af brom i vand.

5. **Apparatur**

5.1. Målekolber på 1 000 ml

5.2. Et bægerglas på 250 ml

5.3. Glasfilterdigler med en porestørrelse på 5-20 μ.

5.4. Varmeskab, der kan indstilles på 120 (± 10) °C

5.5. Ekssikkator.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

Ved kaliumsalte skal prøvens partikelstørrelse være så fin, at den til analyse udtagne mængde kan blive repræsentativ. For disse produkter skal metode 1 (6) (a) anvendes.

▼B

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøve*

Med en nøjagtighed på 0,001 g afvejes en mængde på 10 g af den forbehandlede prøve (5 g for kaliumsalte indeholdende mere end 50 % kaliumoxid). Den afvejede mængde overføres med ca. 400 ml vand til et bægerglas på 600 ml.

Væsken bringes i kog og koges i 30 minutter, hvorefter der afkøles, hældes over i en målekolbe på 1 000 ml, fyldes op til mærket, blandes og filtreres over i en tør beholder. De første 50 ml af filtratet kasseres (se 7.6, note vedrørende fremgangsmåden).

7.2. *Behandling af den til fældning udtagne alikvote del*

Med pipette udtages en alikvot del af filtratet, indeholdende 25-50 mg kalium (se tabellen), som overføres til et bægerglas på 250 ml. Der fyldes eventuelt op med vand til 50 ml.

For at undgå eventuel interferens tilsættes 10 ml EDTA-opløsning (4.5), nogle dråber phenolphtaleinopløsning (4.4) og under omrystning, dråbe for dråbe natriumhydroxidopløsning (4.3) til rød farve og yderligere nogle dråber natriumhydroxid i overskud (i almindelighed er 1 ml natriumhydroxid tilstrækkeligt til at neutralisere og give overskud).

For at eliminere størsteparten af ammoniak (se 7.6 (b), noten vedrørende fremgangsmåden) koges forsigtigt i 15 minutter.

Om nødvendigt tilsættes vand indtil et rumfang på 60 ml.

Opløsningen bringes i kog, hvorefter bægerglasset fjernes fra ilden, og der tilsættes 10 ml formaldehydopløsning (4.1). Der tilsættes nogle dråber phenolphtalein og om nødvendigt endnu nogle dråber natriumhydroxid, indtil tydelig rød farve. Bægerglasset dækkes med et urglas og anbringes i 15 minutter i kogende vandbad.

7.3. *Vejning af diglen*

Filtrerdiglen (se 5 »Apparatur«) tørres i varmeskabet (5.4) ved en temperatur på 120 °C, indtil den har opnået en konstant masse (ca. 15 minutter).

Derpå afkøles den i en ekssikkator og vejes.

7.4. *Fældning*

Bægerglasset tages op af vandbadet, og under samtidig omrystning tilsættes dråbe for dråbe 10 ml TPBNa-opløsning (4.6). (Denne tilsætning udføres på ca. 2 minutter). Der ventes mindst 10 minutter, før der filtreres.

7.5. *Filtrering og udvaskning*

Der filtreres i den vejede filterdigel tilsluttet vakuumsugekolbe, hvorefter bægerglasset skylles med vaskevæsken (4.7); bundfaldet vaskes tre gange med vaskevæske (ca. 60 ml i alt) og to gange med 5-10 ml vand.

Bundfaldet tørres grundigt.

7.6. *Tørring og vejning*

Diglen aftørres udvendigt med filtrerpapir og anbringes med indhold 1 1/2 time i varmeskabet indstillet på 120 °C. Derpå afkøles den i en ekssikkator til stuetemperatur og vejes hurtigt.

Anmærkning vedrørende fremgangsmåden

a) Hvis filtratet er mørkfarvet, udtages med pipette en alikvot del, indeholdende maksimalt 100 mg K_2O, som overføres til en målekolbe på 100 ml, tilsættes bromvand og bringes i kog for at fjerne bromoverskuddet. Efter afkøling fyldes op til mærket og filtreres, hvorefter kaliumindholdet bestemmes i en alikvot filtratmængde.

b) Hvis opløsningen indeholder lidt eller intet ammoniumkvælstof, kan kogningen i de 15 minutter udelades.

▼B

7.7. *Alikvote udtagningsmængder og faktorer*

Tabel 3

For metode 4

% K_2O i gødningen	% K i gødningen	Afvejet mængde (g)	Udtaget af ekstraktionsopløsningen til fortynding (ml)	Fortynding (til ml)	Alikvot del udtaget til fældning (ml)	Omregningsfaktor (F) $\frac{\%\ K_2O}{g\ TPBK}$	Omregningsfaktor (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	enten —		10	131,400	109,060
			eller 50	250	50	131,400	109,060
over 50	over 41,5	5	enten —	—	10	262,800	218,120
			eller 50	250	50	262,800	218,120

7.8. *Blindprøve*

For hver serie bestemmelser gennemføres en blindanalyse udelukkende på de anvendte reagenser i de under analysen anvendte mængder. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.9. *Kontrolforsøg*

Til kontrol af analyseteknikken gennemføres en bestemmelse på en alikvot mængde af en vandig opløsning af kaliumchlorid; den alikvote mængde skal højst indeholde 40 mg K_2O.

8. **Angivelse af resultatet**

Med de i tabellen angivne afvejede mængder og fortyndinger anvendes følgende formel:

$$\%\ K_2O \text{ i gødningen} = (A - a) \times F$$

eller

$$\%\ K \text{ i gødningen} = (A - a) \times F'$$

hvor

A = massen af prøvens bundfald, i gram,

a = massen af blindprøvens bundfald, i gram,

F og F′ = faktorer (se tabel 3).

Med afvejede mængder og fortyndinger, der afviger fra de i tabellen angivne, anvendes følgende formel:

$$K2O \text{ i gødningen} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eller

$$K \text{ i gødningen} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

hvor

f = omregningsfaktor, TBPK til K_2O = 0,1314,

f' = omregningsfaktor, TBPK til K = 0,109,

D = fortyndingsfaktor,

M = den analyserede prøves masse, i gram.

▼B

Metode 5

Intet

Metode 6

Chlor

Metode 6.1

Bestemmelse af chlorider når der ikke er organisk stof til stede

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til chloridbestemmelse, når der ikke er organisk stof til stede.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode kan anvendes på alle de gødninger, der er fri for organiske stoffer.

3. **Princip**

Chlorid i vandig opløsning fældes i surt miljø med overskud af en titreropløsning af sølvnitrat. Overskuddet titreres med en ammonium-thiocyanatopløsning ved tilstedeværelse af ferriammoniumsulfat (Volhards metode).

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand, chloridfrit.

4.1. Nitrobenzen til analyse eller ethylether

4.2. Salpetersyre: 10 mol/l

4.3. *Indikatoropløsning*

40 g ferriammoniumsulfat $Fe_2(SO_4)_3$. $(NH_4)_2SO_4$. $24H_2O$ opløses i vand, og der fyldes op til 1 liter.

4.4. *Sølvnitrat: 0,1 mol/l standardopløsning*

Fremstilling

Da dette salt er hygroskopisk og ikke kan tørres uden risiko for spaltning, tilrådes det at afveje ca. 9 g, som opløses i vand og fylde op til 1 liter. Ved titrering med 0,1 mol/l $AgNO_3$-opløsning indstilles opløsningen på 0,1 mol/l.

5. **Apparatur**

5.1. Rotationsapparat med 35-40 rotationer pr. minut

5.2. Buretter

5.3. Målekolbe på 500 ml

5.4. En konisk kolbe (Erlenmeyer) på 250 ml

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Afvejning og fremstilling af prøven*

5 g af prøven afvejes med en nøjagtighed på 0,001 g og overføres til en 500 ml målekolbe, hvorefter der tilsættes 450 ml vand. Der omrystes en halv time i rotationsapparat (5.1), fyldes op til 500 ml med destilleret vand, blandes og filtreres over i et bægerglas.

7.2. *Måling*

Der udtages en alikvot del af filtratet indeholdende højst 0,150 g chlor. f.eks. 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) eller 100 ml (1 kg). Hvis der udtages en mængde på under 50 ml, skal der fyldes op med destilleret vand til et rumfang på 50 ml.

Der tilsættes 5 ml 10 mol/l salpetersyre (4.2), 20 ml indikatoropløsning (4.3) og 2 dråber ammoniumthiocyanat-titrervæske (sidstnævnte reagens afmåles fra burette, som af denne grund er stillet på nulstregen).

▼B

Derefter tilsættes med burette sølvnitratopløsning (4.4) i overskud på 2-5 ml. Der tilsættes endvidere 5 ml nitrobenzen eller 5 ml ethylether (4.1) og omrystes grundigt for at få bundfaldet til at klumpe sammen. Overskuddet af sølvnitrat titreres med 0,1 mol/l ammoniumthiocyanat (4.5), indtil der fremkommer en gulbrun farve, som ikke forsvinder ved en let omrystning.

Anmærkning

Nitrobenzen eller ethylether (men især nitrobenzen) beskytter sølvchloridet mod at reagere med thiocyanationerne. På denne måde opnås et meget klart omslag.

7.3. *Blindprøve*

Der foretages en blindprøve (prøvemængden udelades) under samme betingelser. Ved beregningen af slutresultatet tages hensyn hertil.

7.4. *Kontrolforsøg*

Forud for bestemmelserne kontrolleres nøjagtigheden af den anvendte teknik ved hjælp af en sådan mængde af en friskfremstillet kaliumchloridopløsning, at den indeholder en kendt mængde chlorid i størrelsesordenen 100 mg.

8. **Angivelse af resultatet**

Analyseresultatet udtrykkes som procent chlorid i prøven, som denne er modtaget til analyse.

Beregning: procent chlorid (Cl) beregnes efter formlen:

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

hvor

V_z = ml 0,1 mol/l sølvnitrat,

V_{cz} = ml 0,1 mol/l sølvnitrat forbrugt til blindprøven

V_a = ml 0,1 mol/l ammoniumthiocyanat

V_{ca} = ml 0,1 mol/l ammoniumthiocyanat forbrugt til blindprøven

M = den alikvote dels masse, i gram (7.2).

Metode 7

Finhedsgrad

Metode 7.1

Bestemmelse af finhedsgraden

(ved tør sigtning)

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af finhedsgraden ved tør sigtning.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på alle de EF-gødninger, hvor der foreskrives, at finhedsgraden skal angives ved sigter med maskeåbning 0,630 mm og 0,160 mm.

3. **Princip**

Ved mekanisk sigtning bestemmes de mængder af produktet, som har en kornstørrelse på over 0,63 mm, og de mængder, som ligger mellem 0,16 og 0,63 mm, hvorefter finhedsgraden beregnes i procent.

4. **Apparatur**

4.1. Mekanisk sigteapparat

4.2. Sigter af standardserie med maskeåbning på henholdsvis 0,16 og 0,63 mm (diameter 20 cm og højde 5 cm)

▼B

5. **Fremgangsmåde**

50 g af materialet afvejes med en nøjagtighed på 0,05 g. De to sigter og sigtebunden anbringes i sigteapparatet (4.1) med sigten med størst maskeåbning øverst. Den afvejede prøve anbringes på den øverste sigte. Der sigtes i 10 minutter, og fraktionen i sigtebunden fjernes. Derpå sættes apparatet i gang igen, og efter 1 minut kontrolleres det, at den mængde, der er opsamlet i sigtebunden i dette tidsrum, ikke overstiger 250 mg. I modsat fald gentages operationen (et minut hver gang), indtil den opsamlede mængde er på under 250 mg. Det tilbageblevne materiale på de 2 sigter vejes hver for sig.

6. **Angivelse af resultatet**

Finhedsgraden i % angivet ved sigte 0,630 mm = $(50 - M_1) \times 2$

Finhedsgraden i % angivet ved sigte 0,160 mm = $[50 - (M_1 + M_2)] \times 2$

hvor

M_1 = massen af sigterest på sigte 0,630 mm, i gram,

M_2 = massen af sigterest på sigte 0,16 mm, i gram,

Ikke indbefattet sigterest på sigte 0,63 mm.

Resultaterne afrundes til nærmeste, hele, større tal.

Metode 7.2

Bestemmelse af finhedsgraden af bløde råphosphater

1. **Formål**

Denne forskrift fastsætter en metode til bestemmelse af finhedsgraden af bløde råphosphater.

2. **Anvendelsesområde**

Bløde råphosphater.

3. **Princip**

Idet der her er tale om den mindste finhedsgrad, der kan bestemmes ved sigtning, er en sigtning af tørt materiale vanskelig at gennemføre, fordi de fineste partikler er tilbøjelige til at klumpe sammen. Derfor gennemføres konventionelt en vådsigtning.

4. **Reagenser**

Natriumhexametaphosphatopløsning: 1 %.

5. **Apparatur**

5.1. Sigter af standardserie med maskeåbning på henholdsvis 0,063 og 0,125 mm (diameter 20 cm og højde 5 cm) og med tilhørende bund, opbevaringsbægre

5.2. Glastragt med 20 cm diameter, anbragt i stativ

5.3. 250 ml bægerglas

5.4. Varmeskab

6. **Analysemetode**

6.1. *Prøveudtagning*

50 g af materialet afvejes med en nøjagtighed på 0,05 g. Sigterne vaskes på begge sider med vand og sigten med 0,125 mm maskeåbning anbringes på sigte 0,063 mm.

6.2. *Fremgangsmåde*

Den afvejede prøve anbringes på den øverste sigte. Der sigtes under en svag stråle koldt vand (almindeligt ledningsvand kan benyttes), indtil det gennemstrømmende vand er næsten klart. Det påses, at vandstrømmen er således, at den nederste sigte ikke fyldes med vand.

Når sigteresten på den øverste sigte synes næsten konstant, tages denne sigte op og anbringes på sigtebunden.

Vådsigtningen fortsættes med den nederste sigte i nogle minutter, indtil vandet løber nogenlunde klart igennem.

Sigte 0,125 mm anbringes igen på sigte 0,063 mm, og eventuelle rester i bunden hældes i den øverste sigte, hvorefter sigtningen

▼B

gentages under en svag vandstråle, indtil denne er blevet nogenlunde klar.

Ved hjælp af tragten overføres sigteresterne til hver sit bægerglas og bringes i suspension ved at fylde glassene med vand. Efter henstand i ca. 1 minut dekanteres så meget vand som muligt.

Derpå anbringes bægerglassene i to timer i varmeskab ved en temperatur på 150 °C.

Efter afkøling fjernes resterne med en pensel og vejes.

7. **Angivelse af resultatet**

Resultaterne afrundes til nærmeste, hele, større tal.

Finhedsgraden i % angivet ved sigte 0,063 mm = $(50 - M_1) \times 2$

Finhedsgraden i % angivet ved sigte 0,063 mm = $[50 - (M_1 + M_2)] \times 2$

hvor

M_1 = massen af sigterest på sigte 0,125 mm, i gram

M_2 = massen af sigterest på sigte 0,063 mm, i gram.

8. **Bemærkninger**

Konstateres der klumper på en af sigterne ved afslutningen af vådsigtningen, skal analysen gentages på følgende måde:

50 g prøvemateriale overføres langsomt og under omrystning til en kolbe på ca. 1 liter, som indeholder 500 ml natriumhexametaphosphatopløsning. Kolben lukkes lufttæt og rystes kraftigt med hånden for at slå klumperne i stykker. Hele suspensionen overføres til den øverste sigte, og kolben vaskes. Derefter fortsættes analysen som angivet under punkt 6.2.

Metode 8

Sekundære næringsstoffer

Metode 8.1

Ekstraktion af total calcium, total magnesium, total natrium og total svovl i form af sulfat

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til ekstraktion af total calcium, total magnesium, total natrium samt total svovl, som er til stede i form af sulfater, således at hvert af disse grundstoffer så vidt muligt kan bestemmes efter kun en enkelt ekstraktion.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder alle EF-gødninger, hvori der i medfør af denne forordning deklareres et totalindhold af calcium, magnesium og natrium samt et indhold af total svovl i form af sulfat.

3. **Princip**

Opløsning i kogende fortyndet saltsyre.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml) og 1 rumfang vand.

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

Ekstraktionerne af calcium, magnesium, natrium og svovl i form af sulfat foretages med en prøve på 5 g, afvejet med en nøjagtighed på 1 mg.

▼B

Når prøven indeholder mere end 15 % svovl (S), svarende til 7,5 % SO_3, og mere end 8,8 % calcium (Ca), svarende til 26,3 % CaO, foretages ekstraktionen af calcium og svovl dog med en prøve på 1 g, afvejet med en nøjagtighed på 1 mg. Den udtagne prøve anbringes i et bægerglas på 600 ml.

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Der tilsættes ca. 400 ml vand og 50 ml fortyndet saltsyre (4.1) i små portioner og forsigtigt, såfremt produktet indeholder en større mængde carbonater. Væsken bringes i kog og holdes kogende i 30 minutter. Derefter lader man den afkøle, idet kolben rystes med mellemrum. Derefter overføres den kvantitativt til en 500 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange. Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. De første portioner kasseres, og filtratet skal være helt klart. Beholderen tilproppes, såfremt det ikke straks anvendes.

Metode 8.2

Ekstraktion af totalt svovl til stede i forskellige former

1. **Formål**

I dette dokument fastlægges en metode til ekstraktion af totalt svovl, indeholdt i gødninger som elementært svovl og/eller i forskellige forbindelser.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder udelukkende de EF-gødninger, hvori der i medfør af denne forordning deklareres et indhold af totalt svovl, når dette grundstof er til stede i forskellige former (elementært, thiosulfat, sulfit, sulfat).

3. **Princip**

Omdannelse i basisk miljø af elementært svovl til polysulfider og thiosulfat, efterfulgt af oxydation af disse og eventuelt tilstedeværende sulfitter med hydrogenperoxid. De forskellige svovlformer omdannes således til sulfat, som bestemmes ved udfældning af bariumsulfat (metode 8.9).

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre (d = 1,18) og 1 rumfang vand.

4.2. Opløsning af natriumhydroxid, 30 % NaOH minimum (d = 1,33).

4.3. 30 % (m/m) hydrogenperoxidopløsning

4.4. Bariumchlorid $BaCl_2 2H_2O$, vandig opløsning 122 g/l

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

En gødningsmængde indeholdende mellem 80 og 350 mg svovl (S), eller mellem 200 og 875 mg SO_3, afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

I almindelighed (hvor S < 15 %) afvejes 2,5 g. Den udtagne prøve anbringes i et bægerglas på 400 ml.

7.2. *Oxydation*

Der tilsættes 20 ml natriumhydroxidopløsning (4.2) og 20 ml vand. Der afdækkes med et urglas. Indholdet koges 5 minutter på varmepladen (5.1). Prøven fjernes fra varmepladen. Med en stråle kogende vand nedvaskes det svovl, som hænger ved bægerglassets vægge, og indholdet koges i 20 minutter, hvorefter man lader det afkøle.

Der tilsættes hydrogenperoxid (4.3) i portioner på 2 ml ad gangen, indtil der ikke længere er nogen synlig reaktion. 6 til 8 ml hydrogenperoxid vil være nødvendig. Man lader oxydationen fortsætte i kold

▼B

tilstand i 1 time. Derefter koges i en halv time, og glasset stilles til afkøling.

7.3. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Der tilsættes ca. 50 ml vand og 50 ml saltsyreopløsning (4.1).

— Hvis svovlindholdet (S) er under 5 %:

Der filtreres i et bægerglas på 600 ml. Remanensen på filteret vaskes flere gange med koldt vand. Når vaskningen er til ende, verificeres det ved hjælp af en bariumchloridopløsning (4.4), at der ikke er sulfat til stede i de sidste dråber af filtratet. Filtratet skal være fuldstændigt gennemsigtigt. Sulfatbestemmelsen foretages på den samlede opløsning efter metode 8.9.

— Hvis svovlindholdet (S) er mindst 5 %:

Bægerets indhold overføres kvantitativt til en 250 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange. Derefter filtreres på et tørt filter i et tørt bægerglas. Filtratet skal være fuldstændigt gennemsigtigt. Opløsningen tilproppes, hvis den ikke skal anvendes straks. Sulfatbestemmelsen foretages på en alikvot af denne opløsning ved udfældning i form af bariumsulfat efter metode 8.9.

Metode 8.3

Ekstraktion af vandopløseligt natrium, calcium, magnesium og svovl

(i form af sulfat)

1. **Formål**

I dette dokument fastlægges en metode til ekstraktion af den vandopløselige fraktion af natrium, calcium, magnesium og svovl i form af sulfat i gødninger, således at gødningens indhold af hvert af disse grundstoffer kan bestemmes efter kun en enkelt ekstraktion.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder udelukkende de gødninger, hvori der i medfør af bilag I deklareres et indhold af vandopløseligt natrium, calcium, magnesium og svovl i form af sulfat.

3. **Princip**

Grundstofferne opløses i kogende vand.

4. **Reagenser**

Destilleret eller demineraliseret vand af tilsvarende kvalitet.

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

a) For gødninger, som ikke indeholder svovl, eller som samtidigt indeholder højst 3 % svovl (S) (= 7,5 % SO_3) og højst 4 % calcium (Ca) (= 5,6 % CaO), afvejes 5 g gødning med en nøjagtighed på 1 mg.

b) For gødninger indeholdende mere end 3 % svovl (S) og mere end 4 % calcium (Ca) afvejes 1 g gødning med en nøjagtighed på 1 mg.

Den udtagne prøve anbringes i et bægerglas på 600 ml.

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Der tilsættes ca. 400 ml vand. Kolbens indhold bringes i kog og holdes kogende i 30 minutter, hvorefter man lader det afkøle, idet kolben rystes med mellemrum. Indholdet overføres kvantitativt til en 500 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange.

▼B

Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. De første portioner af filtratet kasseres. Filtratet skal være helt klart.

Opløsningen tilproppes, hvis den ikke skal anvendes straks.

Metode 8.4

Ekstraktion af vandopløseligt svovl, når svovlet er til stede i forskellige forbindelser

1. **Formål**

I dette dokument fastlægges en metode til ekstraktion af vandopløseligt svovl, når dette er til stede i gødningen i forskellige forbindelser.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder udelukkede de gødninger, hvori der i medfør af bilag I deklareres et indhold af vandopløseligt svovltrioxid.

3. **Princip**

Svovlet opløses i koldt vand og omdannes derefter til sulfat ved oxydation med hydrogenperoxid i alkalisk miljø.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml) og 1 rumfang vand.

4.2. Opløsning af natriumhydroxid, indeholdende mindst 30 % NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.3. 30 % (m/m) hydrogenperoxidopløsning

5. **Apparatur**

5.1. 500 ml Stohmann-målekolbe

5.2. Rotationsapparat, indstillet til 30/40 omdrejninger pr. minut

5.3. Elektrisk varmeplade med temperaturregulering

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

a) For gødninger, som samtidigt indeholder højst 3 % svovl (S) (= 7,5 SO_3) og højst 4 % calcium (Ca) (= 5,6 % CaO) afvejes 5 g gødning med en nøjagtighed på 1 mg.

b) For gødninger indeholdende mere end 3 % svovl (S) og mere end 4 % calcium (Ca) afvejes 1 g gødning med en nøjagtighed på 1 mg.

Den udtagne prøve anbringes i en 500 ml kolbe (5.1).

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Der tilsættes ca. 400 ml vand, tilproppes og omrystes i apparatet (5.2) i 30 minutter. Derefter fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange. Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. Opløsningen tilproppes, hvis den ikke skal anvendes straks.

7.3. *Oxydation af den prøveportion, der skal analyseres*

Af ekstraktionsopløsningen udtages en alikvot på ikke over 50 ml, indeholdende mellem 20 og 100 mg svovl (S). Den anbringes i et bægerglas med passende kapacitet.

Om nødvendigt fyldes op med vand til et samlet rumfang på 50 ml. Der tilsættes 3 ml natriumhydroxidopløsning (4.2) og 2 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3). Bægerglasset dækkes med et urglas, og indholdet koges forsigtigt i 1 time på varmepladen (5.3). Derefter tilsættes 1 ml hydrogenperoxidopløsning ad gangen, så længe reaktionen vedvarer (maksimalt 5 ml).

Derefter lader man indholdet afkøle, og urglasset fjernes og vaskes ned i bægerglasset. Væsken gøres sur ved tilsætning af ca. 20 ml fortyndet

▼B

saltsyre (4.1), og rumfanget bringes op på ca. 300 ml ved tilsætning af vand.

Sulfatbestemmelsen foretages på hele den oxiderede opløsning efter metode 8.9.

Metode 8.5

Ekstraktion og bestemmelse af elementært svovl

Advarsel

Ved denne metode anvendes carbondisulfid (CS_2). Dette kræver særlige sikkerhedsforanstaltninger, specielt:

— opbevaring af CS_2

— beskyttelsesudstyr til personalet

— arbejdshygiejne

— beskyttelse mod brand og eksplosion

— fjernelse af reagenset.

Anvendelse af metoden kræver et højt kvalificeret personale samt egnet laboratorieudstyr.

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til ekstraktion og bestemmelse af elementært svovl indeholdt i gødninger.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder EF-gødninger, hvori der i medfør af bilag I deklareres et indhold af totalt svovl i form af elementært svovl.

3. **Princip**

Efter fjernelse af opløselige bestanddele ekstraheres det elementære svovl med carbondisulfid, efterfulgt af gravimetri af det ekstraherede svovl.

4. **Reagens**

Carbondisulfid (svovlkulstof).

5. **Apparatur**

5.1. 100 ml ekstraktionskolbe med slebet hals.

5.2. Soxhlet-apparat med tilhørende filtreringshylstre.

5.3. Roterende vakuumfordamper

5.4. Elektrisk varmeskab med ventilation indstillet til 90 (± 2) °C

5.5. Petriskåle af porcelæn med en diameter på 5-7 cm og en kanthøjde på ikke over 5 cm

5.6. Elektrisk varmeplade med temperaturregulering

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

5-10 g prøve afvejes med en nøjagtighed på 1 mg og anbringes i et soxhlet-hylster (5.2).

7.2. *Ekstraktion af svovlet*

Indholdet af hylsteret vaskes grundigt med varmt vand for at fjerne alle opløselige bestanddele og tørres i tørreskab (5.4) ved 90 °C i mindst 1 time, hvorefter hylsteret anbringes i soxhlet-apparatet (5.2).

I kolben til apparatet (5.1) anbringes nogle glasperler, hvorefter kolben aftareres (P_0) og tilføres 50 ml carbondisulfid (4.1).

Efter at være forbundet med apparatet ekstraheres det elementære svovl i 6 timer. Derefter afbrydes varmetilførslen, og efter afkøling fjernes kolben fra apparatet og forbindes til den roterende fordamper

▼B

(5.3). Fordampningen afbrydes, når kolbens indhold er blevet til en svampet masse.

Kolben tørres ved 90 °C i tørreskab (5.4) i mindst 1 time, indtil vægten er konstant (P_1).

7.3. *Bestemmelse af renheden af det ekstraherede svovl*

Visse stoffer kan være ekstraheret med carbondisulfid samtidig med det elementære svovl. For at fastslå andelen heraf gås frem på følgende måde:

Efter at have blandet indholdet af kolben bedst muligt udtages 2-3 g af stoffet, som afvejes med en nøjagtighed på 1 mg (n). Stoffet anbringes i petriskålen (5.5), og skål plus indhold vejes (P_2). Derefter anbringes petriskålen på varmepladen (5.6), der indstilles således, at temperaturen 220 °C ikke overskrides for ikke at fremkalde en forbrænding af svovlet. Sublimeringen fortsætter i 3-4 timer, indtil massen er konstant (P_3).

Anmærkning

NB: For visse gødninger er det måske ikke af interesse at kende svovlets renhedsgrad. I så fald springes 7.2 over.

8. **Angivelse af resultatet**

Procentindholdet af elementært svovl (S) i gødningen er lig med:

$$\text{So urenhedsprocent af gødning} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\text{Renheden af det udtrukne svovl (\%)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

$$\text{Procent rent So i gødningen} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

hvor

m = gødningsprøvens masse i gram

P_0 = er massen i g af soxhletkolben

P_1 = er massen af soxhletkolben plus urent svovl efter tørring

n = er massen af urent svovl anvendt til rensningen, i g

P_2 = er massen af petriskålen

P_3 = er massen af petriskålen efter sublimering af svovlet.

Metode 8.6

Manganometrisk bestemmelse af ekstraheret calcium efter udfældning som oxalat

1. **Formål**

I dette dokument fastlægges en metode til bestemmelse af calcium i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder alle EF-gødninger, hvori der i medfør af bilag I deklareres et totalindhold af calcium og/eller indhold af vandopløseligt calcium.

3. **Princip**

Fældning af calciumindholdet i en portion af ekstraktionsopløsningen som oxalat. Efter separation og opløsning heraf, titrering af oxalsyren med kaliumpermanganat.

▼B

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml) og 1 rumfang vand.

4.2. *Svovlsyre, fortyndet 1:10*

1 rumfang svovlsyre (d_{20} = 1,84 g/ml) i 10 rumfang vand.

4.3. *Fortyndet ammoniakopløsning 1:1*

1 rumfang ammoniakvand (d_{20} = 0,88 g/ml) og 1 rumfang vand.

4.4. Mættet opløsning af ammoniumoxalat [$(NH_4)_2C_2O_4$ H_2O] ved stuetemperatur (af størrelsesordenen 40 g/l)

4.5. 30 % (m/v) opløsning af citronsyre

4.6. Ammoniumchloridopløsning, 5 % (m/v)

4.7. 0,1 % (m/v) opløsning af bromothymolblåt i ethanol (95 %)

4.8. 0,04 % (m/v) opløsning af bromcresolgrønt i ethanol (95 %)

4.9. Titreret 0,02 mol/l opløsning af kaliumpermanganat

5. **Apparatur**

5.1. Glasfilterdigel med en porøsitet på 5-20 µ

5.2. Vandbad

6. **Forberedelse af en prøvemængde til analyse**

Med en præcisionspipette udtages en portion ekstraktionsopløsning opnået ved anvendelse af en af metoderne 8.1 eller 8.3 og indeholdende mellem 15 og 50 mg Ca (= 21 og 70 mg CaO). Rumfanget af denne portion betegnes v_2. Den hældes i et bægerglas på 400 ml. Der neutraliseres (omslag fra gult til blåt med indikatoren 4.7) om nødvendigt med nogle dråber ammoniakvand (4.3).

Der tilsættes 1 ml citronsyreopløsning (4.5) og 5 ml ammoniumchloridopløsning (4.6).

7. **Fældning af calciumoxalat**

Der tilsættes ca. 100 ml vand, hvorefter væsken bringes i kog. Herefter tilsættes 8-10 dråber indikatoropløsning (4.8) og dråbe for dråbe 50 ml varm ammoniumoxalatopløsning (4.4). Dannes der bundfald, opløses dette ved at tilsætte nogle dråber saltsyre (4.1). Der neutraliseres meget langsomt med ammoniakopløsningen (4.3) under fortsat omrøring til pH 4,4-4,6 (indikatoromslag fra grønt til blåt med 4.8). Bægerglasset anbringes nu på kogende vandbad (5.2) i ca. 30 minutter.

Derefter fjernes bægerglasset fra vandbadet og stilles til afkøling i 1 time, hvorefter der filtreres på diglen (5.1).

8. **Titrering af fældet oxalat**

Bægerglasset og diglen vaskes grundigt for at fjerne overskud af ammoniumoxalat (verificeres ved, at der ikke længere er chlor i vaskevandet). Filterdiglen anbringes i bægerglasset på 400 ml, og bundfaldet opløses med 50 l varm svovlsyre (4.2). Der fyldes op med vand til et samlet rumfang på ca. 100 ml. Temperaturen bringes op på 70-80 °C, og der titreres dråbevis med permanganatopløsning (4.9), indtil den rosa farve varer 1 minut. Dette rumfang betegnes n.

9. **Angivelse af resultatet**

Gødningens indhold af calcium (Ca) er lig med

$$Ca\ (\%) = n \times 0{,}2004 \times \frac{t}{0{,}02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

hvor

n = er antal milimeter permanganat

m = massen af prøven i gram

v_2 = rumfanget af prøveportionen i ml

v_1 = rumfanget af ekstraktionsopløsningen i ml

▼B

t = koncentrationen af permanganatopløsningen i mol pr. liter.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

Metode 8.7

Bestemmelse af magnesium ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til bestemmelse af magnesium i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder ekstrakter af EF-gødninger fremstillet efter metoderne 8.1 og 8.3 for hvilke der deklareres et indhold af totalt magnesium eller vandopløseligt magnesium, med undtagelse af følgende gødninger opført i bilag I D vedrørende sekundære næringsstoffer:

— type 4 (kieserit),

— type 5 (magnesiumsulfat) og type 5.1? (magnesiumsulfatopløsning)

— og med undtagelse af følgende gødning, der er anført under kaliumgødninger i bilag I, punkt A.3.:

— type 7 (kieserit med kaliumsulfat)

— for hvilke metode 8.8 anvendes.

Denne metode kan anvendes på alle gødningsekstrakter, som indeholder grundstoffer, der kan interferere med den kompleksometriske metode til bestemmelse af magnesium.

3. **Princip**

Efter passende fortynding af ekstraktet bestemmes magnesiumindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. Saltsyre, 1 mol/l opløsning

4.2. Saltsyre, 0,5 mol/l opløsning

4.3. *Magnesiumstandardopløsning: 1,00 mg/ml*

4.3.1. 1,013 g magnesiumsulfat ($MgSO_4$, $7H_2O$) opløses i 0,5 mol/l saltsyre (4.2).

4.3.2. Der afvejes 1,658 g magnesiumoxid (MgO), som forinden er glødet for at fjerne ethvert spor af recarbonering. Dette anbringes i et bægerglas og tilsættes 100 ml vand og 120 ml 1 mol/l saltsyre (4.1). Når stoffet er opløst, omhældes opløsningen kvantitativt til en målekolbe på 1 000 ml. Der fyldes op til mærket og blandes.

eller

4.3.3. Standardopløsning, som fås i handelen

Ansvaret for kontrollen af disse standardopløsninger påhviler laboratoriet.

4.4. *Strontiumchloridopløsning*

75 g strontiumchlorid ($SrCl_2.6H_2O$) opløses i fortyndet saltsyre (4.2) og fortyndes til 500 ml med samme syre.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer med magnesiumlampe, indstillet til 285,2 nm.

Flamme af acetylen/luft.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 8.1 og 8.3.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. Hvis gødningen har et deklareret magnesiumindhold (Mg) på mere end 6 % (= 10 % mgO), overføres med pipette 25 ml (V_1) af ekstraktionsopløsningen (6) til en 100 ml målekolbe, som fyldes op til mærket med vand og omrystes. Fortyndingsfaktoren $D_1 = 100/V_1$

▼B

7.2. Med pipette overføres 10 ml af ekstraktionsopløsningen (6) eller af den fortyndede ekstraktionsopløsning (7.1) til en 200 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyre (4.2) og blandes. Fortyndingsfaktor: 200/10

7.3. Denne opløsning (7.2) fortyndes med 0,5 mol/l saltsyre (4.2) til en koncentration, som ligger inden for spektrometrets optimale arbejdsområde (5.1). V_2 er rumfanget af udtagningen i 100 ml. Fortyndingsfaktoren $D_2 = 100/V_2$

Den endelige opløsning skal indeholde 10 % v/v strontiumchloridopløsning (4.4).

7.4. *Fremstilling af blindprøve*

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele processen efter ekstraktionen (ekstraktionsmetode 8.1 eller 8.3) og kun udelade gødningsprøven.

7.5. *Fremstilling af standardopløsninger*

Ved fortynding af standardopløsningen (4.3) med 0,5 mol/l saltsyre fremstilles mindst 5 referenceopløsninger med stigende magnesiumkoncentration svarende til apparatets optimale måleområde (5.1).

Disse opløsninger skal indeholde 10 % v/v strontiumchloridopløsning (4.4).

7.6. *Måling*

Spektrometeret (5.1) indstilles på bølgelængden 285,2 nm.

Derefter indsuges i rækkefølge standardopløsningerne (7.5), prøveopløsningen (7.3) og blindprøven (7.4), idet instrumentet efter hver måling skylles med den opløsning, som derefter skal måles. Denne operation gentages tre gange. Kalibreringskurven tegnes ved at afsætte spektrometerværdierne for hver referenceopløsning (7.5) som ordinat og tilsvarende magnesiumkoncentrationer i µg/ml som abscisse. Ud fra kalibreringskurven bestemmes magnesiumkoncentrationen i prøveopløsningen (7.3), X_s, og i blindprøven (7.4), X_b.

8. **Angivelse af resultatet**

Mængden af magnesium (Mg) eller magnesiumoxid (MgO) i prøven beregnes på grundlag af referenceopløsningerne og under hensyntagen til blindprøven.

Magnesiumindholdet (Mg) i procent af prøven er lig med:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b)\ D_1(200/10)\ D_2\ 500{,}100}{1000.1000\ M}$$

hvor

X_s koncentrationen i analyseopløsningen aflæst på kalibreringskurven i µg/ml.

X_b = koncentrationen i blindprøven aflæst på kalibreringskurven i µg/ml.

D_1 = fortyndingsfaktoren, når fortyndingen (7.1) gennemføres.

— Den er lig med 4 ved udtagning af 25 ml.

— Den er lig med 1, når fortyndingen ikke gennemføres.

— D_2 = fortyndingsfaktoren under 7.3.

— M = prøvens masse i gram ved ekstraktionen.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6

Metode 8.8

Bestemmelse af magnesium ved kompleksometri

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til bestemmelse af magnesium i gødningsekstrakter.

▼B

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på følgende EF-gødninger, hvis totale og/eller vandopløselige magnesiumindhold skal bestemmes:

— gødninger i bilag: simple kvælstofgødninger type 1b + 1c (calciummagnesiumnitrat), type 7 (magnesiumsulfonitrat), type 8 (kvælstofgødning med magnesium) og simple kaligødninger, type 2 (råsalt af beriget kalium), type 4 (kaliumchlorid indeholdende magnesium), (type 6 kaliumsulfat indeholdende magnesiumsalt),

— gødninger anført i bilag I D om sekundære næringsstoffer:

3. **Princip**

Magnesium bringes i opløsning ved anvendelse af en af metoderne 8.1 og/eller 8.3. Ca + mg titreres først med EDTA og Eriochromsort T. Dernæst titreres Ca med EDTA og calcein eller calconcarbonsyre. Magnesium bestemmes som differens.

4. **Reagenser**

4.1. *Magnesiumstandardopløsning. 0,05 mol/l.*

4.1.1. 1,232 g magnesiumsulfat ($MgSO_4$ $7H_2O$) opløses i 0,5 mol/l saltsyre (4.11), og de fyldes op til 100 ml med samme syre

eller

4.1.2. Der afvejes 2,016 g magnesiumoxid, som forud er blevet udglødet for at fjerne ethvert spor af recarbonering. Det anbringes i et bægerglas sammen med 100 ml vand.

Under omrystning tilsættes ca.120 ml 1 mol/l saltsyre (4.12).

Når stoffet er opløst, overføres opløsningen kvantitativt til en målekolbe på 1 000 ml. Der fyldes op til mærket og blandes.

1 ml af denne opløsning skal indeholde 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO).

Det påhviler laboratoriet at kontrollere styrken af denne standardopløsning.

4.2. *0,05 molær EDTA-opløsning*

Der afvejes 18,61 g dinatriumethylendiaminetraacetat, dihydrat ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), som anbringes i et 1 000 ml bægerglas og opløses i 600-800 ml vand. Opløsningen hældes over i en målekolbe på 1 000 ml. Der fyldes op til mærket og blandes. Denne opløsning kontrolleres ved hjælp af opløsning (4.1), idet der udtages 20 ml af sidstnævnte opløsning og titreres i overensstemmelse med analysetekniken beskrevet under (7.2).

1 ml af EDTA-opløsningen skal svare til 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) og til 2,004 mg CA (= 2,804 mg CaO). (Se bemærkningerne under 10.1 og 10.6).

4.3. *0,05 molær calciumstandardopløsning*

5,004 g tørt calciumcarbonat til analyse afvejes. Det anbringes i et bægerglas sammen med 100 ml vand. Under omrystning tilsættes lidt efter lidt 120 ml ca. 1 mol/l saltsyre (4.12).

Opløsningen koges for at fjerne kuldioxid, afkøles derpå og hældes over i en målekolbe på 1 l, som fyldes op til mærket med vand og blandes. Ved at følge proceduren (7.3) kontrolleres det, at denne opløsning korresponderer med EDTA-opløsningen (4.2). 1 ml opløsning skal indeholde 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) og modsvarer 1 ml 0,05 molær EDTA-opløsning (4.2).

4.4. *Calceinindikator*

I en morter blandes 1 g calcein omhyggeligt med 100 g natriumchlorid. Der anvendes 0,010 g af denne blanding. Indikatoren slår om fra grønt til orange. Der skal titreres, til der er opnået en orange farve uden grønt skær.

4.5. *Calconcarbonsyreindikator*

Der opløses 0,40 g calconcarbonsyre i 100 ml methanol. Denne opløsning må kun opbevares i ca. 4 uger. Der benyttes 3 dråber af denne opløsning. Indikatoren slår om fra rødt til blåt. Der skal titreres til ren blå farve uden rødt skær.

▼B

4.6. *Eriochromsort T indikator*

Der opløses 0,30 g Eriochromsort T i en blanding af 25 ml propanol-l og 15 ml triethanolamin. Denne opløsning må kun opbevares i ca. 4 uger. Der benyttes 3 dråber af denne opløsning. Denne indikator slår om fra rødt til blåt, og der skal titreres til ren blå farve uden rødt skær. Den slår kun om ved tilstedeværelse af magnesium. Om nødvendigt tilsættes 1 ml standardopløsning (4.1).

Ved samtidig tilstedeværelse af calcium og magnesium kompleksbinder EDTA calcium før magnesium. I dette tilfælde titreres de to grundstoffer sammen.

4.7. *Kaliumcyanidopløsning*

2 % KCN i vand. (Bør ikke opsuges med munden, se bemærkning i 10.7).

4.8. *Kaliumhydroxyd — og kaliumcyanidopløsning*

280 g KOH og 66 g KCN opløses i vand, og der fyldes op til 1 l og blandes.

4.9. *Stødpudeopløsning, pH 10,5*

I en 500 ml målekolbe opløses 33 g ammoniumchlorid i 200 ml vand, og der tilsættes 250 ml ammoniakvand (d_{20} = 0,91 g/ml), fyldes op til mærket med vand og blandes. pH i denne opløsning kontrolleres regelmæssigt.

4.10. Fortyndet saltsyre: 1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g /ml) + 1 rumfang vand

4.11. Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l

4.12. Saltsyreopløsning, ca. 1 mol/l

4.13. Natriumhydroxidopløsning, ca. 5 mol/l

5. **Apparatur**

5.1. Magnetomrører eller mekanisk omrører

5.2. pH-meter

6. **Kontrolforsøg**

Der gennemføres en bestemmelse på alikvote mængder af opløsningerne 4.1 og 4.3, således at der fås samme Ca/Mg-forhold som i analyseopløsningen. Hertil udtages (a) ml af Mg-standardopløsningen (4.3) og (b-a) ml af standardopløsningen (4.1). (a) og (b) er det antal ml EDTA-opløsning, der er medgået til de to titreringer af analyseopløsningen. Denne fremgangsmåde er kun korrekt, såfremt EDTA — og Ca — og Mg-opløsningerne er nøjagtigt ækvivalente. I modsat fald er det nødvendigt at foretage korrektioner.

7. **Fremstilling af analyseopløsningen**

Se metode 8.1 og 8.3.

8. **Måling**

8.1. *Udtagelse af alikvote mængder.*

Den alikvote mængde skal så vidt muligt indeholde mellem 9 og 18 mg Mg (= 15 til 30 mg mgO).

8.2. *Titrering ved tilstedeværelse af Eriochromsort T*

Med pipette udtages en alikvot mængde (8.1) af opløsningen til analyse, som overføres til et 400 ml bægerglas. Overskuddet af syre neutraliseres med 5 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.12) og ved brug af pH-meter. Der fortyndes med vand indtil ca. 100 ml. Derpå tilsættes 5 ml stødpudeopløsning (4.9). pH aflæst på pH-meter bør være 10,5 ± 0,1. Der tilsættes 2 ml kaliumcyanidopløsning (4.7) og 3 dråber Eriochromsortindikator (4.6). Der titreres med EDTA-opløsning (4.2) under rolig omrøring med omrører (5.1). (Se punkt 10.2, 10.3 og 10.4). »b« er antallet af ml af 0,05 mol/l EDTA-opløsning.

8.3. *Titrering ved tilstedeværelse af calcein eller calconcarbonsyre*

Med pipette udtages af analyseopløsningen en alikvot del af samme størrelse som den, der blev udtaget til titreringen ovenfor. Prøven anbringes i et 400 ml bægerglas. Overskuddet af syre neutraliseres med 5 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.13) og ved brug af pH-meter. Derpå fortyndes med vand indtil ca. 100 ml. Der tilsættes

▼B

10 ml KOH-KCN-opløsning (4.8) og lidt indikator (4.4) eller (4.5). Der titreres med EDTA-opløsning (4.2) under rolig omrøring med omrører (5.1). (Se punkt 10.2, 10.3, 10.4). »a« er antallet af ml af 0,05 mol/l EDTA-opløsning.

9. **Angivelse af resultater**

For de EF-gødninger, som falder inden for metodens anvendelsesområde (5 g gødning i 500 ml ekstrakt), er gødningens indhold lig med:

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

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

hvor

a = er antallet af ml 0,05 mol/l EDTA-opløsning medgået til titreringen ved tilstedeværelse af calcein eller calconcarbonsyre

b = er antallet af ml 0,05 mol/l EDTA-opløsning medgået til titreringen ved tilstedeværelse af Eriochromsort T

M = er prøvemassen udtrykt i g, som er til stede i den udtagne alikvote prøvemængde

T = 0,2016 × mol/l af EDTA-opløsningen/0,05 (se 4.2)

T′ = 0,1216 × mol/l af EDTA-opløsningen/0,05 (se 4.2).

10. **Bemærkninger**

10.1. Det stoekiometriske forhold mellem EDTA og metal i kompleksometriske analyser er altid 1:1, uanset metallets valens — selv om EDTA er tetravalent. EDTA-titreringsopløsningen og standardopløsningerne bliver derfor molære og ikke normale.

10.2. De kompleksometriske indikatorer er ofte følsomme for luftens påvirkning. Opløsningen kan afbleges under titreringen. I så fald tilsættes en eller to dråber indikator. Dette gælder især for Eriochromsort, men også for calconcarbonsyre.

10.3. Metal-indikatorkomplekserne er til tider ret stabile, og omslaget kan trække ud. De sidste dråber EDTA skal derfor tilsættes langsomt, og man må sikre sig, at man ikke allerede har passeret omslaget, ved at tilføje en dråbe 0,05 mol/l Mg (4.1) eller Ca-opløsning (4.3). Dette gælder især for eriochrommagnesiumkompleksets vedkommende.

10.4. Iagttagelsen af indikatoromslaget må ikke foregå fra oven og nedefter, men skal ske vandret på tværs af opløsningen, og bægeret skal være anbragt på et hvidt underlag i belysningsmæssigt fordelagtig position. Omslaget kan ligeledes let iagttages ved at anbringe bægerglasset på en mat glasplade, svagt belyst nedefra (25 W lampe).

10.5. Udførelsen af denne analyse kræver en vis erfaring. Man kan bl.a. øve sig ved at iagttage omslagene med standardopløsningerne 4.1 og 4.3. Det tilrådes at lade bestemmelserne foretage af samme person i laboratoriet.

10.6. Anvendelse af en garanteret EDTA-opløsning (f.eks. Titrisol, Normex) kan forenkle kontrollen af, at standardopløsningerne 4.1, 4.2 og 4.3 er ækvivalente.

10.7. Opløsningerne indeholdende KCN må ikke hældes i kloakken, uden at cyanidet først er omdannet til en ugiftig forbindelse, f.eks. ved oxidation med natriumhypochlorit efter alkalinisering.

Metode 8.9

Bestemmelse af sulfater

1. **Formål**

I dette dokument fastlægges en metode til bestemmelse af svovl, som er til stede i form af sulfater i gødningsekstrakter.

▼B

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder for bestemmelsen af sulfater, som er til stede i ekstraktioner, foretaget efter metoderne 8.1, 8.2, 8.3 og 8.4.

3. **Princip**

Gravimetrisk bestemmelse af sulfat fældet som bariumsulfat.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre (d_{20} = 1,18 g/ml) og 1 rumfang vand.

4.2. Bariumchlorid, $BaCl_2.2H_2O$, vandig opløsning på 122 g/l.

4.3. Sølvnitrat, vandig opløsning på 5 g/l

5. **Apparatur**

5.1. Porcelænsdigler til glødning

5.2. Vandbad

5.3. Tørreskab, indstillet til 105 °C (± 1) °C

5.4. Elektrisk ovn, indstillet til 800 °C (± 50) °C

6. **Fremgangsmåde**

6.1. *Prøveudtagning fra opløsningen:*

Med en pipette udtages en portion af ekstraktionsopløsningen indeholdende 20-100 mg S svarende til 50-250 mg SO_3.

Denne portion anbringes i et bægerglas af passende størrelse, og der tilsættes 20 ml fortyndet saltsyre (4.1). Derefter bringes rumfanget op på ca. 300 ml med vand.

6.2. *Fældning*

Opløsningen bringes i kog. Der tilsættes dråbevis ca. 20 ml bariumchloridopløsning (4.2) under kraftig omrystning af opløsningen i bægerglasset, hvorefter man lader væsken koge i nogle minutter.

Bægerglasset dækkes med et urglas og anbringes på kogende vandbad (5.2) i 1 time. Derefter henstår den varme væske (± ca. 60 °C), indtil bundfaldet har sat. Den klare opløsning dekanteres på et askefrit filter under langsom filtrering. Bundfaldet vaskes flere gange med en passende mængde varmt vand. Vaskningen af bundfaldet på filtret fortsættes, indtil alle chlorider er forsvundet. Dette verificeres med sølvnitratopløsningen (4.3).

6.3. *Forbrænding og vejning af bundfaldet*

Filtret med bundfaldet anbringes i en porcelænskapsel (5.1), som forud er aftareret med en nøjagtighed på 0,1 mg. Der tørres i tørreskab (5.3) og kalcineres en halv time ved ca. 800 °C (5.4). Derefter afkøles i ekssikkator og vejes med en nøjagtighed på 0,1 mg.

7. **Angivelse af resultater**

1 mg bariumsulfat svarer til 0,137 mg S eller til 0,343 mg SO_3.

Gødningens indhold af svovl i procent er lig med:

$$S\ (\%) = w \times 0{,}0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3(\%) = S\ (\%) \times 2{,}5$$

hvor

w = er massen af udfældet bariumsulfat i mg

v_1 = rumfanget af ekstraktionsopløsningen i ml

v_2 = massen af prøven i gram.

m = rumfanget af prøveportionen i ml

▼B

Metode 8.10

Bestemmelse af natriumekstrakt

1. **Formål**

I dette dokument fastsættes en metode til bestemmelse af natrium i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode gælder for EF-gødninger, hvori der i medfør af bilag I deklareres et indhold af natrium.

3. **Princip**

Efter passende fortynding af det ekstrakt, som er fremkommet ved anvendelse af metoderne 8.1 og/eller 8.3, bestemmes natriumindholdet i opløsningen ved flammeemissionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyre*

1 rumfang saltsyre til analyse (d_{20} = 1,18 g/ml) og 1 rumfang vand.

4.2. Aluminiumnitrat, $Al(NO_3)_3$, $9H_2O$

4.3. Cæsiumchlorid CsCl

4.4. Vandfrit natriumchlorid, NaCl

4.5. *Opløsning af cæsiumchlorid og aluminiumnitrat*

I en 1 000 ml målekolbe opløses 50 g cæsiumchlorid (4.3) og 250 g aluminiumnitrat (4.2) i vand, hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange.

4.6. *Natriumstandardopløsning med et indhold af Na på 1 mg/ml*

I en 1 000 ml målekolbe opløses 2,542 g natriumchlorid (4.4) i vand. Der tilsættes 10 ml saltsyre (4.1), hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange.

5. **Apparatur**

Flammespektrometer til måling ved 589,3 nm.

6. **Kalibreringsopløsninger**

6.1. 10 ml af standardopløsningen (4.6) anbringes i en 250 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med vand og blandes ved at vende kolben på hovedet flere gange. Opløsningens koncentration: 40 µg natrium pr. ml.

6.2. I en 100 ml målekolbe anbringes henholdsvis 0, 5, 10, 15, 20 og 25 ml af mellemopløsningen (6.1). Derpå tilsættes 10 ml af opløsningen (4.9). Der fyldes op til mærket og blandes. Opløsningernes koncentration: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg natrium pr. ml.

7. **Forberedelse af måleopløsningerne**

Alt efter det forventede natriumindhold i ekstraktionsopløsningen fra metoderne 8.1 og/eller 8.3 (5 g gødning i 500 ml) foretages fortyndinger efter følgende tabel:

Na_2O (%)	Na (%)	Mellemopløsning		Færdig opløsning		Fortyndingsgrad
		Udtagning (ml) (v_2)	Fortynding til ml (v_3)	Udtagning (ml) (v_4)	Fortynding til ml	
3-5	2,2-3,7	10	50	10	100	50
5-10	3,7-7,4	10	100	10	100	100
10-20	7,4-15	10	100	5	100	200
20-38	15-28	5	100	5	100	400

Mellemfortyndingen foretages med vand. Til den færdige opløsning tilsættes i målekolben på 100 ml 10 ml af opløsningen (4.5).

For en prøvemængde på 1 g multipliceres udtagningen af den færdige opløsning (v_4) med 5.

▼B

8. **Måling**

Spektrometret (5.1) gøres klart til målinger ved 589,3 nm. Apparatet kalibreres ved at måle udslaget fra kalibreringsopløsningerne (6.2). Derefter indstilles apparatets følsomhed på en sådan måde, at den stærkeste kalibreringsopløsning giver fuldt udslag. Derefter måles udslaget fra analyseprøven (7). Denne operation gentages tre gange.

9. **Beregning af resultaterne**

Kalibreringskurven afbildes med de gennemsnitlige målte udslag for hver af kalibreringsopløsningerne som ordinat og de tilsvarende koncentrationer udtrykt i µg pr. ml som abscisse. Ud fra denne kurve bestemmes natriumkoncentrationen i prøveopløsningen. Mængden af natrium beregnes ud fra opløsningerne under hensyntagen til foretagne fortyndinger. Resultaterne udtrykkes i procent af prøven.

Det procentvise indhold af natrium (Na) i gødningen er lig med:

$$\text{Na } \% = x.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{m}$$

$$Na_2O\ (\%) = Na\ (\%) \times 1{,}348$$

hvor

x = er koncentrationen af den opløsning, der indføres i spektrometeret i µg/ml

v_1 = rumfanget af ekstraktionsopløsningen i ml

v_2 = rumfanget af prøveportionen til mellemfortyndingen i ml

v_3 = rumfanget af mellemfortyndingen i ml

v_4 = rumfanget af prøveportionen til den endelige fortynding (i 100 ml)

m = massen af prøven i gram.

Metode 9

Mikronæringsstoffer i en koncentration på 10 % eller mindre

Metode 9.1

Ekstraktion af totalindholdet af mikronæringsstoffer

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af totalindholdet af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af totalindholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes til EF-gødninger, der er omfattet af bilag I E, og som indeholder et eller flere af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med mindre end eller lig med 10 %.

3. **Princip**

Opløsning i kogende, fortyndet saltsyre.

Anmærkning

Ekstraktionen er empirisk og er ikke nødvendigvis kvantitativ, afhængigt af produktet og de øvrige bestanddele af gødningen. Navnlig kan den ekstraherede mængde for visse manganoxiders vedkommende være betydeligt lavere end den samlede mængde mangan, som er indeholdt i produktet. Det påhviler gødningsfabrikanterne at sikre, at det deklarerede indhold reelt svarer til den mængde, som ekstraheres under de i metoden anvendte betingelser.

▼B

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.2. Koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml)

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

Anmærkning

Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Eftersom metoden indebærer kogning, er teflon eller kvarts at foretrække. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles omhyggeligt.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

Alt efter det deklarerede indhold af det pågældende næringsstof i produktet udtages en gødningsprøve på mellem 2 og 10 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	< 0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Prøvens masse (g)	10	5	2
Næringsstoffets masse i prøven (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktrumfang V (ml)	250	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	4	1-500	200-400

Prøven anbringes i et 250 ml bægerglas.

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Hvis prøven er i fast form, fugtes den med en smule vand, hvorefter der forsigtigt og i små portioner først tilsættes et rumfang fortyndet saltsyre (4.1) svarende til 10 ml pr. g gødning og derefter ca. 50 ml vand. Bægerglasset dækkes med et urglas, og der blandes. Væsken bringes i kog og koges i 30 minutter. Derefter lader man den afkøle, idet kolben rystes med mellemrum. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 250 eller 500 ml målekolbe (se tabel). Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. Den første portion kasseres. Filtratet skal være helt klart.

Det anbefales at foretage bestemmelsen hurtigst muligt på alikvoter af det klare filtrat. I modsat fald tilproppes beholderen.

Bemærkning

Ekstrakter til bestemmelse af borindhold: pH justeres til mellem 4 og 6 ved tilsætning af koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (4.2).

8. **Måling**

Bestemmelsen af mikronæringsstofferne foretages på alikvoter, som er tilpasset til de specifikke metoder for hvert enkelt mikronæringsstof.

Om nødvendigt fjernes organiske, chelaterende eller kompleksbindende stoffer på en alikvot efter metode 9.3. Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri.

▼B

Metode 9.2

Ekstraktion af vandopløselige mikronæringsstoffer

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af vandopløselige former af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af indholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes til EF-gødninger, der er omfattet af bilag I, og som indeholder et eller flere af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med mindre end eller lig med 10 %.

3. **Princip**

Mikronæringsstofferne ekstraheres ved omrystning af gødningen i vand ved en temperatur på 20 (± 2) °C.

Anmærkning

Ekstraktionen er empirisk og vil ikke nødvendigvis være kvantitativ.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

5. **Apparatur**

5.1. Rysteapparat indstillet til 35-40 omdrejninger pr. minut

5.2. pH-meter

Anmærkning

Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Eftersom metoden indebærer kogning, er teflon eller kvarts at foretrække. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles omhyggeligt.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

Alt efter det deklarerede indhold af det pågældende næringsstof i produktet udtages en gødningsprøve på mellem 2 og 10 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	< 0,01	0,01-< 5	≥ 5-10
Prøvens masse (g)	10	5	2
Næringsstoffets masse i prøven (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktrumfang V (ml)	250	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	4	1-500	200-400

Prøven anbringes i en 250 eller 500 ml målekolbe (jf. tabellen).

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Der tilsættes ca. 200 ml vand, hvis det er en 250 ml målekolbe, eller 400 ml vand, hvis det er en 500 ml målekolbe.

▼B

Kolben tilproppes omhyggeligt, og rystes kraftigt i hånden, så prøven bliver dispergeret. Derefter anbringes kolben på rysteapparatet (5.1) i 30 minutter.

Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

7.3. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Der filtreres omgående i en ren og tør flaske, som straks tilproppes. Bestemmelsen foretages hurtigst muligt efter filtreringen.

Anmærkning

Hvis filtratet gradvis bliver uklart, foretages en ny ekstraktion som under 7.1. og 7.2. Målekolbens rumfang er Ve. En portion af ekstraktet filtreres over i en målekolbe med rumfanget W, hvori der på forhånd er afpipetteret 5 ml saltsyreopløsning (4.1). Filtreringen afbrydes i det øjeblik, målestregen er nået. Der blandes omhyggeligt.

Ved denne fremgangsmåde er volumen af ekstraktet:

$$V = Ve \times W / (W - 5)$$

Fortyndingerne i angivelsen af resultater afhænger af denne værdi af V.

8. **Måling**

Bestemmelsen af næringsstofferne foretages på alikvoter, som er tilpasset til de specifikke metoder for hvert enkelt næringsstof.

Om nødvendigt fjernes organiske, chelaterende eller kompleksbindende stoffer på en alikvot efter metode 9.3. Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri.

Metode 9.3

Fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

Anmærkning

Sædvanligvis har tilstedeværelsen af organisk materiale i små mængder ingen indflydelse på bestemmelserne ved atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

De organiske forbindelser i en alikvot af ekstraktet oxideres med hydrogenperoxid.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 0,5 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

4.2. Hydrogenperoxidopløsning (30 % H_2O_2, ρ = 1,11g/ml), fri for mikronæringsstoffer

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

6. **Fremgangsmåde**

Der udtages 25 ml af ekstraktionsopløsningen, fremkommet efter metode 9.1 eller 9.2, som overføres til et 100 ml bægerglas. Er der tale om ekstraktion 9.2, tilsættes 5 ml fortyndet saltsyreopløsning (4.1). Derpå tilsættes ca. 5 ml hydrogenperoxidopløsning (4.2), Der afdækkes med et urglas. Man lader oxidationen foregå ved stuetemperatur i ca. 1 time og bringer derefter langsomt væsken i kog og holder den kogende i en halv time. Om nødvendigt tilsættes på ny 5 ml hydrogenperoxid til den afkølede opløsning, og nedbrydningen af organiske forbindelser fortsættes, og overskud af hydrogenperoxid

▼B

fjernes ved kogning. Opløsningen afkøles og overføres kvantitativt til en 50 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand. Om nødvendigt filtreres.

Der tages hensyn til denne fortynding ved udtagningen af alikvote mængder og beregning af produktets procentvise indhold af mikronæringsstoffer.

Metode 9.4

Bestemmelse af mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

(generel fremgangsmåde)

1. **Formål**

I denne metode beskrives en generelt anvendelig procedure til bestemmelse af visse mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

Tilpasningen af denne procedure til de forskellige mikronæringsstoffer fremgår af metoderne for hvert enkelt næringsstof.

Anmærkning

Normalt vil tilstedeværelsen af små mængder af organisk stof i opløsningen ikke påvirke bestemmelser foretaget med atomabsoptionsspektrometri.

3. **Princip**

Efter en eventuel nødvendig behandling af ekstraktet for at mindske eller fjerne generende kemiske stoffer fortyndes ekstraktet således, at dets koncentration ligger inden for spektrometrets optimale arbejdsområde ved en bølgelængde, der er givet ved det næringsstof, som skal bestemmes.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.2. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 0,5 mol/l*

1 rumfang saltsyre, (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Dette reagens anvendes ved bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink. Det kan fremstilles ud fra:

a) Lathanoxid opløst i saltsyre (4.1). I en 1 liter målekolbe anbringes 11,73 g lanthanoxid (La_2O_3) i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 120 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Efter at stoffet er opløst, fyldes op til mærket med vand og blandes. Denne opløsning er ca. 0,5 mol/l med hensyn til saltsyre.

b) Lathanchlorid, -nitrat, eller -sulfat. I en 1 liter målekolbe opløses 26,7 g lanthanchlorid, heptahydrat ($LaCl_3.7H_2O$) eller 31,2 g lanthannitrat, hexahydrat [$La(NO_3)_3$ $6H_2O$] eller 26,2 g lanthansulfat, nonahydrat [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 85 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes omhyggeligt. Denne opløsning er ca. 0,5 mol/l med hensyn til saltsyre.

4.4. *Standardopløsninger*

Med hensyn til fremstilling heraf henvises til metoderne for hvert enkelt mikronæringsstof.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer udstyret med emissionskilder, som er karakteristiske for de mikronæringsstoffer, der skal bestemmes.

▼B

Ved anvendelsen af spektrometret skal producentens brugervejledning nøje følges. Apparatet skal være udstyret, så det er muligt om nødvendigt at foretage baggrundskorrektion. Dette gælder specielt ved bestemmelse af zink og cobolt. Der anvendes acetylen/luft-flamme.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Forberedelse af analyseopløsningen*

En alikvot af det ekstrakt, der er fremstillet efter metode 9.1, 9.2 eller 9.3, fortyndes med vand og/eller saltsyre (4.1) eller (4.2), således at der i den endelige måleopløsning opnås en koncentration af det næringsstof, der skal bestemmes, som ligger i det anvendte kalibreringsområde (7.2) og en saltsyrekoncentration på mellem 0,5 mol/l og 2,5 mol/l. Fremgangsmåden kan nødvendiggøre en eller flere successive fortyndinger.

Der udtages en alikvot, hvis volumen kaldes (a), af den sidste fortyndingsopløsning af ekstraktet, som overføres til en 100 ml målekolbe. Til bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink tilføjes 10 ml lanthanopløsning (4.3). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Denne opløsning er den endelige måleopløsning. Fortyndingsfaktoren betegnes D.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Ud fra næringsstofstandardopløsningen, fremstillet efter den metode, der er beskrevet for hvert enkelt mikronæringsstof, fremstilles i 100 ml målekolber en standardserie på mindst 5 opløsninger med stigende koncentration liggende i apparatets optimale arbejdsområde. Koncentrationen af saltsyre tilpasses bedst muligt til koncentrationen i den endelige måleopløsning (6.2). Ved bestemmelse af cobolt, jern, mangan og zink tilsættes 10 ml af samme lanthanopløsning (4.3) som anvendt under 6.2. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

7.3. *Måling*

Spektrometret (5) gøres klar til måling og indstilling på den bølgelængde, der er angivet for det pågældende næringsstof.

Der foretages indsugning tre gange af henholdsvis standardopløsningerne (7.2), analyseopløsningen (6.2) og blindprøven (7.1), idet alle resultater noteres. Instrumentet gennemskylles med destilleret vand mellem hver indsugning.

Kalibreringskurven tegnes ved som ordinat at afsætte gennemsnitsværdien af spektrometrets visning for hver standardopløsning (7.2) og som abscisse de tilsvarende næringsstofkoncentrationer udtrykt i µg/ml.

Ud fra denne kurve bestemmes koncentrationerne af mikronæringsstof i analyseopløsningen (6.2) og i blindprøven (7.1). Disse koncentrationer betegnes hhv. (x_s) og (x_b) og udtrykkes i µg/ml.

8. **Angivelse af resultatet**

Det procentvise indhold af mikronæringsstof (E) i gødningen er lig med:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

E er mængden af det bestemte mikronæringsstof udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget opnået ved metode 9.1 eller 9.2, i ml

▼B

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram.

Beregning af fortyndingsfaktoren D:

hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 9.5

Bestemmelse af bor i gødningsekstrakter ved azomethin-h-spektrometrimetoden

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af bor i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødninger omfattet bilag I til denne forordning, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof (bor). Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Borationer danner med en opløsning af azomethin-H et gult kompleks, hvis koncentration bestemmes ved molekylærabsorptionsspektrometri ved 410 nm. Interferende ioner maskeres med EDTA.

4. **Reagenser**

4.1. *EDTA-bufferopløsning*

Til en 500 ml målekolbe indeholdende 300 ml vand overføres:

— 75 g ammoniumacetat (NH_4OOCCH_3)

— 10 g dinatriumsalt af ethylendiamintetræddikesyre (Na_2EDTA)

— 40 ml eddikesyre (CH_3COOH d_{20} = 1,05 g/ml).

Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningens pH, kontrolleret med glaselektrode, skal være 4,8 ± 0,1.

4.2. *Azomethin-H-opløsning*

Til en 200 ml målekolbe overføres:

— 10 ml bufferopløsning (4.1)

— 400 mg asomethin-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$)

— 2 g ascorbinsyre ($C_6H_8O_6$).

— Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Der bør ikke tilberedes store mængder af dette reagens, som kun er holdbart i nogle få dage.

4.3. *Borstandardopløsninger*

4.3.1. Borstamopløsning (100 µg/ml)

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 0,5719 g borsyre (H_2BO_3). Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen overføres til en plastflaske og opbevares i køleskab.

4.3.2. Borarbejdsopløsning (10 µg/ml)

Til en 500 ml målekolbe overføres 50 ml af stamopløsningen (4.3.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

5. **Apparatur**

Spektrometer udstyret til molekylærabsorption med 10 mm kuvetter og indstillet på en bølgelængde på 410 nm.

▼B

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Fremstilling af boropløsningen*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

En alikvot af ekstraktet (6.1) fortyndes med vand, så der opnås en borkoncentration, der ligger inden for området specificeret i afsnit 7.2. To på hinanden følgende fortyndinger kan være nødvendige. Fortyndingsfaktoren betegnes D.

6.3. *Fremstilling af korrektionsopløsning*

Hvis analyseopløsningen (6.2) er farvet, fremstilles en tilsvarende korrektionsopløsning ved at overføre 5 ml analyseopløsning (6.2), 5 ml EDTA-bufferopløsning (4.1) og 5 ml vand til en plastflaske. Der blandes.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøveopløsningen*

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

7.2. *Fremstilling af standardopløsningerne*

Til en række målekolber på 100 ml overføres henholdsvis 0, 5, 10, 15, 20 og 25 ml borarbejdsopløsning (4.3.3). Der fyldes op til mærket med vand og blandes grundigt. Disse opløsninger indeholder fra 0 til 2,5 µg bor (B)/ml.

7.3. *Farveudvikling*

Til en række plastflasker overføres 5 ml af hver af kalibreringsopløsningerne (7.2), af analyseopløsningen (6.2) og af blindprøven (7.1). Der tilsættes 5 ml EDTA-bufferpløsning (4.1) og 5 ml azomethin-H-opløsning (4.2).

Der blandes, og farven udvikles i mørke i 2 en halv til 3 timer.

7.4. *Måling*

Ved bølgelængden 410 nm og med vand som reference måles og noteres absorbanserne af opløsningerne (7.3), samt i givet fald af korrektionsopløsningen (6.3). Kuvetterne skylles med vand forud for målingen af den følgende opløsning.

8. **Angivelse af resultatet**

Kalibreringskurven tegnes med koncentrationen af standardopløsningerne (7.2) som abscisse og de tilsvarende absorbansværdier (7.4), aflæst på spektrometret, som ordinat.

Ud fra kalibreringskurven bestemmes borkoncentrationen (B) i blindprøven (7.1), borkoncentrationen i analyseopløsningen (6.2) og i givet fald, hvis analyseopløsningen er farvet, den korrigerende koncentration til analyseopløsningen. For at beregne den korrigerede koncentration trækkes absorbansværdien af korrektionsopløsningen (6.3) fra absorbansværdien for analyseopløsningen (6.2). Koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) eller den korrigerede koncentration i analyseopløsningen noteres (x_s). Koncentrationen i blindprøven noteres (x_b).

Det procentvise indhold af bor (B) i gødningen er:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

hvor

B er det procentvise indhold af bor (B) i gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) uden eller med korrektion i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

▼B

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), er de successive alikvoter og (v1), (v2) de rumfang, der svarer til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metode 9.6

Bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter til gødninger omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af cobolt. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes coboltindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.2.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 9.4, punkt 4.3.

4.4. *Coboltstandardopløsninger*

4.4.1. Coboltstamopløsning (1 000 µg/ml)

I et 250 ml bægerglas opløses nøjagtigt 1 g metallisk cobolt, afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 25 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Der opvarmes på varmeplade indtil fuldstændig opløsning. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.4.2. Coboltarbejdsopløsning (100 µg/ml)

Til en 100 ml målekolbe overføres 10 ml stamopløsning (4.4.1), der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: se metode 9.4, punkt 5. Apparatet skal være udstyret med en coboltlampe og indstilles på bølgelængden 240,7 nm. Målingen skal gennemføres med baggrundskorrektion.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af cobolt i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 9.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 9.4, punkt 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning.

▼B

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 9.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg/ml cobolt (Co)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml coboltarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes til hver kolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg cobolt (Co)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 9.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 240,7 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 9.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af cobolt (Co) i gødningen er lig med:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Co er mængden af cobolt (Co) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 9.7

Bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af kobber. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes kobberindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.2.

4.3. Hydrogenperoxidopløsning (30 % H_2O, d_{20}= 1,11 g/ml), fri for mikronæringsstoffer

▼B

4.4. *Kobberstandardopløsninger*

4.4.1. Kobberstamopløsning 1 000 μg/ml

I et 250 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, 1 g kobber i pulverform. Der tilsættes 25 ml 6 mol/l saltsyre (4.1) og 5 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3), og der varmes på en varmeplade, til alt kobber er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.4.2. Kobberarbejdsopløsning (100 μg/ml)

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml stamopløsning (4.4.1), Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: Se metode 9.4, punkt 5. Apparatet skal være udstyret med en kobberlampe og indstilles på bølgelængden 324,8 nm.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af kobber i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 9.4, punkt 6.2.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 9.4, punkt 7.1.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 9.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 μg kobber (Cu)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml kobberarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt til koncentrationen i analyseopløsningen (6.2). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 μg kobber (Cu)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 9.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 324,8 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 9.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af kobber (Cu) i gødningen er lig med:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Cu\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Cu er mængden af kobber (Cu) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i μg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i μg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metode 9.8

Bestemmelse af jern i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af jern i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter til gødninger omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af jern. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes jernindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.2.

4.3. Hydrogenperoxidopløsning (30 % H_2O_2, d_{20}= 1,11 g/ml), fri for mikronæringsstoffer

4.4. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 9.4, punkt 4.3.

4.5. *Jernstandardopløsninger*

4.5.1. Jernstamopløsning (1 000 µg/ml)

I et 500 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, 1 g jerntråd. Der tilsættes ca. 200 ml 6 mol/l saltsyre (4.1) og 15 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3), og der varmes på en varmeplade, til alt jern er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.5.2. Jernarbejdsopløsning (100 µg/ml)

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml af stamopløsningen (4.5.1). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: se metode 9.4, punkt 5. Apparatet skal være forsynet med en jernlampe og indstilles på bølgelængden 248,3 nm.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af jern i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 9.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 9.4, punkt 7.1. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 9.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 10 µg jern (Fe)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 ml jernarbejdsopløsning (4.5.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der

▼B

fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 µg jern (Fe)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 9.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 248,3 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 9.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af jern (Fe) i gødningen er lig med:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Fe er mængden af jern (Fe) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 9.9

Bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter til gødninger omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af mangan. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes manganindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.2.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 9.4, punkt 4.3.

4.4. *Manganstandardopløsninger*

4.4.1. Manganstamopløsning (1 000 µg/ml)

I et 250 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g manganpulver, og der tilsættes 25 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Der opvarmes på en varmeplade, indtil alt mangan er opløst.

▼B

Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.4.2. Manganarbejdsopløsning (100 µg/ml)

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml af stamopløsningen (4.4.1), og der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: se metode 9.4, punkt 5. Apparatet skal være udstyret med en manganlampe og indstilles på bølgelængden 279,6 nm.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af mangan i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 9.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 9.4, punkt 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 9.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg/ml mangan (Mn)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml manganarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt til koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes til hver kolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg mangan (Mn)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 9.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 279,6 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 9.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af mangan (Mn) i gødningen er lig med:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Mn er mængden af mangan (Mn) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

Metode 9.10

Bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter ved spektrometri af et kompleks med ammoniumthiocyanat

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af molybdæn. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Molybdæn(V) danner i surt miljø sammen med SCN-ioner et [MoO $(SCN)_5$]-kompleks.

Molybdænkomplekset udtrækkes med n-butylacetat. Interfererende ioner som jern fjernes i vandfasen. Den gul-orange farve bestemmes ved molekylærabsorptionsspektrometri ved 470 nm.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Kobberopløsning, 70 mg/l i 1,5 mol/l saltsyre*

I en 1 000 ml målekolbe opløses 275 mg kobbersulfat ($CuSO_4.5H_2O$) afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 250 ml 6 mol/l saltsyreopløsning (4.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.3. *Ascorbinsyreopløsning 50 g/l*

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 50 g ascorbinsyre ($C_6H_8O_6$). Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen opbevares i køleskab.

4.4. n-butylacetat

4.5. *Ammoniumthiocyanatopløsning, 0,2 mol/l*

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 15,224 g NH_4SCN. Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen opbevares i en farvet flaske.

4.6. *Stannochloridopløsning, 50 g/l i 2 mol/l saltsyre*

Opløsningen skal være helt klar og tilberedes umiddelbart før brug. Der anvendes meget rent stannochlorid, idet opløsningen ellers ikke bliver klar.

Til fremstilling af 100 ml opløsning opløses 5 g stannochlorid ($SnCl_2.2H_2O$) i 35 ml 6 mol/l saltsyre (4.1) i en 100 ml målekolbe. Derefter tilsættes 10 ml kobberopløsning (4.2). Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.7. *Molybdænstandardopløsninger*

4.7.1. Molybdænstamopløsning (500 µg/ml)

I en 1 000 ml målekolbe opløses 0,920 g ammoniummolybdat [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$], afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg, i 6 mol/l saltsyre (4.1). Der fyldes op til mærket med samme saltsyre og blandes.

4.7.2. Molybdænmellemopløsning (25 µg/ml)

Til en 500 ml målekolbe overføres 25 ml af stamopløsningen (4.7.1). Der fyldes op til mærket med 6 mol/l saltsyre (4.1) og blandes.

4.7.3. Molybdænarbejdsopløsning (2,5 µg/ml)

Til en 100 ml målekolbe overføres 10 ml mellemopløsning (4.7.2), og der fyldes op til mærket med 6 mol/l saltsyre (4.1) og blandes.

5. **Apparatur**

5.1. Spektrometer til molekylærabsorption, indstillet til 470 nm, og udstyret med 20 mm kuvetter

▼B

5.2. Skilletragt på 200 eller 250 ml

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af molybdæn i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

En alikvot af ekstraktet (6.1) fortyndes med 6 mol/l saltsyreopløsning (4.1), så der opnås en passende koncentration af molybdæn (Mo). Fortyndingsfaktoren betegnes D.

Af denne sidste opløsning udtages en alikvot (a) indeholdende 1 til 12 µg molybdæn (Mo), som overføres til skilletragten (5.2). Der fyldes op til 50 ml med 6 mol/l saltsyreopløsning (4.1).

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøveopløsningen*

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Der fremstilles mindst 6 standardopløsninger med stigende koncentration, der svarer til spektrometrets optimale måleområde.

For intervallet 0-12,5 µg molybdæn placeres henholdsvis 0, 1, 2, 3, 4 og 5 ml af arbejdsopløsningen (4.7.3) i skilletragtene (5.2). Der fyldes op til 50 ml med 6 mol/l saltsyre (4.1). Tragtene indeholder henholdsvis 0, 2,5, 5,0, 7,5, 10 og 12,5 µg molybdæn (Mo).

7.3. *Dannelse og adskillelse af komplekset*

Til hver skilletragt (6.2), (7.1) og (7.2), overføres efterhånden i rækkefølge:

— 10 ml kobberopløsning (4.2)

— 20 ml ascorbinsyreopløsning (4.3)

Der blandes grundigt og ventes 2 til 3 minutter. Derefter tilsættes:

— 10 ml n-butylacetat (4.4) med præcisionspipette, og

— 20 ml thiocyanatopløsning (4.5).

Der omrystes i 1 minut for at trække komplekset over i den organiske fase. Efter adskillelse af de to faser fjernes vandfasen fuldstændigt og bortkastes. Derefter vaskes den organiske fase med:

— 10 ml stannochloridopløsning (4.6).

Der omrystes i 1 minut. Efter adskillelse af de to faser fjernes vandfasen fuldstændigt. Den organiske fase opsamles i et reagensglas for at samle vanddråberne i suspension.

7.4. *Måling*

Ved bølgelængden 470 nm og under anvendelse af standardopløsningen på 0 µg molybdæn (Mo)/ml (7.2) som reference måles og noteres absorbanserne af opløsningerne fremstillet under (7.3).

8. **Angivelse af resultatet**

Kalibreringskurven tegnes ved som abscisse at afsætte de pågældende masser i µg molybdæn (Mo) i standardopløsningerne (7.2) og som ordinat de tilsvarende absorbansværdier (7.4), aflæst på spektrometret.

Ud fra denne kurve bestemmes masserne af molybdæn (Mo) i analyseopløsningen (6.2) og i blindprøven (7.1). Disse masser betegnes henholdsvis (x_s) og (x_b).

Det procentvise indhold af molybdæn (Mo) i gødningen er lig med:

$$Mo\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Mo\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Mo er mængden af molybdæn (Mo) udtrykt i procent af gødningen

▼B

a er rumfanget af den alikvot, der er udtaget af den sidste fortyndingsopløsning (6.2), i ml

x_s er massen af molybdæn (Mo) i analyseopløsningen (6.2), i µg

x_b er massen af molybdæn (Mo) i blindprøven (7.1) svarende til samme rumfang (a) som den alikvote analyseopløsning (6.2), i µg

V er rumfanget af ekstraktopløsningen fremstillet ved metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2) er alikvoter, og (v1), (v2) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metode 9.11

Bestemmelse af zink i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af zink i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af zink. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 9.1 eller 9.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstraktet bestemmes zinkindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 9.4, punkt 4.2.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 9.4, punkt 4.3.

4.4. *Zinkstandardopløsninger*

4.4.1. Zinkstamopløsning (1 000 µg/ml)

I en 1 000 ml målekolbe afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g zinkstøv eller zinkskæl, og der tilsættes 25 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Når alt zink er opløst, fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.4.2. Zinkarbejdsopløsning (100 µg/ml)

I en 200 ml målekolbe fortyndes 20 ml af stamopløsningen (4.4.1) i 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: se metode 9.4, punkt 5. Apparatet skal være forsynet med en zinklampe og indstilles på bølgelængden 213,8 nm. Målingen skal gennemføres med baggrundskorrektion.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af zink i gødningsprøven*

Se metoderne 9.1 og/eller 9.2 samt evt. 9.3.

▼B

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 9.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 9.4, punkt 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 9.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg zink (Zn)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml zinkarbejdsopløsning (4.4.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt til koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes til hver kolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg zink (Zn)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 9.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 213,8 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 9.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af Zink (Zn) i gødningen er lig med:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 9.3 har været anvendt:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Zn er mængden af zink (Zn) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 9.1 eller 9.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 9.1 eller 9.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 10

Mikronæringsstoffer indhold større end 10 %

Metode 10.1

Ekstraktion af totalindholdet af mikronæringsstoffer

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af totalindholdet af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af totalindholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes til EF-gødninger, der er omfattet af forordningens bilag I E, og som indeholder et eller flere af følgende

▼B

mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med et indhold på mere end 10 %.

3. **Princip**

Opløsning i kogende, fortyndet saltsyre.

Anmærkning

Ekstraktionen er empirisk og er ikke nødvendigvis kvantitativ, afhængigt af produktet og de øvrige bestanddele af gødningen. Navnlig kan den ekstraherede mængde for visse manganoxiders vedkommende være betydeligt lavere end den samlede mængde mangan, som er indeholdt i produktet. Det påhviler gødningsfabrikanterne at sikre, at det deklarerede indhold reelt svarer til den mængde, som ekstraheres under de i metoden anvendte betingelser.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.2. Koncentreret ammoniumhydroxidoplysning (NH_4OH, ρ = 0,9g/ml)

5. **Apparatur**

5.1. Elektrisk varmeplade med temperaturregulering

5.2. pH-meter

Anmærkning

Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Eftersom metoden indebærer kogning, er teflon eller kvarts at foretrække. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles omhyggeligt.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

Alt efter det deklarerede indhold af det pågældende næringsstof i produktet udtages en gødningsprøve på mellem 1 og 2 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	> 10 < 25	≥ 25
Prøvens masse (g)	2	1
Næringsstoffets masse i prøven (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstraktrumfang V (ml)	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Prøven anbringes i et 250 ml bægerglas.

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Hvis prøven er i fast form, fugtes den med en smule vand, hvorefter der forsigtigt og i små portioner først tilsættes et rumfang fortyndet saltsyre (4.1) svarende til 10 ml pr. g gødning og derefter ca. 50 ml vand. Bægerglasset dækkes med et urglas, og der blandes. Væsken bringes i kog og koges i 30 minutter. Derefter lader man den afkøle, idet kolben rystes med mellemrum. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 500 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Der filtreres på et tørt filter over i en tør beholder. Den første portion kasseres. Filtratet skal være helt klart.

Det anbefales at foretage bestemmelsen hurtigst muligt på alikvoter af det klare filtrat. I modsat fald tilproppes beholderen.

▼B

Anmærkning

Ekstrakter til bestemmelse af borindhold: pH justeres til mellem 4 og 6 ved tilsætning af koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (4.2).

8. **Måling**

Bestemmelsen af mikronæringsstofferne foretages på alikvoter, som er tilpasset til de specifikke metoder for hvert enkelt mikronæringsstof.

Dersom mikroanalysestofferne er chelaterede eller komplekserede, skal metode 10.3 anvendes, inden næringsstofferne bestemmes efter metoderne 10.5, 10.6. 10.7, 10.9 eller 10.10.

Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri (metode 10.8 og 10.11).

Metode 10.2

Ekstraktion af vandopløselige mikronæringsstoffer

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til ekstraktion af vandopløselige former af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn og zink. Det tilstræbes at foretage færrest mulige ekstraktioner og i videst mulig udstrækning anvende samme ekstrakt til bestemmelse af indholdet af hvert enkelt af ovennævnte mikronæringsstoffer.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes til EF-gødninger, der er omfattet af forordningens bilag I E, og som indeholder et eller flere af følgende mikronæringsstoffer: bor, cobolt, kobber, jern, mangan, molybdæn eller zink. Metoden anvendes til bestemmelse af ethvert mikronæringsstof, der er deklareret med et indhold på mere end 10 %.

3. **Princip**

Mikronæringsstofferne ekstraheres ved omrystning af gødningen i vand ved en temperatur på 20 (± 2) °C.

Anmærkning

Ekstraktionen er empirisk og vil ikke nødvendigvis være kvantitativ.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

5. **Apparatur**

5.1. Rysteapparat indstillet til 35-40 omdrejninger pr. minut

Anmærkning

Hvis ekstraktet skal benyttes til bestemmelse af bor, må der ikke anvendes borosilikatglas. Eftersom metoden indebærer kogning, er teflon eller kvarts at foretrække. Anvendes der opvaskemidler indeholdende borater til afvaskning af laboratorieudstyr, skal dette skylles omhyggeligt.

6. **Forbehandling af prøven**

Se metode 1.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøveudtagning*

Alt efter det deklarerede indhold i produktet udtages en gødningsprøve på mellem 1 og 2 g. Følgende tabel skal anvendes til fremstilling af en endelig opløsning, som efter passende fortynding ligger inden for måleintervallet for hver metode. Prøven afvejes med en nøjagtighed på 1 mg.

Deklareret indhold af mikronæringsstof i gødningen (%)	> 10 < 25	≥ 25
Prøvens masse (g)	2	1

▼B

Næringsstoffets masse i prøven (mg)	> 200 < 500	≥ 250
Ekstraktrumfang V (ml)	500	500
Næringsstoffets koncentration i ekstraktet (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Prøven anbringes i et 500 ml bægerglas.

7.2. *Fremstilling af opløsningen*

Der tilsættes ca. 400 ml vand.

Kolben tilproppes omhyggeligt og rystes kraftigt i hånden, så prøven bliver dispergeret. Derefter anbringes kolben på rysteapparat i 30 minutter.

Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

7.3. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Der filtreres omgående i en ren og tør flaske, som straks tilproppes. Bestemmelsen foretages hurtigst muligt efter filtreringen.

Anmærkning

Hvis filtratet gradvis bliver uklart, foretages en ny ekstraktion som under 7.1. og 7.2. Målekolbens rumfang er Ve. En portion af ekstraktet filtreres over i en målekolbe med rumfanget W, hvori der på forhånd er afpipetteret 5 ml saltsyreopløsning (4.1). Filtreringen afbrydes i det øjeblik, målestregen er nået. og blandes omhyggeligt.

Ved denne fremgangsmåde er volumen af ekstraktet:

$$V = Ve \times W / (W - 5)$$

Fortyndingerne i angivelsen af resultater afhænger af denne værdi af V.

8. **Måling**

Bestemmelsen af næringsstofferne foretages på alikvoter, som er tilpasset til de specifikke metoder for hvert enkelt næringsstof.

Dersom mikroanalysestofferne er chelaterede eller komplekserede, skal metode 10.3 anvendes, inden næringsstofferne bestemmes efter metoderne 10.5, 10.6. 10.7, 10.9 eller 10.10.

Normalt er dette unødvendigt for bestemmelser ved atomabsorptionsspektrometri (metode 10.8 og 10.11).

Metode 10.3

Fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter

1. **Formål**

I denne metode fastsættes proceduren til fjernelse af organiske forbindelser i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af næringsstof. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 10.1 eller 10.2.

Anmærkning

Sædvanligvis har tilstedeværelsen af organisk materiale i små mængder ingen indflydelse på bestemmelserne ved atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

De organiske forbindelser i en alikvot af ekstraktet oxideres med hydrogenperoxid.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 0,5 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

▼B

4.2. Hydrogenperoxidopløsning (30 % H_2O_2, d_{20}= 1,11 g/ml), fri for mikronæringsstoffer

5. **Apparatur**

Elektrisk varmeplade med temperaturregulering.

6. **Fremgangsmåde**

Der udtages 25 ml af ekstraktionsopløsningen, fremkommet efter metode 10.1 eller 10.2, som overføres til et 100 ml bægerglas. Er der tale om ekstraktion 10.2, tilsættes 5 ml fortyndet saltsyreopløsning (4.1). Derpå tilsættes ca. 5 ml hydrogenperoxidopløsning (4.2). Der afdækkes med et urglas. Man lader oxidationen foregå ved stuetemperatur i ca. 1 time og bringer derefter langsomt væsken i kog og holder den kogende i en halv time. Om nødvendigt tilsættes på ny 5 ml hydrogenperoxid til den afkølede opløsning, og nedbrydningen af organiske forbindelser fortsættes, og overskud af hydrogenperoxid fjernes ved kogning. Opløsningen afkøles og overføres kvantitativt til en 50 ml målekolbe, og der fyldes op til mærket med vand. Om nødvendigt filtreres.

Der tages hensyn til denne fortynding ved udtagningen af alikvote mængder og beregning af produktets procentvise indhold af mikronæringsstoffer.

Metode 10.4

Bestemmelse af mikronæringsstoffer i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometer

(generel fremgangsmåde)

1. **Formål**

I denne metode beskrives en generelt anvendelig procedure til bestemmelse af mikronæringsstofferne jern og zink i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstofferne jern eller zink i ekstrakter af gødning ekstrakteret ved hjælp af metode 10.1 og 10.2 omfattet af denne forordnings bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold.

Tilpasningen af denne procedure til de forskellige mikronæringsstoffer fremgår af metoderne for hvert enkelt næringsstof.

Anmærkning

Normalt vil tilstedeværelsen af små mængder af organisk stof i opløsningen ikke påvirke bestemmelser foretaget med atomabsoptionsspektrometri.

3. **Princip**

Efter en eventuel nødvendig behandling af ekstraktet for at mindske eller fjerne generende kemiske stoffer fortyndes ekstraktet således, at dets koncentration ligger inden for spektrometrets optimale arbejdsområde ved en bølgelængde, der er givet ved det næringsstof, som skal bestemmes.

4. **Reagenser**

4.1. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.2. *Fortyndet saltsyreopløsning (HCl), ca. 0,5 mol/l*

1 rumfang saltsyre, (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Dette reagens anvendes ved bestemmelse af jern og zink. Det kan fremstilles ud fra:

a) Lathanoxid opløst i saltsyre (4.1). I en 1 liter målekolbe anbringes 11,73 g lanthanoxid (La_2O_3) i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 120 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Efter at stoffet er opløst, fyldes op til mærket med vand og blandes. Denne opløsning er ca. 0,5 mol/l med hensyn til saltsyre. eller

▼B

b) Lathanchlorid, -nitrat, eller -sulfat. I en 1 liter målekolbe opløses 26,7 g lanthanchlorid, heptahydrat ($LaCl_3$ $7H_2O$) eller 31,2 g lanthannitrat, hexahydrat [$La(NO_3)_3.6H_2O$] eller 26,2 g lanthansulfat, nonahydrat [$La_2(SO_4)_3$ $9H_2O$] i 150 ml vand, hvorefter der tilsættes 85 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Der fyldes op til mærket med vand og blandes omhyggeligt. Denne opløsning er ca. 0,5 mol/l med hensyn til saltsyre.

4.4. *Standardopløsninger*

Med hensyn til fremstilling heraf henvises til metoderne for hvert enkelt mikronæringsstof.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer udstyret med emissionskilder, som er karakteristiske for de mikronæringsstoffer, der skal bestemmes.

Ved anvendelsen af spektrometret skal producentens brugervejledning nøje følges. Apparatet skal være udstyret, så det er muligt om nødvendigt at foretage baggrundskorrektion (f.eks. ved bestemmelse af zink). Der anvendes acetylen/luft-flamme.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Fremstilling af ekstraktopløsninger af de mikronæringsstoffer, der skal bestemmes.*

Se metoderne 10.1 og/eller 10.2 samt evt. 10.3.

6.2. *Forberedelse af analyseopløsningen*

En alikvot af det ekstrakt, der er fremstillet efter metode 10.1, 10.2 eller 10.3, fortyndes med vand og/eller saltsyre (4.1) eller (4.2), således at der i den endelige måleopløsning opnås en koncentration af det næringsstof, der skal bestemmes, som ligger i det anvendte kalibreringsområde (7.2) og en saltsyrekoncentration på mellem 0,5 mol/l og 2,5 mol/l. Fremgangsmåden kan nødvendiggøre en eller flere successive fortyndinger.

Den endelige måleopløsning fremstilles ved, at der udtages en alikvot, hvis volumen kaldes (a), af den sidste fortyndingsopløsning, som overføres til en 100 ml målekolbe. Til bestemmelse af jern eller zink tilføjes 10 ml lanthanopløsning (4.3). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Fortyndingsfaktoren betegnes D.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Der fremstilles en blindprøve ved at gennemføre hele proceduren inklusive ekstraktionen og kun udelade gødningsprøven.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Ud fra næringsstofstandardopløsningen, fremstillet efter den metode, der er beskrevet for hvert enkelt mikronæringsstof, fremstilles i 100 ml målekolber en standardserie på mindst 5 opløsninger med stigende koncentration liggende i apparatets optimale arbejdsområde. Koncentrationen af saltsyre tilpasses bedst muligt til koncentrationen i den endelige måleopløsning (6.2). Ved bestemmelse af jern eller zink tilsættes 10 ml af samme lanthanopløsning (4.3) som anvendt under 6.2. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

7.3. *Måling*

Spektrometret (5) gøres klar til måling og indstilling på den bølgelængde, der er angivet for det pågældende næringsstof.

Der foretages indsugning tre gange af henholdsvis standardopløsningerne (7.2), analyseopløsningen (6.2) og blindprøven (7.1), idet alle resultater noteres. Instrumentet gennemskylles med destilleret vand mellem hver indsugning.

Kalibreringskurven tegnes ved som ordinat at afsætte gennemsnitsværdien af spektrometrets visning for hver standardopløsning (7.2) og som abscisse de tilsvarende næringsstofkoncentrationer udtrykt i µg/ml.

Ud fra denne kurve bestemmes koncentrationerne af mikronæringsstof i analyseopløsningen (6.2) og i blindprøven (7.1). Disse koncentrationer betegnes hhv. (x_s) og (x_b) og udtrykkes i µg/ml.

▼B

8. **Angivelse af resultatet**

Det procentvise indhold af mikronæringsstof (E) i gødningen er lig med:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 10.3 har været anvendt:

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

E er mængden af det bestemte mikronæringsstof udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget opnået ved metode 10.1 eller 10.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 10.1 eller 10.2, i gram.

Beregning af fortyndingsfaktoren D:

hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 10.5

Bestemmelse af bor i gødningsekstrakter ved syretitrering

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af bor i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne procedure anvendes ved bestemmelse af mikronæringsstoffer i ekstrakter af gødning omfattet af forordningens bilag I E, og for hvilke der er foreskrevet deklaration af total og/eller vandopløseligt indhold af bor. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 10.1 eller 10.2.

3. **Princip**

Borat-ioner sammen med mannitol danner et mannitol-borkompleks efter reaktionen:

$C_6H_8\ (OH)_6 + H_3BO_3\ C_6H_{15}O_8B + H_2O$

Komplekset titreres med natriumhydroxidopløsning til pH 6,3.

4. **Reagenser**

4.1. *Indikatoropløsning af methylrødt*

I en 100 ml målekolbe opløses 0,1 g methylrødt ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) i 50 ml 95 % ethanol. Der fyldes op til 100 ml med vand. Der blandes omhyggeligt.

4.2. *Fortyndet saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/ll*

1 rumfang saltsyre HCl (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 20 rumfang vand.

4.3. *Natriumhydroxidopløsning, ca. 0,5 mol/l.*

Må ikke indeholde kuldioxid. I en 1 liter målekolbe indeholdende ca. 800 ml kogt vand opløses 20 g natriumhydroxid (NaOH) i tabletform. Når opløsningen er afkølet, fyldes op til 1 000 ml med kogt vand, og der blandes.

4.4. *Standard natriumhydroxidopløsning, ca. 0,025 mol/l*

Må ikke indeholde kuldioxid. Natriumhydroxidopløsningen 0,5 mol/l (4.3) fortyndes 20 gange med kogt vand, og der blandes. Titrerværdien udtrykt i bor (B) vil blive bestemt (se punkt 9).

▼B

4.5. *Borstandardopløsning (100 µg/ml B)*

I en 1 000 ml målekolbe opløses med vand 0,5719 g borsyre (H_3BO_3), afvejet med en nøjagtighed på 0,1 mg. Der fyldes op til mærket med vand og blandes. Opløsningen overføres til en plastflaske og opbevares i køleskab.

4.6. D-manitol ($C_6H_{14}O_6$), pulver

4.7. Natriumchlorid (NaCl)

5. **Apparatur**

5.1. pH-meter med glaselektrode

5.2. Magnetomrører

5.3. 400 ml bægerglas med teflonstav

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Fremstilling af boropløsningen*

Se metoderne 10.1 og/eller 10.2 samt eventuelt 10.3.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Prøve*

I et 400 ml bægerglas (5.3) anbringes en alikvot (a) af analyseopløsningen (6.1) indeholdende 2-4 mg B. Der tilføjes 150 ml vand

samt nogle dråber methylrødt indikatoropløsning (4.1).

Ved ekstraktion efter metode 10.2 justeres til surt miljø ved at tilsætte 0,5 mol/l saltsyre (4.2), indtil farveindikatoren slår om, plus 0,5 ml 0,5 mol/l saltsyre (4.2) i overskud.

Efter tilsætning af 3 g natriumchlorid (4.7) bringes opløsningen i kog for at fjerne kuldioxid, hvorefter man lader den afkøle. Bægerglasset anbringes på magnetomrøreren (5.2), og elektroderne på det forud kalibrerede pH-meter (5.1) nedsænkes heri.

Opløsningens pH indstilles til nøjagtigt pH 6,30, først med 0,5 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.3) og derefter med 0,025 mol/l opløsningen (4.4).

Der tilsættes 20 g D-mannitol (4.6). Dette opløses fuldstændigt, og der blandes. Derefter titreres med 0,025 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.4), indtil pH 6,3 (stabilitet i mindst 1 minut). Det forbrugte rumfang betegnes x_1.

8. **Blindprøve**

Der gennemføres en blindprøve, i hvilken alle procedurens trin udføres, idet kun gødningsprøven udelades. Det forbrugte rumfang betegnes x_0.

9. **Borindhold (B) i natriumhydroxidopløsningen (4.4)**

Med en pipette udtages 20 ml (2,0 mg B) af standardopløsningen (4.5) og overføres til et 400 ml bægerglas, hvorefter der tilsættes nogle dråber methylrødt (4.1). Der tilsættes 3 g natriumchlorid (4.7) og saltsyreopløsning (4.2) indtil indikatoropløsningen (4.1.) slår om.

Der fyldes op med vand til ca. 150 ml, og væsken bringes forsigtigt i kog for at fjerne kuldioxid, hvorefter man lader den afkøle. Bægerglasset anbringes på magnetomrøreren (5.2), og elektroderne på det forud kalibrerede pH-meter (5.1) nedsænkes heri. Opløsningens pH indstilles til nøjagtigt pH 6,30, først med 0,5 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.3) og derefter med 0,025 mol/l opløsningen (4.4).

Der tilsættes 20 g D-mannitol (4.6). Dette opløses fuldstændigt, og der blandes. Derefter titreres med 0,025 mol/l natriumhydroxidopløsning (4.4), indtil pH 6,3 (stabilitet i mindst 1 minut). Det forbrugte rumfang betegnes V_1.

Der gennemføres en blindprøve på samme måde, idet prøveopløsningen erstattes af 20 ml vand. Det forbrugte rumfang til titrering betegnes V_0.

Ækvivalentindholdet af bor (F) i mg/ml af opløsningen, titreret med standard-NaOH, er følgende:

$$F \text{ (i mg/ml)} = 2 / (V_1 - V_0)$$

1 ml 0,025 mol/l natriumhydroxidopløsning svarer til 0,27025 mg B.

▼B

10. **Angivelse af resultatet**

Det procentvise indhold af bor (B) i gødningen er:

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

hvor

B (%) er det procentvise borindhold i gødningen

X_1 er rumfanget i ml af 0,025 mol/l det standardnatriumhydroxid (4.4), der skal bruges i prøveopløsningen

X_0 er rumfanget i ml af 0,025 mol/l det standardnatriumhydroxid (4.4), der skal bruges i blindprøveopløsningen

F er ækvivalentværdien af bor (B) i mg/ml af opløsningen af 0,025 mol/l natriumhydroxid (4.4)

V er rumfanget af det ekstrakt, der er fremstillet efter metode 10.1 eller 10.2, i ml

a er rumfanget i ml af den alikvote prøvemængde (7.1) af ekstraktopløsningen (6.1)

M er massen i gram af den anvendte gødningsmængde efter metode 10.1 eller 10.2.

Metode 10.6

Bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter ved gravimetrisk metode med 1-nitroso-2-naphthol

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af cobolt i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på gødninger, for hvilke der i medfør af forordningens bilag I E deklareres et coboltindhold, og hvor ekstrakterne er fremstillet ved metoderne 10.1 og/eller 10.2.

3. **Princip**

Cobolt (III) danner med 1-nitroso-2-naphthol er rødt bundfald Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$. Efter at den cobolt, der er til stede i ekstraktet, er bragt på formen cobolt (III), fældes cobolten i eddikesurt miljø med en opløsning af 1-nitroso-2-naphthol. Efter filtrering vaskes bundfaldet og tørres, indtil massen er konstant, hvorefter det vejes som Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$.

4. **Reagenser**

4.1. Hydrogenperoxidopløsning (H_2O_2, d_{20}= 1,11 g/ml) (30 %)

4.2. *Natriumhydroxidopløsning, ca. 2 mol/l*

8 g natriumhydroxid i tabletform opløses i 100 ml vand.

4.3. *Fortyndet saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

1 rumfang saltsyre, (d_{20}= 1,18 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.4. Eddikesyre (99,7 % CH_3CO_2H) (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5. *Eddikesyreopløsning 1: 2, ca. 6 mol/l*

1 rumfang eddikesyre blandes med 2 rumfang vand.

4.6. Opløsning af 1-nitroso-2-naphthol i 100 ml eddikesyre (4.4). Der tilsættes ca. 100 ml lunkent vand. Der blandes omhyggeligt. Der filtreres straks. Opløsningen skal anvendes, straks den er fremstillet.

5. **Apparatur**

5.1. Filterdigel P16/ISO 4793, porøsitet 4, som kan rumme 30 eller 50 ml

5.2. Tørreskab, regulerbart ved 130 (± 2) °C

▼B

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Fremstilling af coboltopløsningen*

Se metode 10.1 eller 10.2.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

I et højt 400 ml bægerglas anbringes en alikvot af ekstraktet indeholdende højst 20 mg cobolt. Hvis ekstraktet er fremstillet efter metode 10.2, gøres det surt med 5 dråber saltsyre (4.3). Der tilsættes ca. 10 ml hydrogenperoxidopløsning (4.1). Man lader iltningsmidlet virke i kold tilstand i 15 minutter og bringer rumfanget op på ca. 100 ml med vand. Bægerglasset dækkes med et urglas. Derefter bringes væsken i kog og holdes kogende i ca. 10 minutter. Der afkøles, og væsken gøres basisk ved dråbe for dråbe at tilsætte natriumhydroxidopløsning (4.2), indtil det sorte cobolthydroxid begynder at udfældes.

7. **Fremgangsmåde**

Der tilsættes 10 ml eddikesyre (4.4), og opløsningens rumfang bringes op på ca. 200 ml med vand. Der opvarmes til kogning, og der tilsættes med burette dråbe for dråbe 20 ml af opløsningen af 1-nitroso-2-naphthol (4.6) under stadig omrøring. Der sluttes med en kraftig omrøring for at få bundfaldet til at koagulere.

Der filtreres over en filterdigel (5.1), som på forhånd er tareret, idet man passer på at undgå tilstopning af digelen ved at sørge for, at der hele tiden er væske over bundfaldet under filtreringen.

Bægerglasset vaskes med fortyndet eddikesyre (4.5) for at få alt bundfaldet med. Så vaskes bundfaldet på filteret med fortyndet eddikesyre (4.5) og derefter tre gange med varmt vand.

Der tørres i et varmeskab (5.2) ved 130 (± 2) °C, indtil massen er konstant.

8. **Angivelse af resultater**

1 mg udfældet Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ svarer til 0,096381 mg Co.

Det procentvise indhold af cobolt (Co) i gødningen er lig med:

$$\text{Co } (\%) = X \times 0{,}0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

hvor

X er bundfaldets masse i mg

V er rumfanget af ekstraktionsopløsningen i ml ifølge metode 10.1 eller 10.2

a er det alikvote rumfang i ml udtaget af den sidste fortynding

D er fortyndingsfaktoren for denne alikvot

M er massen i gram af den anvendte gødningsmængde.

Metode 10.7

Bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter ved titrimetrisk metode

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af kobber i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på gødninger, for hvilke der i medfør af forordningens bilag I E deklareres et kobberindhold, og hvor ekstrakterne er fremstillet efter metode 10.1 og/eller 10.2.

3. **Princip**

Cupri-ionerne reduceres i surt miljø med kaliumiodid:

$$2Cu^{++} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

▼B

Det frigjorte jod titreres med standardnatriumthiosulfatopløsning med kendt styrke og med stivelse som indikator:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagenser**

4.1. Salpetersyre (HNO_3, d_{20}= 1,40 g/ml)

4.2. Urea [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3. *Ammoniumbifluorid (NH_4HF_2), 10 % (w/v) vandig opløsning*

Opløsningen opbevares i en plastbeholder.

4.4. *Ammoniumhydroxidopløsning (1 + 1)*

1 rumfang ammoniak (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) blandes med 1 rumfang vand.

4.5. *Natriumthiosulfatstandardopløsning*

I en 1 liter målekolbe opløses 7,812 g natriumthiosulfat, pentahydrat ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) i vand. Denne opløsning titreres på en sådan måde, at 1 ml = 2 mg Cu. For at stabilisere opløsningen tilsættes nogle dråber chloroform. Opløsningen opbevares i mørke i en glasbeholder.

4.6. Kaliumiodid (KI)

4.7. *Opløsning af kaliumthiocyanat (KSCN), 25 %, w/v*

Denne opløsning opbevares i en plastflaske.

4.8. *Stivelsesopløsning (ca. 0,5 %)*

2,5 g stivelse anbringes i et 600 ml bægerglas, og der tilsættes ca. 500 ml vand. Der koges under omrøring, hvorefter man afkøler til stuetemperatur. Opløsningen er ikke holdbar i længere tid. Holdbarheden kan forlænges ved at tilsætte ca. 10 mg kviksølviodid.

5. **Fremstilling af analyseopløsningen**

Fremstilling af kobberopløsningen

Se metoderne 10.1 og 10.2.

6. **Fremgangsmåde**

6.1. *Fremstilling af analyseopløsningen*

I en 500 ml Erlenmeyer-kolbe anbringes en alikvot af analyseopløsningen, som ikke indeholder under 20-40 mg Cu.

Eventuelt overskydende ilt fjernes ved en kortvarig kogning. Rumfanget bringes op til ca. 100 ml med vand. Der tilsættes 5 ml salpetersyre (4.1) og koges i et halvt minut.

Erlenmeyer-kolben fjernes fra varmepladen, og der tilsættes ca. 3 g urea (4.2), hvorefter der koges i endnu et halvt minut.

Kolben fjernes på ny fra varmepladen, og der tilsættes 200 ml koldt vand. I givet fald afkøles kolbens indhold til stuetemperatur.

Derefter tilsættes lidt efter lidt ammoniumhydroxidopløsning (4.4), indtil der opnås en blå farve. Tilsæt yderligere 1 ml.

Så tilsættes 50 ml ammoniumbifluoridopløsning (4.3), og der omrystes.

Endelig tilsættes 10 g kaliumiodid (4.6), som bringes i opløsning.

6.2. *Titrering af opløsningen*

Titrering af opløsningen Erlenmeyer-kolben anbringes på en magnetomrører, staven anbringes i kolben, og der indstilles på den ønskede hastighed.

Med en burette tilføres natriumthiosulfatstandardopløsningen (4.5), indtil intensiteten af opløsningens brune farve af frigjort jod mindskes.

Derefter tilsættes 10 ml stivelsesopløsning (4.8).

Man fortsætter med at titrere med natriumthiosulfatopløsning (4.5), indtil purpurfarven er næsten forsvundet.

Så tilsættes 20 ml kaliumthiocyanatopløsning (4.7), og titreringen fortsættes, indtil den blåviolette farve er fuldstændigt forsvundet.

▼B

Mængden af forbrugt thiosulfatopløsning noteres.

7. **Angivelse af resultatet**

1 ml natriumthiosulfatopløsning (4.5) svarer til 2 mg Cu.

Det procentvise indhold af kobber (Cu) i gødningen er lig med:

$$\text{Cu } (\%) = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

hvor

X er rumfanget i ml af forbrugt natriumthiosulfatopløsning

V er rumfanget i ml af ekstraktionsopløsningen ifølge metode 10.1 eller 10.2

a er rumfanget i ml af den alikvote mængde

M er massen af den prøve, der er behandlet efter metode 10.1 eller 10.2, i gram.

Metode 10.8

Bestemmelse af jern i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af jern i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes ved bestemmelse af jern i ekstrakter af gødninger omfattet af denne forordnings bilag I E, og for hvilke der er deklareret et indhold af total og/eller vandopløseligt jern. Ekstrakterne fremstilles efter metoderne 10.1 og/eller 10.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstrakterne bestemmes jernindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 10.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 10.4, punkt 4.2.

4.3. Hydrogenperoxidopløsning (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), fri for mikronæringsstoffer

4.4. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 10.4, punkt 4.3.

4.5. *Jernstandardopløsninger*

4.5.1. Jernstamopløsning (1 000 µg/ml)

I et 500 ml bægerglas afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, 1 g ren jerntråd. Der tilsættes ca. 200 ml 6 mol/l saltsyre (4.1) og 15 ml hydrogenperoxidopløsning (4.3), og der varmes på en varmeplade, til alt jern er opløst. Efter afkøling overføres kvantitativt til en 1 000 ml målekolbe. Der fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.5.2. Jernarbejdsopløsning (100 µg/ml)

Til en 200 ml målekolbe overføres 20 ml af stamopløsningen (4.5.1). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer: se metode 10.4, punkt 5. Apparatet skal være forsynet med en emissionskilde, der er karakteristisk for jern (248,3 nm).

▼B

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af jern i gødningsprøven*

Se metoderne 10.1 og/eller 10.2 samt evt. 10.3.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 10.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøve*

Se metode 10.4, punkt 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning.

7.2. *Fremstilling af standardopløsninger*

Se metode 10.4, punkt 7.2.

For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 10 µg jern (Fe)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 ml jernarbejdsopløsning (4.5.2). Om nødvendigt tilpasses saltsyrekoncentrationen mest muligt koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning. Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes. Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 2, 4, 6, 8 og 10 µg jern (Fe)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 10.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 248,3 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 10.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af jern (Fe) i gødningen er lig med:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 10.3 har været anvendt:

$$Fe\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Fe er mængden af jern (Fe) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen i blindprøven (7.1) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 10.1 eller 10.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 10.1 eller 10.2, i gram

Beregning af fortyndingsfaktoren D: hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metode 10.9

Bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter ved titrering

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af mangan i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på gødninger, for hvilke der i medfør af bilag I E deklareres et manganindhold, og hvor ekstrakterne er fremstillet ved metoderne 10.1 og/eller 10.2.

▼B

3. **Princip**

Er der chloridioner til stede i ekstraktet, fjernes disse ved kogning af ekstraktet tilsat svovlsyre. Manganet oxideres med natriumbismutat i salpetersurt miljø. Det dannede permanganat reduceres med overskud af ferrosulfat. Dette overskud titreres med en opløsning af kaliumpermanganat.

4. **Reagenser**

4.1. Koncentreret svovlsyre (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml).

4.2. *Svovlsyre, ca. 9 mol/l*

1 rumfang koncentreret saltsyre (4.1) blandes forsigtigt med 1 rumfang vand.

4.3. *Salpetersyre: 6 mol/l*

3 rumfang saltsyre (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) blandes med 4 rumfang vand.

4.4. *Salpetersyre: 0,3 mol/l*

1 rumfang 6 mol/l salpetersyre blandes med 19 rumfang vand.

4.5. 85 % natriumbismutat ($NaBiO_3$)

4.6. Kiselgur

4.7. Ortophosphorsyre, 15 mol/l (H_3PO_4, ρ = 1,71g/ml)

4.8. *Ferrosulfatopløsning: 0,15 mol/l*

I en 1 liter målekolbe opløses 41,6 g ferrosulfatheptahydrat (($FeSO_4.7H_2O$).

Der tilsættes 25 ml koncentreret svovlsyre (4.1) og 25 ml phosphorsyre (4.7). Der fyldes op til 1 000 ml og blandes.

4.9. *Kaliumpermanganatopløsning: 0,020 mol/l*

Med en nøjagtighed på 0,1 mg afvejes 3,160 g kaliumpermanganat ($KMnO_4$) i en 1 000 ml målekolbe og opløses i vand. Der fyldes op til mærket og blandes.

4.10. *Sølvnitratopløsning: 0,1 mol/l*

1,7 g sølvnitrat ($AgNO_3$) opløses i vand, og der fyldes op til 100 ml.

5. **Apparatur**

5.1. Filterdigel P16/ISO 4793, porøsitet 4, rumfang 50 ml, monteret på en filtreringsflaske på 500 ml

5.2. Magnetomrører

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af mangan i gødningsprøven*

Se metoderne 10.1 og 10.2. Vides det ikke, om der er chloridioner til stede, prøves opløsningen med en dråbe sølvnitratopløsning (4.10).

6.2. Ved fravær af chloridioner anbringes en alikvot af ekstraktet indeholdende 10-20 mg mangan i et 400 ml bægerglas. Enten ved fordampning eller ved tilsætning af vand bringes rumfanget til at ligge på ca. 25 ml. Derefter tilsættes 2 ml koncentreret svovlsyre (4.1).

6.3. *Ved tilstedeværelse af chloridioner er det nødvendigt at fjerne disse på følgende måde:*

I et højt 400 ml bægerglas anbringes en alikvot af ekstraktet indeholdende 10-20 mg mangan. Der tilsættes 5 ml 9 mol/l svovlsyre (4.2), og væsken bringes i kog på en varmeplade i et stinkskab og holdes i kog, indtil der frigøres hvid røg i rigelig mængde. Kogningen fortsættes, indtil rumfanget er nået ned på ca. 2 ml (et tyndt lag af sirupsagtig væske på bunden af bægerglasset). Bægerglasset afkøles til stuetemperatur.

Derefter tilsættes forsigtigt 25 ml vand, og fravær af chlorid konstateres på ny med en dråbe sølvnitratopløsning (4.10). Er der stadigvæk chlorid tilbage, gentages operationen efter tilsætning af 5 ml 9 mol/l svovlsyre (4.2).

▼B

7. **Fremgangsmåde**

I et 400 ml bægerglas indeholdende den opløsning, der skal bestemmes, tilsættes 25 ml 6 mol/l salpetersyre (4.3) og 2,5 g natriumbismutat (4.5). Der omrøres grundigt på magnetomrører (5.2) i 3 minutter.

Derefter tilsættes 0,3 mol/l salpertersyre (4.4), og der omrøres på ny. Der filtreres under vakuum på en digel (5.1), hvor bunden er dækket med kiselgur (4.6). Digelen vaskes flere gange med 0,3 mol/l salpetersyre (4.4), indtil der opnås et farveløst filtrat.

Filtratet og vaskevandet overføres til et 500 ml bægerglas. Der blandes og tilsættes 25 ml 0,15 mol/l ferrosulfatopløsning (4.8). Hvis filtratet farves gult efter tilsætning af ferrosulfat, tilsættes 3 ml 15 mol/l ortophosphorsyre (4.7).

Med en burette titreres overskuddet af ferrosulfat med 0,02 mol/l kaliumpermanganatopløsning (4.9), indtil der opnås en stabil rosa farve i 1 minut. Der gennemføres en blindprøve under samme betingelser, idet man blot udelader analyseprøven.

Anmærkning

Den oxiderede opløsning må ikke komme i berøring med gummi.

8. **Angivelse af resultatet**

1 ml 0,02 mol/l kaliumpermanganatopløsning svarer til 1,099 mg mangan (Mn).

Det procentvise indhold af mangan (Mn) i gødningen er:

$$\text{Mn (\%) hvor} = (x_b - x_s) \times 0{,}1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

hvor

x_b er rumfanget i ml af forbrugt permanganat ved blindprøven

x_s er rumfanget i ml af forbrugt permanganat ved analysen

V er rumfanget i ml af ekstraktionsopløsningen ifølge metode 10.1 eller 10.2

a er rumfanget i ml af den alikvote mængde udtaget af ekstraktet

M er massen i gram af den anvendte gødningsmængde.

Metode 10.10

Bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter ved gravimetrisk metode med 8-hydroxyquinolin

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af molybdæn i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på gødninger, for hvilke der i medfør af forordningens bilag I E deklareres et molybdænindhold, og hvor ekstrakterne er fremstillet ved metoderne 10.1 og/eller 10.2.

3. **Princip**

Molybdænbestemmelsen udføres ved fældning af molybdænyloxinat under specificerede betingelser.

4. **Reagenser**

4.1. *Svovlsyreopløsning, ca. 1 mol/l*

I en 1 liter målekolbe indeholdende 800 ml vand tilsættes 55 ml svovlsyre (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml). Derefter blandes. Der blandes og efter afkøling fyldes op til 1 liter med vand og blandes.

4.2. *Fortyndet ammoniakopløsning (1 : 3)*

1 rumfang koncentreret ammoniakopløsning (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) blandes med 3 rumfang vand.

▼B

4.3. *Fortyndet eddikesyreopløsning (1 : 3)*

1 rumfang koncentreret eddikesyre (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) blandes med 3 rumfang vand.

4.4. *Opløsning af ethylendiamintetraeddikesyre (EDTA)*

I en 100 ml målekolbe opløses i vand 5 g Na_2EDTA, hvorefter der fyldes op til mærket og blandes.

4.5. *Bufferopløsning*

I en 100 ml målekolbe opløses i vand 15 ml koncentreret eddikesyre og 30 g ammoniumacetat, hvorefter der fyldes op til 100 ml.

4.6. *7-hydroxyquinolinopløsning (oxin)*

I en 100 ml målekolbe opløses 3 g 8-hydroxyquinolin i 5 ml koncentreret eddikesyre, hvorefter der tilsættes 80 ml vand. Så tilsættes dråbe for dråbe ammoniakopløsning (4.2), indtil opløsningen bliver uklar, og derefter eddikesyre (4.3), indtil opløsningen igen bliver klar.

Derefter fyldes op til 100 ml med vand.

5. **Apparatur**

5.1. Filterdigel P16/ISO 4793, porøsitet 4, som kan rumme 30 ml

5.2. pH-meter med glaselektrode

5.3. Tørreskab, regulerbart ved 130 ± 135 °C.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. Fremstilling af molybdænopløsningen. Se metode 10.1 og 10.2.

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af analyseopløsningen*

I et 250 ml bægerglas anbringes en alikvot mængde indeholdende 25-100 mg Mo, hvorefter rumfanget bringes op på 50 ml med vand.

Denne opløsning indstilles til pH = 5 ved dråbe for dråbe at tilsætte svovlsyreopløsning (4.1). Der tilsættes 15 ml EDTA-opløsning (4.4) og derefter 5 ml bufferopløsning (4.5). Derefter bringes rumfanget op på ca. 80 ml med vand.

7.2. *Fremstilling og vaskning af bundfaldet*

Fremstilling af bundfald

Opløsningen opvarmes svagt. Under konstant omrøring tilføres oxinopløsningen (4.6). Udfældningen fortsættes, indtil der ikke længere konstateres dannelse af bundfald. Derefter tilsættes et overskud af reagens, indtil væsken over bundfaldet bliver svagt gulfarvet. 20 ml er normalt tilstrækkeligt. Bundfaldet opvarmes svagt i yderligere 2-3 minutter.

Filtrering og vaskning

Der filtreres på en filterdigel (5.1). Derefter skylles flere gange med varmt vand i mængder på 20 ml. Vaskevandet skal gradvis blive ufarvet, hvilket viser, at der ikke længere er oxin til stede.

7.3. *Vejning af bundfaldet*

Bundfaldet tørres ved 130-135 °C til massen er konstant (i mindst én time).

Derefter afkøles i ekssikkator og vejes.

8. **Angivelse af resultater**

1 mg molybdænyloxinat, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$, svarer til 0,2305 mg Mo.

Det procentvise indhold af molybdæn (Mo) i gødningen er:

$$\text{Mo } (\%) = X \times 0{,}02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

hvor

▼B

X er massen i gram af det udfældede molybdænyloxinat

V er rumfanget af ekstraktionsopløsning i ml ifølge metoderne 10.1 og 10.2

a er det alikvote rumfang i ml udtaget af den sidste fortynding

D er fortyndingsfaktoren for denne alikvot

M er massen i gram af den anvendte gødningsmængde.

Metode 10.11

Bestemmelse af zink i gødningsekstrakter ved atomabsorptionsspektrometri

1. **Formål**

I denne metode beskrives en procedure til bestemmelse af zink i gødningsekstrakter.

2. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes på gødninger, for hvilke der i medfør af forordningens bilag I E deklareres et zinkindhold, og hvor ekstrakterne er fremstillet ved metoderne 10.1 og/eller 10.2.

3. **Princip**

Efter passende behandling og fortynding af ekstraktet bestemmes zinkindholdet ved atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagenser**

4.1. *Saltsyreopløsning, ca. 6 mol/l*

Se metode 10.4, punkt 4.1.

4.2. *Saltsyreopløsning, ca. 0,5 mol/l*

Se metode 10.4, punkt 4.2.

4.3. *Lanthanopløsning, 10 g La/liter*

Se metode 10.4, punkt 4.3.

4.4. *Zinkstandardopløsninger*

4.4.1. Zinkstamopløsning (1 000 µg/ml)

I en 1 000 ml målekolbe afvejes, med en nøjagtighed på 0,1 mg, nøjagtigt 1 g zinkstøv eller zinkskæl, og der tilsættes 25 ml 6 mol/l saltsyre (4.1). Når alt zink er opløst, fyldes op til mærket med vand og blandes.

4.4.2. Zinkarbejdsopløsning (100 µg/ml)

I en 200 ml målekolbe fortyndes 20 ml af stamopløsningen (4.4.1) i 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2). Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning og blandes.

5. **Apparatur**

Atomabsorptionsspektrometer

Se metode 10.4 punkt 5. Apparatet skal være forsynet med en zinklampe og indstilles på bølgelængden 213,8 nm. Målingen skal gennemføres med baggrundskorrektion.

6. **Fremstilling af analyseopløsningen**

6.1. *Opløsning af zink i gødningsprøven*

Se metoderne 10.1 og/eller 10.2.

6.2. *Fremstilling af analyseopløsningen*

Se metode 10.4, punkt 6.2. Analyseopløsningen skal indeholde 10 % (v/v) lanthanopløsning (4.3).

7. **Fremgangsmåde**

7.1. *Fremstilling af blindprøveopløsningen*

Se metode 10.4, punkt 7.1. Blindprøven skal indeholde 10 % (v/v) af den under 6.2 anvendte lanthanopløsning.

▼B

7.2. *Fremstilling af standardopløsningerne*

Se metode 10.4, punkt 7.2. For at opnå det optimale måleområde mellem 0 og 5 µg zink (Zn)/ml overføres til en række 100 ml målekolber henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 ml zinkarbejdsopløsning (4.4.2). I givet fald justeres saltsyrekoncentrationen, så den ligger så nært som muligt op ad koncentrationen i analyseopløsningen. Der tilsættes til hver målekolbe 10 ml af den under (6.2) anvendte lanthanopløsning Der fyldes op til mærket med 0,5 mol/l saltsyreopløsning (4.2) og blandes.

Disse opløsninger indeholder henholdsvis 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 og 5 µg zink (Zn)/ml.

7.3. *Måling*

Se metode 10.4, punkt 7.3. Spektrometret (5) indstilles til at måle ved bølgelængden 213,8 nm.

8. **Angivelse af resultatet**

Se metode 10.4, punkt 8.

Det procentvise indhold af zink i gødningen er lig med:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Hvis metode 10.3 har været anvendt:

$$Zn\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

hvor

Zn er mængden af zink (Zn) udtrykt i procent af gødningen

x_s er koncentrationen af zink i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

x_b er koncentrationen af zink i analyseopløsningen (6.2) i µg/ml

V er ekstraktrumfanget fremstillet efter metode 10.1 eller 10.2, i ml

D er faktoren svarende til den under 6.2 gennemførte fortynding

M er massen af den prøve, der er afvejet efter metode 10.1 eller 10.2, i gram.

Beregning af fortyndingsfaktoren D

hvis (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) og (a) er successive alikvoter, og (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) og (100) er rumfanget i ml svarende til deres respektive fortyndinger, vil fortyndingsfaktoren D være lig med:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

BILAG V

A. **LISTE OVER DOKUMENTER, SOM EN FABRIKANT ELLER DENNES REPRÆSENTANT SKAL KONSULTERE FOR AT UDARBEJDE ET TEKNISK DOSSIER FOR EN NY GØDNINGSTYPE, DER ØNSKES OPTAGET I BILAG I TIL DENNE FORORDNING**

1. Vejledning i udarbejdelse af det tekniske dossier til ansøgning om at betegne gødninger »EF-GØDNING«.

   De Europæiske Fællesskabers Tidende C 138 af 20.5.1994, s. 4.

2. Kommissionens direktiv 91/155/EØF af 5. marts 1991 om fastsættelse i henhold til artikel 10 i Rådets direktiv 88/379/EØF af de nærmere bestemmelser for en særlig informationsordning vedrørende farlige præparater.

   De Europæiske Fællesskabers Tidende L 76 af 22.3.1991, s. 35.

3. Kommissionens direktiv 93/112/EF af 10. december 1993 om ændring af Kommissionens direktiv 91/155/EØF om fastsættelse af de nærmere bestemmelser for en særlig informationsordning vedrørende farlige præparater, i henhold til artikel 10 i direktiv 88/379/EØF.

   De Europæiske Fællesskabers Tidende L 314 af 16.12.1993, s. 38.

B. **STANDARDER FOR OFFICIEL AKKREDITERING AF LABORATORIER, DER HAR KOMPETENCE TIL AT UDFØRE KONTROLLEN MED, AT EF-GØDNINGER ER I OVERENSSTEMMELSE MED DENNE FORORDNING OG DENS BILAG**

1. Norm gældende for laboratorierne:

   EN ISO/IEC 17025, generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratorier.

2. Norm gældende for de akkrediterende organer:

   EN 45003, Akkrediteringssystem for kalibrerings- og prøvningslaboratorier, generelle krav til drift og anerkendelse.