Detta dokument är endast avsett som dokumentationshjälpmedel och institutionerna ansvarar inte för innehållet

►**B** **EUROPAPARLAMENTETS OCH RÅDETS FÖRORDNING (EG) nr 2003/2003**

av den 13 oktober 2003

om gödselmedel

(Text av betydelse för EES)

(EUT L 304, 21.11.2003, s. 1)

Ändrad genom:

		Officiella tidningen		
		nr	sida	datum
►**M1**	Rådets förordning (EG) nr 885/2004 av den 26 april 2004	L 168	1	1.5.2004
►**M2**	Kommissionens förordning (EG) nr 2076/2004 av den 3 december 2004	L 359	25	4.12.2004
►**M3**	Rådets förordning (EG) nr 1791/2006 av den 20 november 2006	L 363	1	20.12.2006
►**M4**	Kommissionens förordning (EG) nr 162/2007 av den 19 februari 2007	L 51	7	20.2.2007

▼B

EUROPAPARLAMENTETS OCH RÅDETS FÖRORDNING (EG) nr 2003/2003

av den 13 oktober 2003

om gödselmedel

(Text av betydelse för EES)

EUROPAPARLAMENTET OCH EUROPEISKA UNIONENS RÅD HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen, särskilt artikel 95 i detta,

med beaktande av kommissionens förslag ([1]),

med beaktande av Ekonomiska och sociala kommitténs yttrande ([2]),

i enlighet med förfarandet i artikel 251 i fördraget ([3]), och

av följande skäl:

(1) Det har upprepade gånger gjorts väsentliga ändringar i rådets direktiv 76/116/EEG av den 18 december 1975 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om gödselmedel ([4]), rådets direktiv 80/876/EEG av den 15 juli 1980 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt ([5]), kommissionens direktiv 87/94/EEG av den 8 december 1986 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om förfaranden för kontroll av egenskaper, gränsvärden och detonationssäkerhet hos enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt ([6]), och kommissionens direktiv 77/535/EEG av den 22 juni 1977 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om provtagnings- och analysmetoder för gödselmedel ([7]). I enlighet med kommissionens meddelande till Europaparlamentet och rådet ”Förenklad lagstiftning på den inre marknaden (SLIM)” och ”Handlingsplan för den inre marknaden” bör dessa direktiv upphävas och ersättas av en enda rättsakt för att större klarhet skall uppnås på området.

(2) Gemenskapens lagstiftning om gödselmedel har ett mycket tekniskt innehåll. En förordning är därför det mest ändamålsenliga rättsliga instrumentet, eftersom tillverkarna direkt kan åläggas precisa krav som skall tillämpas samtidigt och på samma sätt i hela gemenskapen.

(3) I varje medlemsstat finns tvingande bestämmelser enligt vilka gödselmedel skall kunna uppvisa vissa tekniska egenskaper. Dessa bestämmelser skiljer sig åt i de olika medlemsstaterna, särskilt i fråga om sammansättningen och definitionen av olika typer av gödselmedel, beteckningarna på dessa typer och deras

([1]) EGT C 51 E, 26.2.2002, s. 1 och EGT C 227 E, 24.9.2002, s. 503.
([2]) EGT C 80, 3.4.2002, s. 6.
([3]) Europaparlamentets yttrande av den 10 april 2002 (EUT C 127 E, 29.5.2003, s. 160), rådets gemensamma ståndpunkt av den 14 april 2003 (EUT C 153 E, 1.7.2003, s. 56) och Europaparlamentets beslut av den 2 september 2003 (ännu ej offentliggjort i EGT).
([4]) EGT L 24, 30.1.1976, s. 21. Direktivet senast ändrat genom Europaparlamentets och rådets direktiv 98/97/EG (EGT L 18, 23.1.1999, s. 60).
([5]) EGT L 250, 23.9.1980, s. 7. Direktivet ändrat genom Europaparlamentets och rådets direktiv 97/63/EG (L 335, 6.12.1997, s. 15).
([6]) EGT L 38, 7.2.1987, s. 1. Direktivet ändrat genom direktiv 88/126/EEG (EGT L 63, 9.3.1988, s. 12).
([7]) EGT L 213, 22.8.1977, s. 1. Direktivet senast ändrat genom direktiv 95/8/EG (EGT L 86, 20.4.1995, s. 41).

▼B

identifiering och förpackning. Olikheterna skapar hinder för handeln inom gemenskapen och de bör därför harmoniseras.

(4) Eftersom målet för den planerade åtgärden, nämligen att säkerställa den inre marknaden för gödselmedel, inte i tillräcklig utsträckning kan uppnås av medlemsstaterna om det inte finns några gemensamma tekniska kriterier och det därför, på grund av åtgärdens omfattning, bättre kan uppnås på gemenskapsnivå, kan gemenskapen vidta åtgärder i enlighet med subsidiaritetsprincipen i artikel 5 i fördraget. Enligt proportionalitetsprincipen i samma artikel går denna förordning inte utöver vad som är nödvändigt för att uppnå detta mål.

(5) Det är nödvändigt att på gemenskapsnivå fastställa bestämmelser om vissa gödselmedels (”EG-gödselmedlens”) beteckning, definition och sammansättning.

(6) Vidare bör det fastställas gemenskapsregler för hur EG-gödselmedel skall identifieras, spåras och märkas samt för hur förpackningar skall förslutas.

(7) Ett förfarande bör inrättas på gemenskapsnivå som skall följas om en medlemsstat anser det nödvändigt att begränsa utsläppandet på marknaden av EG-gödselmedel.

(8) Tillverkningen av gödselmedel kan uppvisa vissa variationer beroende på tillverkningsteknik eller råvaror. Metoderna för provtagning och analys kan också variera. Det är därför nödvändigt att tillåta toleranser för den deklarerade halten av näringsämnen. I jordbrukarnas intresse är det tillrådligt att hålla dessa toleranser inom snäva gränser.

(9) Officiella kontroller av EG-gödselmedlens överensstämmelse med kraven i denna förordning på kvalitet och sammansättning bör utföras av laboratorier som är godkända av medlemsstaterna och anmälda till kommissionen.

(10) Ammoniumnitrat är huvudbeståndsdel i en mängd produkter, av vilka några är avsedda att användas som gödselmedel och andra som sprängämnen. Med hänsyn till de speciella egenskaperna hos ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt och kraven rörande allmän säkerhet, hälsa och arbetarskydd är det nödvändigt att för denna typ fastställa ytterligare gemenskapsregler för EG-gödselmedel.

(11) Vissa av dessa produkter kan vara farliga och skulle under vissa omständigheter kunna användas för andra ändamål än de är avsedda för. Detta kan medföra risker för människor och egendom. Tillverkare bör därför åläggas att vidta lämpliga åtgärder som hindrar sådan användning, och särskilt säkerställa att sådana gödselmedel kan spåras.

(12) Med hänsyn till den allmänna säkerheten är det särskilt viktigt att på gemenskapsnivå fastställa de egenskaper som särskiljer EG-ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt från ammoniumnitrattyper som används vid tillverkning av produkter som används som sprängmedel.

(13) För att det skall kunna säkerställas att EG-ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt är ofarliga, bör de ha vissa egenskaper. Tillverkarna bör säkerställa att alla gödselmedel med en hög ammoniumnitrathalt har genomgått ett detonationssäkerhetsprov innan dessa gödselmedel släpps ut på marknaden.

(14) Det är nödvändigt att fastställa regler för metoderna för slutna termiska cykler, även om dessa metoder inte nödvändigtvis simulerar alla de förhållanden som kan uppstå under transport och förvaring.

(15) Gödselmedel kan förorenas av ämnen som kan utgöra en potentiell risk för människors och djurs hälsa och för miljön. Med

▼B

åberopande av yttrandet från Vetenskapliga kommittén för toxicitet, ekotoxicitet och miljö har kommissionen för avsikt att ta upp frågan om ofrivillig kadmiumhalt i mineralgödselmedel och kommer, vid behov, att utarbeta ett förslag till förordning som skall läggas fram för Europaparlamentet och rådet. En liknande översyn kommer, om så är lämpligt, att göras av andra förorenande ämnen.

(16) Det är lämpligt att inrätta ett förfarande som skall följas av alla tillverkare eller dessas företrädare när de önskar en ny gödselmedelstyp upptagen i bilaga I för att kunna märka den med beteckningen ”EG-gödselmedel”.

(17) De åtgärder som är nödvändiga för att genomföra denna förordning bör antas i enlighet med rådets beslut 1999/468/EG av den 28 juni 1999 om de förfaranden som skall tillämpas vid utövandet av kommissionens genomförandebefogenheter ([1]).

(18) Medlemsstaterna bör fastställa påföljder för överträdelser av bestämmelserna i denna förordning. De kan fastställa att en tillverkare som bryter mot artikel 27 kan dömas till böter med ett belopp som motsvarar tio gånger marknadsvärdet på den leverans som inte är i överensstämmelse.

(19) Direktiven 76/116/EEG, 77/535/EEG, 80/876/EEG och 87/94/EEG bör upphävas.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

AVDELNING I

ALLMÄNNA BESTÄMMELSER

KAPITEL I

Tillämpningsområde och definitioner

Artikel 1

Tillämpningsområde

Denna förordning skall tillämpas på produkter som släpps ut på marknaden som gödselmedel under beteckningen ”EG-gödselmedel”.

Artikel 2

Definitioner

I denna förordning används följande beteckningar med de betydelser som här anges:

a) *gödselmedel:* ämnen vars främsta funktion är att förse växter med näring.

b) *huvudnäringsämnen:* grundämnena kväve, fosfor och kalium.

c) *sekundära näringsämnen:* grundämnena kalcium, magnesium, natrium och svavel.

d) *mikronäringsämnen:* grundämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink, som är viktiga för växternas tillväxt, men i små mängder jämfört med huvudnäringsämnen och sekundära näringsämnen.

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

▼B

e) *oorganiskt gödselmedel:* ett gödselmedel vari de deklarerade näringsämnena är mineraler som framställts genom utvinning eller genom fysiska och/eller kemiska industriprocesser. Kalciumcyanamid, urea och dess kondensations- och associationsprodukter samt gödselmedel som innehåller kelaterade eller komplexförenade mikronäringsämnen kan på sedvanligt vis klassificeras som oorganiska gödselmedel.

f) *kelaterat mikronäringsämne:* ett mikronäringsämne som är bundet till en av de organiska molekyler som förtecknas i avsnitt E.3.1 i bilaga I.

g) *komplexförenat mikronäringsämne:* ett mikronäringsämne som är bundet vid en av de molekyler som förtecknas i avsnitt E.3.2 i bilaga I.

h) *gödselmedelstyp:* gödselmedel med gemensam typbeteckning enligt vad som anges i bilaga I.

i) *enkelt gödselmedel:* ett kväve-, fosfat- eller kaliumgödselmedel som har ett deklarerat innehåll av endast ett av huvudnäringsämnena.

j) *sammansatt gödselmedel:* ett gödselmedel som har ett deklarerat innehåll av minst två av huvudnäringsämnena och som framställs kemiskt eller genom blandning eller genom en kombination av båda.

k) *komplexförenat gödselmedel:* ett sammansatt gödselmedel som framställs genom kemisk reaktion eller genom lösning eller som i dess fasta form framställts genom granulering och som har ett deklarerat innehåll av minst två av huvudnäringsämnena. I dess fasta form innehåller varje korn alla näringsämnen i den sammansättning som deklarerats.

l) *blandat gödselmedel:* ett gödselmedel som framställs genom torrblandning av flera gödselmedel, utan någon kemisk reaktion.

m) *bladgödselmedel:* ett gödselmedel avsett för applicering på grödans blad, genom vilka näringen tas upp.

n) *flytande gödselmedel:* gödselmedel i suspenderad eller upplöst form.

o) *löst gödselmedel:* ett flytande gödselmedel, som inte innehåller några fasta partiklar.

p) *suspenderat gödselmedel:* ett tvåfasgödselmedel i vilket fasta partiklar hålls suspenderade i den flytande fasen.

q) *deklaration:* angivande av mängden näringsämnen, inbegripet deras form och löslighet, som garanteras inom specificerade toleranser.

r) *deklarerad halt:* halten av ett ämne (eller dess oxid), vilken enligt gemenskapens lagstiftning anges på en etikett eller ett följedokument för EG-gödselmedel.

s) *tolerans eller toleransgräns:* den tillåtna avvikelsen för det uppmätta värdet av ett näringsämne i förhållande till det angivna värdet.

t) *europeisk standard:* standard från Europeiska standardiseringsorganisationen (European Committee for Standardisation, CEN), som gemenskapen har erkänt officiellt och till vilken en hänvisning har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

u) *förpackning:* en förslutningsbar behållare som används för förvaring, skydd, hantering och distribution av gödselmedel och som innehåller högst 1 000 kg.

v) *gödselmedel i lösvikt:* gödselmedel som inte förpackats såsom föreskrivs i denna förordning.

w) *utsläppande på marknaden:* tillhandahållande av gödselmedel mot betalning eller gratis, eller lagring för tillhandahållande. Import av ett gödselmedel till Europeiska gemenskapens tullområde skall anses utgöra utsläppande på marknaden.

x) *tillverkare:* den fysiska eller juridiska person som ansvarar för utsläppandet på marknaden av ett gödselmedel. Särskilt en producent, en importör, en förpackare som arbetar för egen räkning eller den som förändrar gödselmedlets egenskaper skall anses vara tillverkare. En dis-

▼B

tributör som inte förändrar gödselmedlets egenskaper skall dock inte anses vara tillverkare.

KAPITEL II

Utsläppande på marknaden

Artikel 3

EG-gödselmedel

Ett gödselmedel som tillhör en av de gödselmedelstyper som förtecknas i bilaga I och som överensstämmer med villkoren i denna förordning får betecknas ”EG-gödselmedel”.

Beteckningen ”EG-gödselmedel” får inte användas för gödselmedel som inte överensstämmer med denna förordning.

Artikel 4

Etablering inom gemenskapen

Tillverkaren skall vara etablerad inom gemenskapen och skall ha ansvaret för att EG-gödselmedlen överensstämmer med bestämmelserna i denna förordning.

Artikel 5

Fri rörlighet

1. Utan att det påverkar tillämpningen av artikel 15 och annan gemenskapslagstiftning får medlemsstaterna inte av skäl som rör sammansättning, identifiering, märkning eller förpackning, eller med stöd av andra bestämmelser i denna förordning, förbjuda, begränsa eller hindra utsläppande på marknaden av gödselmedel som är märkta med beteckningen ”EG-gödselmedel” och som uppfyller bestämmelserna i denna förordning.

2. Gödselmedel som är märkta med beteckningen ”EG-gödselmedel” i enlighet med denna förordning skall ha fri rörlighet inom gemenskapen.

Artikel 6

Obligatoriska uppgifter

1. För att uppfylla kraven i artikel 9 får medlemsstaterna föreskriva att halten av kväve, fosfor och kalium i gödselmedel som släpps ut på deras marknad skall redovisas på följande sätt, nämligen

a) kväve endast i grundämnesform (N), och antingen

b) fosfor och kalium endast i grundämnesform (P, K), eller

c) fosfor och kalium endast i oxidform (P_2O_5, K_2O), eller

d) fosfor och kalium i både grundämnes- och oxidform samtidigt.

Om en medlemsstat utnyttjar möjligheten att föreskriva att halten av fosfor och kalium skall uttryckas i grundämnesform, skall alla angivelser i oxidform som förekommer i bilagorna utläsas som grundämnesform, varvid de numeriska värdena skall omvandlas enligt följande faktorer:

a) Fosfor (P) = fosforpentoxid (P_2O_5) × 0,436.

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

▼B

2. Medlemsstaterna får föreskriva att halten av kalcium, magnesium, natrium och svavel i gödselmedel som innehåller sekundära näringsämnen och, om villkoren i artikel 17 är uppfyllda, i gödselmedel som innehåller huvudnäringsämnen, som släpps ut på marknaden i gemenskapen skall uttryckas

a) i oxidform (CaO, MgO, Na_2O, SO_3), eller

b) i grundämnesform (Ca, Mg, Na, S), eller

c) i båda dessa former.

Vid omvandling av halten av kalciumoxid, magnesiumoxid, natriumoxid och svaveltrioxid till kalcium-, magnesium-, natrium- respektive svavelhalt skall följande faktorer användas:

a) Kalcium (Ca) = kalciumoxid (CaO) × 0,715.

b) Magnesium (Mg) = magnesiumoxid (MgO) × 0,603.

c) Natrium (Na) = natriumoxid (Na_2O) × 0,742.

d) Svavel (S) = svaveltrioxid (SO_3) × 0,400.

För den beräknade oxid- eller grundämneshalten skall det angivna värdet avrundas till närmaste decimal.

3. Medlemsstaterna skall inte hindra utsläppande på marknaden av ett ”EG-gödselmedel” som märkts på båda de sätt som anges i punkterna 1 och 2.

4. Halten av ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden eller zink i de EG-gödselmedel som tillhör de gödselmedelstyper som förtecknas i avsnitten A, B, C och D i bilaga I skall deklareras om följande två villkor är uppfyllda:

a) Mikronäringsämnena har tillsatts i minst de minimimängder som anges i avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I.

b) EG-gödselmedlet uppfyller fortfarande kraven i avsnitten A, B, C och D i bilaga I.

5. Om mikronäringsämnena är normala beståndsdelar i de råmaterial som är avsedda att tillföra gödselmedlet både huvudnäringsämnen (N, P, K) och sekundära näringsämnen (Ca, Mg, Na, S), får mikronäringsämnena deklareras, förutsatt att de förekommer i minst de minimimängder som anges i avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I.

6. Halten av mikronäringsämnen skall deklareras på följande sätt:

a) För gödselmedel som tillhör de gödselmedelstyper som förtecknas i avsnitt E.1 i bilaga I i enlighet med de krav som anges i kolumn 6 i det avsnittet.

b) För blandningar av sådana gödselmedel som anges i a och som innehåller minst två olika mikronäringsämnen och uppfyller kraven i avsnitt E.2.1 i bilaga I samt för gödselmedel som tillhör de gödselmedelstyper som förtecknas i avsnitten A, B, C och D i bilaga I genom angivande av

   i) den totala halten uttryckt i viktprocent av gödselmedlet,

   ii) den vattenlösliga halten, uttryckt i viktprocent av gödselmedlet, om den lösliga andelen utgör minst hälften av den totala halten.

Om ett mikronäringsämne är helt vattenlösligt skall endast den vattenlösliga halten deklareras.

Om ett mikronäringsämne är kemiskt bundet till en organisk molekyl skall halten i mikronäringsämnet deklareras omedelbart efter den vattenlösliga halten, i viktprocent av produkten, följt av ett av uttrycken ”kelaterad av” eller ”i komplexförening med” och namnet på den organiska molekylen enligt avsnitt E.3 i bilaga I. Den organiska molekylens namn kan ersättas med dess initialer.

▼B

Artikel 7

Identifiering

1. Tillverkaren skall förse EG-gödselmedel med de identifieringsmärkningar som förtecknas i artikel 9.

2. Om gödselmedlen är förpackade skall identifieringsmärkningen finnas på förpackningarna eller på tillhörande etiketter. För gödselmedel i lösvikt skall samma märkning finnas på följedokumenten.

Artikel 8

Spårbarhet

Utan att det påverkar tillämpningen av artikel 26.3 skall tillverkaren, för att garantera EG-gödselmedlens spårbarhet, föra register över gödselmedlens ursprung. Registret skall hållas tillgängligt för inspektion av medlemsstaterna så länge som gödselmedlet levereras till marknaden och under ytterligare två år efter det att tillverkaren upphörde med att leverera det.

Artikel 9

Märkning

1. Utan att det påverkar tillämpningen av andra gemenskapsbestämmelser skall de förpackningar, etiketter och följedokument som avses i artikel 7 vara försedda med följande märkningar:

a) Obligatorisk identifieringsmärkning

— Ordet ”EG-GÖDSELMEDEL” med versaler.

— Om den finns, beteckningen på gödselmedelstypen i enlighet med bilaga I.

— För blandade gödselmedel skall ordet ”blandning” tillfogas efter typbeteckningen.

— Den tilläggsmärkning som anges i artiklarna 19, 21 eller 23.

— Näringsämnena skall anges både med ord och med de kemiska symbolerna, t.ex. kväve (N), fosfor (P), fosforpentoxid (P_2O_5), kalium (K), kaliumoxid (K_2O), kalcium (Ca), kalciumoxid (CaO), magnesium (Mg), magnesiumoxid (MgO), natrium (Na), natriumoxid Na_2O), svavel (S), svaveltrioxid (SO_3), bor (B), koppar (Cu), kobolt (Co), järn (Fe), mangan (Mn), molybden (Mo), zink (Zn).

— Om gödselmedlet innehåller mikronäringsämnen av vilka alla eller en del är kemiskt bundna till en organisk molekyl, skall namnet på detta mikronäringsämne åtföljas av en av följande bestämningar:

  i) ”kelaterat av …” (namnet på kelatbildaren eller en förkortning av namnet enligt avsnitt E.3.1 i bilaga I).

  ii) ”i komplexförening med …” (namnet på komplexbildaren enligt avsnitt E.3.2 i bilaga I).

— Mikronäringsämnena i gödselmedlet förtecknade i alfabetisk ordning efter deras kemiska symbol: B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn.

— Särskilda bruksanvisningar för de produkter som anges i avsnitt E.1 och E.2 i bilaga I.

— Mängdangivelser för flytande gödselmedel uttryckt i vikt. Mängdangivelser för flytande gödselmedel uttryckt i volym eller vikt i

▼B

förhållande till volym (kilogram per hektoliter eller gram per liter) är valfria.

— Netto- eller bruttovikt, och för flytande gödselmedel valfritt även netto- eller bruttovolym. Om bruttovikten anges skall tareringsvikten anges bredvid denna.

— Tillverkarens namn eller firmanamn samt adress.

b) Valfri märkning

— Sådan angivelse som anges i bilaga I.

— Anvisningar om förvaring och hantering, och för de gödselmedel som inte förtecknas i avsnitt E.1 och E.2 i bilaga I, särskilda anvisningar om användningen av gödselmedlet.

— Angivelser om dosering och användningsvillkor som lämpar sig för de jord- och odlingsförhållanden under vilka gödselmedlet används.

— Tillverkarens märke och produktens handelsbeteckning.

De identifieringsmärkningar som anges i b får inte strida mot dem som anges i a och skall vara klart åtskilda från dessa.

2. Alla märkningar enligt punkt 1 skall vara klart åtskilda från all annan information på förpackningar, etiketter och följedokument.

3. Flytande gödselmedel får släppas ut på marknaden endast om de åtföljs av tillverkarens tilläggsanvisningar som särskilt anger lagringstemperatur och åtgärder för att förhindra olyckor vid lagring.

4. Detaljerade tillämpningsföreskrifter för denna artikel skall antas i enlighet med förfarandet i artikel 32.2.

Artikel 10

Etiketter och märkning

1. Etiketter eller märkning som trycks på förpackningen och som innehåller de uppgifter som anges i artikel 9 skall vara placerade på en framträdande plats. Etiketterna skall fästas på förpackningen eller det system som används för att försluta förpackningen. Om detta består av en försegling, skall denna vara försedd med förpackarens namn eller märke.

2. Märkning enligt punkt 1 skall vara tydligt läsbar och outplånlig.

3. När det gäller gödselmedel i lösvikt enligt artikel 7.2 andra meningen skall ett exemplar av de handlingar som innehåller identifieringsmärkningen bifogas varorna och hållas tillgängliga för kontroll.

Artikel 11

Språk

Etiketter, märkningar på förpackningar och följedokument skall avfattas åtminstone på det nationella språket eller de nationella språken i den medlemsstat där EG-gödselmedlet saluförs.

Artikel 12

Förpackning

När det gäller förpackade EG-gödselmedel skall förpackningen vara försluten på ett sådant sätt eller med en sådan anordning att förslutningen, förseglingen eller själva förpackningen förstörs på sådant sätt,

▼B

när förpackningen öppnas, att den inte kan återförslutas. Ventilsäckar får användas.

Artikel 13

Toleransgränser

1. Halten av näringsämnen i EG-gödselmedel skall överensstämma med de toleransgränser som anges i bilaga II; syftet med dessa toleransgränser är att tillåta avvikelser vid tillverkning, provtagning och analys.

2. Tillverkaren får inte systematiskt utnyttja de toleransgränser som anges i bilaga II.

3. Inga toleranser är tillåtna vad beträffar de minimi- och maximihalter som anges i bilaga I.

Artikel 14

Krav för gödselmedel

En gödselmedelstyp får upptas i bilaga I endast om

a) den tillför näringsämnen på ett effektivt sätt,

b) det finns lämpliga provtagnings-, analys- och, om det krävs, testmetoder,

c) den vid normal användning inte negativt påverkar människors, djurs eller växters hälsa eller miljön.

Artikel 15

Skyddsklausul

1. Om en medlemsstat har skälig anledning att misstänka att ett visst EG-gödselmedel som trots att det uppfyller kraven i denna förordning utgör en risk för människors, djurs eller växters säkerhet eller hälsa eller utgör en miljörisk, får den tillfälligt förbjuda utsläppande på marknaden av detta gödselmedel inom sitt territorium eller kräva att det uppfyller särskilda villkor. Medlemsstaten skall omedelbart underrätta de övriga medlemsstaterna och kommissionen om beslutet och skälen för detta.

2. Kommissionen skall anta ett beslut i frågan i enlighet med förfarandet i artikel 32.2 inom 90 dagar från mottagandet av informationen.

3. Bestämmelserna i denna förordning hindrar inte att kommissionen eller en medlemsstat med hänsyn till den allmänna säkerheten vidtar berättigade åtgärder för att förbjuda, begränsa eller hindra utsläppandet på marknaden av EG-gödselmedel.

AVDELNING II

BESTÄMMELSER FÖR SÄRSKILDA TYPER AV GÖDSELMEDEL

KAPITEL I

Oorganiska gödselmedel som innehåller huvudnäringsämnen

Artikel 16

Tillämpningsområde

Detta kapitel skall tillämpas på oorganiska gödselmedel som innehåller huvudnäringsämnen och som är fasta eller flytande, enkla eller samman-

▼B

satta, inklusive sådana gödselmedel som innehåller sekundära näringsämnen och/eller mikronäringsämnen, med den minsta halt av näringsämnen som fastställs i avsnitten A, B, C, E.2.2 eller E.2.3 i bilaga I.

Artikel 17

Deklaration av sekundära näringsämnen i gödselmedel som innehåller huvudnäringsämnen

En deklaration av kalcium-, magnesium-, natrium- och svavelhalten för den sekundära näringshalten i EG-gödselmedel som tillhör de gödselmedelstyper som finns upptagna i avsnitten A, B och C i bilaga I får göras om dessa grundämnen förekommer i minst följande mängder:

a) 2 % kalciumoxid (CaO), dvs. 1,4 % Ca.

b) 2 % magnesiumoxid (MgO), dvs. 1,2 % Mg.

c) 3 % natriumoxid (Na_2O), dvs. 2,2 % Na.

d) 5 % svaveltrioxid (SO_3), dvs. 2 % S.

I sådana fall skall typbeteckningen kompletteras med den tilläggsmärkning som anges i artikel 19.2 ii.

Artikel 18

Kalcium, magnesium, natrium och svavel

1. Halten av magnesium, natrium och svavel i de gödselmedel som förtecknas i avsnitten A, B och C i bilaga I skall deklareras på ett av följande sätt:

a) Den totala halten uttryckt i viktprocent av gödselmedlet.

b) Den totala halten och den vattenlösliga halten, uttryckt i viktprocent av gödselmedlet, om den lösliga halten utgör minst en fjärdedel av den totala halten.

c) Om ett ämne är helt vattenlösligt skall endast den vattenlösliga halten deklareras uttryckt i viktprocent.

2. Kalciumhalten skall, om inte annat anges i bilaga I, endast deklareras om den är vattenlöslig, uttryckt i viktprocent av gödselmedlet.

Artikel 19

Identifiering

1. Utöver de obligatoriska identifieringsmärkningar som anges i artikel 9.1 a skall även de angivelser som fastställs i punkterna 2, 3, 4, 5 och 6 i den här artikeln finnas med.

2. För sammansatta gödselmedel skall följande läggas till efter typbeteckningen:

i) De kemiska beteckningarna för de deklarerade sekundära näringsämnena, inom parentes, efter huvudnäringsämnenas symboler.

ii) De tal som anger halten av huvudnäringsämnen. Halten av de deklarerade sekundära näringsämnena skall anges, inom parentes, efter halten av huvudnäringsämnen.

3. Endast de tal som anger halten av huvudnäringsämnen och sekundära näringsämnen skall anges efter gödselmedlets typbeteckning.

4. Om mikronäringsämnen deklareras, skall orden ”med mikronäringsämnen” eller ordet ”med” läggas till, följt av namnet eller namnen på de mikronäringsämnen som finns i gödselmedlet och av deras kemiska beteckningar.

▼B

5. Den deklarerade halten av huvudnäringsämnen och sekundära näringsämnen skall anges i viktprocent, som heltal eller, vid behov, om en lämplig analysmetod finns, med en decimal.

I de gödselmedel som innehåller fler än ett deklarerat näringsämne skall huvudnäringsämnena anges i följande ordning: N, P_2O_5 och/eller P, K_2O och/eller K, och de sekundära näringsämnena i följande ordning: CaO och/eller Ca, MgO och/eller Mg, Na_2O och/eller Na, SO_3 och/eller S.

I anknytning till den deklarerade halten av mikronäringsämnen skall namnet på vart och ett av dessa och deras kemiska beteckning anges, med uppgift om viktprocent på det sätt som framgår av avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I, samt deras löslighet.

6. Näringsämnenas form och löslighet skall också uttryckas i viktprocent av gödselmedlet, utom i de fall då det i bilaga I uttryckligen föreskrivs att denna halt skall uttryckas på annat sätt.

Halten skall anges med en decimal utom när det gäller mikronäringsämnen, vars halt skall anges på det sätt som framgår av avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I.

KAPITEL II

Oorganiska gödselmedel som innehåller sekundära näringsämnen

Artikel 20

Tillämpningsområde

Detta kapitel skall tillämpas på fasta eller flytande oorganiska gödselmedel med sekundära näringsämnen, inklusive sådana gödselmedel som innehåller mikronäringsämnen, med den minsta halt av näringsämnen som fastställs i avsnitt D, E.2.2 och E.2.3 i bilaga I.

Artikel 21

Identifiering

1. Utöver de obligatoriska identifieringsmärkningar som anges i artikel 9.1 a skall även de angivelser som fastställs i punkterna 2, 3, 4 och 5 i den här artikeln finnas med.

2. Om mikronäringsämnen deklareras skall orden ”med mikronäringsämnen” eller ordet ”med” läggas till, följt av namnet eller namnen på de mikronäringsämnen som finns i gödselmedlet och av deras kemiska beteckningar.

3. Den deklarerade halten av sekundära näringsämnen skall anges i viktprocent i heltal eller, vid behov, om en lämplig analysmetod finns, med en decimal.

Om gödselmedlen innehåller mer än ett sekundärt näringsämne skall ordningen vara följande:

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

I anknytning till den deklarerade halten av mikronäringsämnen skall namnet på vart och ett av dessa och deras kemiska beteckning anges, med uppgift om viktprocent på det sätt som framgår av avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I, samt deras löslighet.

4. Näringsämnenas form och löslighet skall också uttryckas i viktprocent av gödselmedlet, utom i de fall då det i bilaga I uttryckligen föreskrivs att de skall uttryckas på annat sätt.

▼B

Halten skall anges med en decimal utom när det gäller mikronäringsämnen, där halten skall anges på det sätt som framgår av avsnitt E.2.2 och E.2.3 i bilaga I.

5. Kalciumhalten skall, om inte annat anges i bilaga I, endast deklareras om den är vattenlöslig, uttryckt i viktprocent av gödselmedlet.

KAPITEL III

Oorganiska gödselmedel som innehåller mikronäringsämnen

Artikel 22

Tillämpningsområde

Detta kapitel skall tillämpas på fasta eller flytande oorganiska gödselmedel med mikronäringsämnen och med den minsta halt av näringsämnen som fastställs i avsnitt E.1 och E.2.1 i bilaga I.

Artikel 23

Identifiering

1. Utöver de obligatoriska identifieringsmärkningar som anges i artikel 9.1 a skall även de angivelser som fastställs i punkterna 2, 3, 4 och 5 i den här artikeln finnas med.

2. Om gödselmedlen innehåller mer än ett mikronäringsämne, skall typbeteckningen ”blandning av mikronäringsämnen” följt av namnen på de mikronäringsämnen som förekommer och deras kemiska beteckningar anges.

3. För gödselmedel som innehåller endast ett mikronäringsämne (avsnitt E.1 i bilaga I) skall den deklarerade halten av mikronäringsämnen anges i viktprocent, som heltal eller vid behov med en decimal.

4. Mikronäringsämnenas form och löslighet skall uttryckas i viktprocent av gödselmedlet, utom i de fall då det i bilaga I uttryckligen föreskrivs att halten skall uttryckas på annat sätt.

Antalet decimaler i tal för mikronäringsämnen skall anges på det sätt som framgår av avsnitt E.2.1 i bilaga I.

5. Etiketten och följedokumenten skall under de obligatoriska eller frivilliga deklarationerna vara försedda med följande angivelser rörande de produkter som förtecknas i avsnitt E.1 och E.2.1 i bilaga I:

”Får användas endast om det finns ett konstaterat behov. Överskrid inte lämplig dosering.”

Artikel 24

Förpackning

EG-gödselmedel som omfattas av bestämmelserna i detta kapitel skall vara förpackade.

▼B

KAPITEL IV

Ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt

Artikel 25

Tillämpningsområde

I detta kapitel avses med ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt, enkla eller sammansatta ammoniumnitratbaserade produkter som framställts för användning som gödselmedel och som innehåller mer än 28 viktprocent kväve i förhållande till ammoniumnitrat.

Denna gödselmedelstyp kan innehålla oorganiska eller overksamma ämnen.

Inget av de ämnen som används för att framställa denna gödselmedelstyp får öka medlets värmekänslighet eller detonationskänslighet.

Artikel 26

Säkerhetsåtgärder och säkerhetskontroller

1. Tillverkaren skall säkerställa att enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt överensstämmer med bestämmelserna i avsnitt 1 i bilaga III.

2. Kontroll, analys och provning i samband med offentliga kontroller av enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt, som det finns bestämmelser om i detta kapitel, skall utföras i enlighet med de metoder som beskrivs i avsnitt 3 i bilaga III.

3. För att garantera att EG-ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt som släppts ut på marknaden kan spåras, skall tillverkaren föra register över anläggningars namn och adress samt huvudmännen för de anläggningar där gödselmedlen och dess huvudsakliga komponenter tillverkades. Registret skall hållas tillgängligt för inspektion av medlemsstaterna så länge som gödselmedlet levereras till marknaden och under ytterligare två år efter det att tillverkaren upphörde med att leverera det.

Artikel 27

Detonationssäkerhetsprov

Utan att det påverkar tillämpningen av de åtgärder som avses i artikel 26 skall tillverkaren se till att varje typ av EG-ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt som släpps ut på marknaden har genomgått det detonationssäkerhetsprov som beskrivs i avsnitten 2, 3 (metod 1 punkt 3) och 4 i bilaga III till denna förordning. Detta prov skall utföras av ett av de godkända laboratorier som avses i artikel 30.1 eller artikel 33.1. Tillverkare skall sända in provresultaten till den berörda medlemsstatens behöriga myndighet åtminstone 5 dagar innan gödselmedlet släpps ut på marknaden, eller åtminstone 5 dagar innan gödselmedlet anländer till Europeiska gemenskapens gränser när det gäller import. Därefter skall tillverkaren fortsätta att garantera att alla leveranser av det gödselmedel som släppts ut på marknaden klarar av att bli godkända i ovanstående prov.

Artikel 28

Förpackning

Ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt får endast göras tillgängligt för slutanvändaren i förpackad form.

▼B

AVDELNING III

BEDÖMNING AV GÖDSELMEDELS ÖVERENSSTÄMMELSE

Artikel 29

Kontrollåtgärder

1. Medlemsstaterna kan kräva att gödselmedel med märkningen ”EG-gödselmedel” skall genomgå officiella kontrollåtgärder för att säkerställa att de överensstämmer med denna förordning.

Medlemsstaterna får ta ut avgifter som inte överstiger kostnaderna för de provningar som är nödvändiga för dessa kontrollåtgärder, men detta får inte tvinga tillverkarna att på nytt utföra provningar eller att betala för på nytt utförda provningar om den första provningen har utförts av ett laboratorium som uppfyller villkoren i artikel 30 och provningen visade att gödselmedlet i fråga överensstämmer med bestämmelserna.

2. Medlemsstaterna skall säkerställa att provtagning och analys för officiella kontroller av EG-gödselmedel som tillhör gödselmedelstyper som förtecknas i bilaga I utförs i enlighet med de metoder som beskrivs i bilagorna III och IV.

3. Efterlevnaden av denna förordning, i fråga om överensstämmelse med olika gödselmedelstyper och överensstämmelse med den deklarerade halten av näringsämnen eller den deklarerade halten uttryckt som form och löslighet hos dessa näringsämnen, får vid officiella kontroller endast fastslås med sådana provtagnings- och analysmetoder som fastställs i enlighet med bilagorna III och IV och med beaktande av de toleranser som anges i bilaga II.

4. Anpassning och modernisering av mätnings-, provtagnings- och analysmetoder skall ske i enlighet med förfarandet i artikel 32.2 och skall om det är möjligt göras med tillämpning av europeiska standarder. Samma förfarande skall tillämpas vid antagandet av de genomföranderegler som behövs för att specificera de kontrollåtgärder som föreskrivs enligt denna artikel och artiklarna 8, 26 och 27 i denna förordning. I dessa regler skall det särskilt anges hur ofta provningarna skall utföras på nytt samt åtgärder för att säkerställa att det gödselmedel som släpps ut på marknaden är detsamma som det provade gödselmedlet.

Artikel 30

Laboratorier

1. Medlemsstaterna skall till kommissionen anmäla en förteckning över godkända laboratorier på deras territorier som har behörighet att tillhandahålla de tjänster som behövs för att kontrollera att EG-gödselmedel överensstämmer med kraven i denna förordning. Dessa laboratorier måste uppfylla de standarder som anges i avsnitt B i bilaga V. Sådan anmälan skall göras senast den 11 juni 2004 och vid varje därpå följande justering.

2. Kommissionen skall offentliggöra förteckningen över godkända laboratorier i *Europeiska unionens officiella tidning*.

3. Om en medlemsstat har välgrundad anledning att anta att ett godkänt laboratorium inte uppfyller de standarder som anges i punkt 1, skall den ta upp frågan i den kommitté som avses i artikel 32. Om kommittén är överens om att laboratoriet inte uppfyller standarderna, skall kommissionen ta bort namnet från den förteckning som avses i punkt 2.

4. Kommissionen skall anta ett beslut i frågan i enlighet med förfarandet i artikel 32.2 inom 90 dagar från mottagandet av informationen.

▼B

5. Kommissionen skall offentliggöra den ändrade förteckningen i *Europeiska unionens officiella tidning*.

AVDELNING IV

SLUTBESTÄMMELSER

KAPITEL I

Anpassning av bilagorna

Artikel 31

Nya EG-gödselmedel

1. Upptagandet av en ny gödselmedelstyp i bilaga I till denna förordning skall ske i enlighet med förfarandet i artikel 32.2.

2. En tillverkare eller dennes företrädare som önskar få en ny gödselmedelstyp upptagen i bilaga I och som därför skall ta fram ett tekniskt underlag, skall göra det med beaktande av de tekniska handlingar som avses i avsnitt A i bilaga V.

3. De ändringar som behövs för att anpassa bilagorna till den tekniska utvecklingen skall antas i enlighet med förfarandet i artikel 32.2.

Artikel 32

Kommittéförfarande

1. Kommissionen skall biträdas av en kommitté.

2. När det hänvisas till denna punkt skall artiklarna 5 och 7 i beslut 1999/468/EG tillämpas, utan att det påverkar bestämmelserna i artikel 8 i det beslutet.

Den tid som avses i artikel 5.6 i beslut 1999/468/EG skall vara tre månader.

3. Kommittén skall själv anta sin arbetsordning.

KAPITEL II

Övergångsbestämmelser

Artikel 33

Behöriga laboratorier

1. Utan att det påverkar tillämpningen av bestämmelserna i artikel 30.1 får medlemsstaterna under en övergångsperiod fram till och med den 11 december 2007 fortsätta att tillämpa sina nationella bestämmelser när det gäller godkännande av behöriga laboratorier som skall tillhandahålla de tjänster som behövs för att kontrollera att EG-gödselmedel överensstämmer med kraven i denna förordning.

2. Medlemsstaterna skall till kommissionen anmäla en förteckning över dessa laboratorier och lämna närmare upplysningar om sina system för godkännande. Sådan anmälan skall göras senast den 11 juni 2004 och vid varje därpå följande justering.

▼B

Artikel 34

Förpackning och märkning

Utan att det påverkar tillämpningen av bestämmelserna i artikel 35.1 får märkning, förpackningar, etiketter och följedokument till EG-gödselmedel enligt tidigare direktiv fortsätta att användas fram till och med den 11 juni 2005.

KAPITEL III

Slutbestämmelser

Artikel 35

Upphävda direktiv

1. Direktiven 76/116/EEG, 77/535/EEG, 80/876/EEG och 87/94/EEG skall upphöra att gälla.

2. Hänvisningar till de upphävda direktiven skall anses som hänvisningar till denna förordning. I synnerhet skall undantag från artikel 7 i direktiv 76/116/EEG som beviljats av kommissionen i enlighet med artikel 95.6 i fördraget anses som undantag från artikel 5 i denna förordning och skall fortsätta att gälla trots ikraftträdandet av denna förordning. I avvaktan på att de påföljder som avses i artikel 36 antas, får medlemsstaterna fortsätta att tillämpa påföljder för överträdelser av nationella bestämmelser som genomför de direktiv som anges i punkt 1.

Artikel 36

Påföljder

Medlemsstaterna skall fastställa bestämmelser om påföljder för överträdelser av bestämmelserna i denna förordning och skall vidta de åtgärder som behövs för att säkerställa att de följs. Påföljderna skall vara effektiva, proportionella och avskräckande.

Artikel 37

Nationella bestämmelser

Medlemsstaterna skall senast den 11 juni 2005 underrätta kommissionen om de nationella bestämmelser som de har antagit i enlighet med artiklarna 6.1, 6.2, 29.1 och 36 i denna förordning och, utan dröjsmål, om alla senare ändringar av dessa bestämmelser.

Artikel 38

Ikraftträdande

Denna förordning träder i kraft på den tjugonde dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*, med undantag för artikel 8 och artikel 26.3 som träder i kraft den 11 juni 2005.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

▼B

INNEHÅLL

BILAGA I – **Förteckning över typer av EG-gödselmedel**

A. Oorganiska enkla gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen

A.1 N-Gödselmedel

A.2 P-Gödselmedel

A.3 K-Gödselmedel

B. Oorganiska sammansatta gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen

B.1 NPK-Gödselmedel

B.2 NP-Gödselmedel

B.3 NK-Gödselmedel

B.4 PK-Gödselmedel

C. Oorganiska flytande gödselmedel

C.1 Enkla flytande gödselmedel

C.2 Sammansatta flytande gödselmedel

D. Oorganiska gödselmedel som innehåller sekundära makronäringsämnen

E. Oorganiska gödselmedel som innehåller mikronäringsämnen

E.1 Gödselmedel med ett mikronäringsämne

E.1.1 Bor

E.1.2 Kobolt

E.1.3 Koppar

E.1.4 Järn

E.1.5 Mangan

E.1.6 Molybden

E.1.7 Zink

E.2 Minsta halt av mikronäringsämnen

E.3 Förteckning över tillåtna organiska kelat- och komplexbildare för mikronäringsämnen

BILAGA II – **Toleranser**

1. Oorganiska enkla gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen absolut värde i massprocent, uttryckt som N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl

2. Oorganiska sammansatta gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen

3. Sekundära näringsämnen i gödselmedel

4. Mikronäringsämnen i gödselmedel

BILAGA III – **Tekniska bestämmelser om ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt**

1. Egenskaper hos och gränsvärden för enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt

2. Beskrivning av detonationssäkerhetsprovet för ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt

3. Metoder för att kontrollera överensstämmelsen med de gränsvärden som anges i bilaga III-1 och III-2

4. Bestämning av detonationssäkerhet

▼B

BILAGA IV – **Provtagnings- och analysmetoder**

A. Provtagningsmetod för gödselmedel

1. Ändamål och räckvidd

2. Ansvariga tjänstemän

3. Definitioner

4. Utrustning

5. Kvantitativa krav

6. Anvisningar om uttagning, beredning och förpackning av proven

7. Förpackning av slutliga prov

8. Provningsprotokoll

9. Provens destination

B. Analysmetoder för gödselmedel

Allmänna anmärkningar

Allmänna bestämmelser om metoder för analys av gödselmedel

Metod 1	– Provberedning för analys
Metod 2	– Kväve
Metod 2.1	– Bestämning av kväve som ammoniak
Metod 2.2	– Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak
Metod 2.2.1	– Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Ulsch
Metod 2.2.2	– Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Arnd
Metod 2.2.3	– Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Devarda
Metod 2.3	– Bestämning av kväve totalt
Metod 2.3.1	– Bestämning av den totala förekomsten av kväve i nitratfri kalciumcyanamid
Metod 2.3.2	– Bestämning av total förekomst av kväve i kalciumcyanamid som innehåller nitrater
Metod 2.3.3	– Bestämning av total förekomst av kväve i urea
Metod 2.4	– Bestämning av kväve som cyanamid
Metod 2.5	– Spektrofotometrisk bestämning av biuret i urea
Metod 2.6	– Bestämning av olika former av kväve i samma prov
Metod 2.6.1	–Bestämning av olika former av kväve i samma prov av gödselmedel som innehåller kväve som nitrat, ammoniak, urea och cyanamid
Metod 2.6.2	–Bestämning av olika former av kväve i gödselmedel innehållande kväve enbart som nitrat, ammoniak och urea
Metod 3	– Fosfor
Metod 3.1	– Extraktion
Metod 3.1.1	– Extraktion av fosfor som är löslig i mineralsyror
Metod 3.1.2	– Extraktion av fosfor som är löslig i 2-procentig myrsyra (20 g per liter)
Metod 3.1.3	– Extraktion av fosfor som är löslig i 2-procentig citronsyra (20 g per liter)
Metod 3.1.4	– Extraktion av fosfor som är löslig i neutralt ammoniumcitrat
Metod 3.1.5	– Extraktion med alkaliskt ammoniumcitrat
Metod 3.1.5.1	– Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid 65 °C

▼B

Metod 3.1.5.2	– Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid rumstemperatur
Metod 3.1.5.3	– Extraktion av fosfor löslig i joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat
Metod 3.1.6	– Extraktion av vattenlöslig fosfor
Metod 3.2	–Bestämning av extraherad fosfor (Gravimetrisk metod med användning av kinolinmolybdofosfat)
Metod 4	– Kalium
Metod 4.1	– Bestämning av halten av vattenlösligt kalium
Metod 5	–
Metod 6	– Klor
Metod 6.1	– Bestämning av klorider när organiska material saknas
Metod 7	– Malningsfinhet
Metod 7.1	– Bestämning av malningsfinhet (torr metod)
Metod 7.2	– Bestämning av malningsfinhet hos mjuka råfosfater
Metod 8	– Sekundära makronäringsämnen
Metod 8.1	–Extraktion av totalt kalcium, totalt magnesium, totalt natrium och totalt fosfor i form av sulfater
Metod 8.2	–Extraktion av totalt svavel, i olika former
Metod 8.3	–Extraktion av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater)
Metod 8.4	–Extraktion av vattenlösligt svavel då svavel förekommer i olika former
Metod 8.5	–Extraktion och bestämning av svavel i grundämnesform
Metod 8.6	–Bestämning av extraherat kalcium efter utfällning som oxalat och titrering med kaliumpermanganat
Metod 8.7	–Bestämning av magnesium genom atomabsorptionsspektrometri
Metod 8.8	–Bestämning av magnesium med komplexometri
Metod 8.9	–Bestämning av sulfater
Metod 8.10	–Bestämning av extraherat natrium
Metod 9	–Mikronäringsämnen i halter upp till 10 %
Metod 9.1	–Extraktion av den totala halten av mikronäringsämnen
Metod 9.2	–Extraktion av vattenlösliga mikronäringsämnen
Metod 9.3	–Borttagande av organiska föreningar från extrakt av gödselmedel
Metod 9.4	–Bestämning av mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptions-spektrometri (allmänt förfarande)
Metod 9.5	–Spektrometrisk bestämning av borhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av azometin-H
Metod 9.6	–Bestämning av kobolthalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri
Metod 9.7	–Bestämning av kopparhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

▼B

Metod 9.8	–Bestämning av järnhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri
Metod 9.9	–Bestämning av halten av mangan i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri
Metod 9.10	–Bestämning av molybden i extrakt av gödselmedel med hjälp av spektrometri av ett komplex med ammoniumtiocyanat
Metod 9.11	–Bestämning av halten av zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri
Metod 10	–Mikronäringsämnen i halter på över 10 %
Metod 10.1	–Extraktion av den totala halten av mikronäringsämnen
Metod 10.2	–Extraktion av vattenlösliga mikronäringsämnen
Metod 10.3	–Borttagande av organiska föreningar från extrakt av gödselmedel
Metod 10.4	–Bestämning av mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel genom atomabsorptionsspektometri (allmänt förfarande)
Metod 10.5	–Spektrometrisk bestämning av borhalten i extrakt med hjälp av acidimetrisk titrering
Metod 10.6	–Bestämning av kobolthalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av gravimetrisk metod med 1-nitroso-2-naftol
Metod 10.7	–Bestämning av kopparhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av titreranalys
Metod 10.8	–Bestämning av järnhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri
Metod 10.9	–Bestämning av halten av mangan i extrakt av gödselmedel med hjälp av titrering
Metod 10.10	–Bestämning av molybden i extrakt av gödselmedel med hjälp av gravimetrisk metod med 8-hydroxykinolin
Metod 10.11	–Bestämning av halten av zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

BILAGA V

A.	Förteckning över dokument som tillverkare eller deras företrädare skall konsultera vid utarbetandet av ett tekniskt underlag för en ny gödselmedelstyp, som de önskar få upptagna i bilaga I till denna förordning
B.	Normer för ackreditering av laboratorier som är behöriga att tillhandahålla de tjänster som behövs för att kontrollera EG-gödselmedlens överensstämmelse med kraven i denna förordning och dess bilagor

BILAGA I

FÖRTECKNING ÖVER TYPER AV EG-GÖDSELMEDEL

A. **Oorganiska enkla gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen**

A.1 *N-gödselmedel*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1 (a)	Kalciumnitrat (kalksalpeter)	Kemiskt framställd produkt innehållande kalciumnitrat som huvudbeståndsdel och eventuellt ammoniumnitrat	15 % N Kväve uttryckt som totalkväve eller som nitratkväve och ammoniumkväve. Maximalt ammoniumkväve: 1,5 % N		Totalkväve *Ytterligare valfria uppgifter:* Nitratkväve Ammoniumkväve
1 (b)	Kalciummagnesiumnitrat (nitrat av kalk och magnesium)	Kemiskt framställd produkt innehållande kalciumnitrat och magnesiumnitrat som huvudbeståndsdelar	13 % N Kväve uttryckt som nitratkväve. Minimihalt magnesium som vattenlösliga salter, uttryckta som magnesiumoxid: 5 % MgO		Nitratkväve Vattenlöslig magnesiumoxid
1 (c)	Magnesiumnitrat	Kemiskt framställd produkt innehållande magnesiumnitrathexahydrat som huvudbeståndsdel	10 % N Kväve uttryckt som nitratkväve 14 % MgO Magnesium uttryckt som vattenlöslig magnesiumoxid	När gödselmedel marknadsförs i form av kristaller får tillägget ”i kristalliserad form” göras	Nitratkväve Vattenlöslig magnesiumoxid

▼B

1	2	3	4	5	6
2 (a)	Natriumnitrat (nitrat av soda)	Kemiskt framställd produkt med natriumnitrat som huvudbeståndsdel	15 % N Kväve uttryckt som nitratkväve		Nitratkväve
2 (b)	Chilesalpeter	Kemiskt framställd produkt innehållande caliche, med natriumnitrat som huvudbeståndsdel	15 % N Kväve uttryckt som nitratkväve		Nitratkväve
3 (a)	Kalciumcyanamid	Kemiskt framställd produkt innehållande kalciumcyanamid som huvudbeståndsdel, kalciumoxid och eventuellt små mängder ammoniumsalter och urea	18 % N Kväve uttryckt som totalkväve, varav minst 75 % uppges vara bundet i from av cyanamid		Totalkväve
3 (b)	Kvävehaltig kalciumcyanamid	Kemiskt framställd produkt, innehållande kalciumcyanamid som huvudbeståndsdel samt kalciumoxid och eventuellt små mängder ammoniumsalter och urea, inklusive nitrattillsats	18 % N Kväve uttryckt som totalkväve, varav minst 75 % av icke nitratkvävedelen anges bunden såsom cyanamid. Nitratkväveinnehåll: — minimum: 1 % N — maximum: 3 % N		Totalkväve Nitratkväve

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Ammoniumsulfat	Kemiskt framställd produkt, innehållande ammoniumsulfat som huvudbeståndsdel	20 % N Kväve uttryckt som ammoniumkväve		Ammoniumkväve
5	Ammoniumnitrat eller kalciumammoniumnitrat	Kemiskt framställd produkt, innehållande ammoniumnitrat som huvudbeståndsdel, som kan innehålla fyllnadsmedel såsom malen kalk, kalciumsulfat, malen dolomit, magnesiumsulfat, kieserit	20 % N Kväve uttryckt som nitratkväve och ammoniumkväve. Vardera av dessa representerar ungefär hälften av kväveinnehållet Se bilaga III A och III B i detta direktiv, om det behövs.	Beteckningen ”kalciumammoniumnitrat” är uteslutande reserverad för gödselmedel som endast innehåller kalciumkarbonat (t.ex. kalksten) och/eller magnesiumkarbonat och kalciumkarbonat (t.ex. dolomit) förutom ammoniumnitrat. Minimihalten av dessa karbonater skall vara 20 % med en renhetsgrad på minst 90 %	Totalkväve Nitratkväve Ammoniumkväve
6	Ammoniumsulfatnitrat	Kemiskt framställd produkt, innehållande ammoniumnitrat och ammoniumsulfat som huvudbeståndsdelar	25 % N Kväve uttryckt som ammoniumkväve och nitratkväve. Minimihalt nitratkväve: 5 %		Totalkväve Ammoniumkväve Nitratkväve
7	Magnesiumsulfonitrat	Kemiskt framställd produkt innehållande ammoniumnitrat, ammoniumsulfat och magnesiumsulfat som huvudbeståndsdelar	19 % N Kväve uttryckt som ammoniumkväve och nitratkväve. Minimihalt nitratkväve: 6 % N 5 % MgO Magnesium i form av vattenlösliga salter uttryckta som magnesiumoxid		Totalkväve Ammoniumkväve Nitratkväve Vattenlöslig magnesiumoxid

▼B

1	2	3	4	5	6
8	Magnesiumammoniumnitrat	Kemiskt framställd produkt innehållande ammoniumnitrater och sammansatta magnesiumsalter (dolomitmagnesiumkarbonat och/eller magnesiumsulfat) som huvudbeståndsdelar	19 % N Kväve uttryckt som ammoniumkväve och nitratkväve. Minimihalt nitratkväve: 6 % N 5 % MgO Magnesium uttryckt som magnesiumoxid		Totalkväve Ammoniumkväve Nitratkväve Totalmagnesiumoxid och eventuellt vattenlöslig magnesiumoxid
9	Urea (urinämnen)	Kemiskt framställd produkt innehållande karbonyldiamid (karbamid) som huvudbeståndsdel	44 % N Ureakväve (inkl biuret). Maximal biurethalt: 1,2 %		Totalkväve uttryckt som ureakväve
10	Krotonylidendiurea	Produkt framställd genom reaktion mellan urea och krotonaldehyd Monomer	28 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minst 25 % N från krotonylidendiurea Maximihalt ureakväve: 3 %		Totalkväve Ureakväve då detta utgör minst 1 massprocent Kväve från krotonylidendiurea
11	Isobutylidendiurea	Produkt framställd genom reaktion mellan urea och isobutyraldehyd Monomer	28 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minst 25 % N från isobutylidendiurea Maximihalt ureakväve: 3 %		Totalkväve Ureakväve då detta utgör minst 1 massprocent Kväve från isobutylidendiurea
12	Ureaformaldehyd	Produkt framställd genom reaktion mellan urea och formaldehyd med ureaformaldehydmolekyler som huvudbeståndsdel Polymer	36 % Kväve uttryckt som totalkväve Minst 3/5 av den deklarerade totala kvävehalten skall vara löslig i varmt vatten Minst 31 % N från ureaformaldehyd Maximihalt ureakväve: 5 %		Totalkväve Ureakväve då detta utgör minst 1 massprocent Kväve från ureaformaldehyd som är lösligt i kallt vatten Kväve från ureaformaldehyd som bara är lösligt i varmt vatten

▼B

1	2	3	4	5	6
13	Kvävegödselmedel innehållande krotonylidendiurea	Kemiskt framställd produkt innehållande krotonylidendiurea och ett enkelt kvävegödselmedel (Förteckning A-1, utom produkterna 3 a, 3 b och 5)	18 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minst 3 % av kvävet i form av ammonium-, nitrat- och/eller ureakväve Minst 1/3 av den deklarerade totala kvävehalten skall komma från krotonylidendiurea Maximal biurethalt: (urea N + krotonylidendiurea N) × 0,026		Totalkväve För varje form som utgör minst 1 %: — nitratkväve — ammoniumkväve — ureakväve Kväve från krotonylidendiurea
14	Kvävegödselmedel innehållande isobutylidendiurea	Kemiskt framställd produkt innehållande isobutylidendiurea och ett enkelt kvävegödselmedel (Förteckning A-1, utom produkterna 3 a, 3 b och 5)	18 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minst 3 % av kvävet i form av ammonium-, nitrat- och/eller ureakväve Minst 1/3 av den deklarerade totala kvävehalten skall komma från isobutylidendiurea Maximal biurethalt: (urea N + isobutylidendiurea N) × 0,026		Totalkväve För varje form som utgör minst 1 %: — nitratkväve — ammoniumkväve — ureakväve Kväve från isobutylidendiurea
15	Kvävegödselmedel innehållande ureaformaldehyd	Kemiskt framställd produkt innehållande ureaformaldehyd och ett enkelt kvävegödselmedel (Förteckning A-1, utom produkterna 3 a, 3 b och 5)	18 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minst 3 % av kvävet i form av ammonium-, nitrat- och/eller ureakväve Minst 1/3 av den deklarerade totala kvävehalten skall komma från ureaformaldehyd Minst 3/5 av kvävet från ureaformaldehyd måste vara lösligt i varmt vatten Maximal halt av biuret: (urea N + ureaformaldehyd N) × 0,026		Totalkväve För varje form som utgör minst 1 %: — nitratkväve — ammoniumkväve — ureakväve Kväve från ureaformaldehyd Kväve från ureaformaldehyd som är lösligt i kallt vatten Kväve från ureaformaldehyd som bara är lösligt i varmt vatten

▼B

1	2	3	4	5	6
16	Ammoniumsulfat med nitrifikationshämmare (dicyandiamid)	Kemiskt framställd produkt innehållande ammoniumsulfat och dicyandiamid	20 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minimihalt ammoniumkväve: 18 % Minimihalt kväve från dicyandiamid: 1,5 %		Totalkväve Ammoniumkväve Kväve från dicyandiamid Tekniska upplysningar [a]
17	Ammoniumsulfatnitrat med nitrifikationshämmare (dicyandiamid)	Kemiskt framställd produkt innehållande ammoniumsulfatnitrat och dicyandiamid	24 % N Kväve uttryckt som totalkväve Minimihalt nitratkväve: 3 % Minimihalt kväve från dicyandiamid: 1,5 %		Totalkväve Nitratkväve Ammoniumkväve Kväve från dicyandiamid Tekniska upplysningar [a]
18	Ureaammoniumsulfat	Kemiskt framställd produkt innehållande urea och ammoniumsulfat	30 % N Kväve uttryckt som ammonium- och ureakväve Minimihalt ammoniumkväve: 4 % Minimihalt svavel uttryckt som svaveltrioxid: 12 % Maximal halt av biuret: 0,9 %		Totalkväve Ammoniumkväve Ureakväve Vattenlöslig svaveltrioxid

[a] Den person som är ansvarig för marknadsföringen skall förse varje förpackning eller varuparti med tekniska upplysningar som är så fullständiga som möjligt. Uppgifterna skall särskilt ge information till användaren om lämpliga givor och spridningstider med avseende på den gröda som odlas.

▼B

A.2 *P-Gödselmedel*

När en partikelstorlek anges som krav för primärbeståndsdelarna i ett gödselmedel som säljs i granulerad form (gödselmedel 1, 3, 4, 5, 6 och 7), skall denna fastställas med lämplig analysmetod

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Basisk slagg: — Thomasfosfat — Thomasslagg	Produkt som erhålls vid järnframställning genom behandling av en fosforhaltig smälta och som innehåller kalciumfosfatsilikat som huvudbeståndsdel	12 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som fosforpentoxid löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av uppgiven halt av fosforpentoxid är löslig i 2 %-ig citronsyra, eller 10 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som fosforpentoxid löslig i 2 %-ig citronsyra Partikelstorlek: — minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm, — minst 96 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,630 mm		Total fosforpentoxid (löslig i mineralsyror) varav 75 % (anges i massprocent) är löslig i 2 %-ig citronsyra (för försäljning i Frankrike, Italien, Spanien, Portugal, Grekland ►M1 , Tjeckien, Estland, Cypern, Lettland, Litauen, Ungern, Malta, Polen, Slovenien, Slovakien, ◄ ►M3 Bulgarien och Rumänien ◄) Total fosforpentoxid (löslig i mineralsyror) samt fosforpentoxid löslig i 2 %-ig citronsyra (för försäljning i Storbritannien) Fosforpentoxid löslig i 2 %-ig citronsyra (för försäljning i Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxemburg, Nederländerna och Österrike)

▼B

1	2	3	4	5	6
2 (a)	Enkelt superfosfat	Produkt framställd genom reaktion mellan malet råfosfat och svavelsyra och som innehåller monokalciumfosfat som huvudbeståndsdel likväl som kalciumfosfat	16 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat varav minst 93 % av angiven halt P_2O_5 är vattenlöslig Uttaget prov: 1 g		Fosforpentoxid löslig i neutralt ammoniumcitrat Fosforpentoxid löslig i vatten
2 (b)	Koncentrerat superfosfat	Produkt framställd genom reaktion mellan malet råfosfat och svavelsyra och fosforsyra samt innehållande monokalciumfosfat som huvudbeståndsdel likväl som kalciumsulfat	25 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat varav minst 93 % av angiven halt P_2O_5 är vattenlöslig Uttaget prov: 1 g		Fosforpentoxid löslig i neutralt ammoniumcitrat Fosforpentoxid löslig i vatten
▼M2 2 (c)	Trippelsuperfosfat	Produkt framställd genom reaktion mellan malet råfosfat och fosforsyra och som innehåller monokalciumfosfat som huvudbeståndsdel	38 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat varav minst 85 % av angiven halt P_2O_5 är vattenlöslig Uttaget prov: 3 g		Fosforpentoxid löslig i neutralt ammoniumcitrat Fosforpentoxid löslig i vatten

▼M2

1	2	3	4	5	6
▼B					
3	Delvis lösligt råfosfat	Produkt framställd genom delvis upplösning av malda råfosfater i svavelsyra eller fosforsyra och som innehåller monokalciumfosfat, trikalciumfosfat och kalciumsulfat som huvudbeståndsdel	20 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 40 % av angiven halt P_2O_5 är vattenlöslig Partikelstorlek: — minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm, — minst 98 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0.630 mm		Total fosforpentoxid (löslig i mineralsyror) Vattenlöslig fosforpentoxid
4	Dikalciumfosfat	Produkt erhållen genom utfällning av upplöst fosforsyra från råfosfater eller ben och som innehåller dikalciumfosfatdihydrat som huvudbeståndsdel	38 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Petermann) Partikelstorlek: — minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm, — minst 98 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,630 mm		Fosforpentoxid löslig i alkaliskt ammoniumcitrat

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Kalcinerat fosfat	Produkt framställd genom värmebehandling av malda råfosfater med alkaliska föreningar och kiselsyra och som innehåller alkaliskt kalciumfosfat och kalciumsilikat som huvudbeståndsdelar	25 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Petermann) Partikelstorlek: — minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm — minst 96 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,630 mm		Fosforpentoxid löslig i alkaliskt ammoniumcitrat
6	Aluminiumkalciumfosfat	Produkt framställd i amorf form genom värmebehandling och malning och som innehåller aluminium och kalciumfosfat som huvudbeståndsdelar	30 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i mineralsyror varav minst 75 % av angiven halt P_2O_5 är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Joulie) Partikelstorlek: — minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm, — minst 98 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,630 mm		Total fosforpentoxid (löslig i mineralsyror) Fosforpentoxid löslig i alkaliskt ammoniumcitrat

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Mjuka malda råfosfater	Produkt framställd genom malning av mjuka råfosfater samt innehållande trikalciumfosfat och kalciumkarbonat som huvudbeståndsdelar	25 % P_2O_5 Fosfor uttryckt som P_2O_5 löslig i mineralsyror varav minst 55 % av angiven halt P_2O_5 är löslig i 2 %-ig myrsyra Partikelstorlek: — minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,063 mm, — minst 99 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,125 mm		Total fosforpentoxid (löslig i mineralsyror) Fosforpentoxid löslig i 2 %-ig myrsyra Massprocent material som passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm

A.3 *K-Gödselmedel*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Kainit	Produkt erhållen ur oraffinerade kaliumsalter	10 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O 5 % MgO Magnesium i form av vattenlösliga salter uttryckt som magnesiumoxid	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig kaliumoxid Vattenlöslig magnesiumoxid

▼B

1	2	3	4	5	6
2	Anrikat kainitsalt	Produkt erhållen ur oraffinerade kaliumsalter anrikade genom inblandning av kaliumklorid	18 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig kaliumoxid Vattenlöslig magnesiumoxid kan valfritt redovisas när MgO-halten är högre än 5 %
3	Kaliumklorid	Produkt erhållen ur oraffinerade kaliumsalter och som innehåller kaliumklorid som huvudbeståndsdel	37 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig kaliumoxid
4	Kaliumklorid som innehåller magnesiumsalt	Produkt erhållen ur oraffinerade kaliumsalter med tillsats av magnesiumsalter och som innehåller kaliumklorid och magnesiumsalter som huvudbeståndsdelar	37 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O 5 % MgO Magnesium i form av vattenlösliga salter uttryckt som magnesiumoxid		Vattenlöslig kaliumoxid Vattenlöslig magnesiumoxid

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Kaliumsulfat	Produkt som framställts på kemisk väg ur kaliumsalter och som innehåller kaliumsulfat som huvudbeståndsdel	47 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O Maximal klorhalt: 3 % Cl		Vattenlöslig kaliumoxid Frivillig redovisning av klorhalten
6	Kaliumsulfat innehållande magnesiumsalt (kalimagnesia)	Produkt som framställts på kemisk väg ur kaliumsalter eventuellt med tillsats av magnesiumsalter och som innehåller kaliumsulfat och magnesiumsulfat som huvudbeståndsdelar	22 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O 8 % MgO Magnesium i form av vattenlösliga salter uttryckt som magnesiumoxid Maximal klorhalt: 3 % Cl	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig kaliumoxid Vattenlöslig magnesiumoxid Frivillig redovisning av klorhalten
7	Kieserite med kaliumsulfat	Produkt erhållen av kieserit med tillsats av kaliumsulfat	8 % MgO Magnesium uttryckt som vattenlöslig magnesiumoxid 6 % K_2O Kalium uttryckt som vattenlöslig K_2O Totalt MgO + K_2O: 20 % Maximal klorhalt: 3 % Cl	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig magnesiumoxid Vattenlöslig kaliumoxid Frivillig redovisning av klorhalten

▼B

B. **Oorganiska sammansatta gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen**

B.1 *NPK-gödselmedel*

B.1.1	Typbeteckning:	NPK-gödselmedel
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg eller genom blandning utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O); — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Cyanamidkväve	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat och i vatten (4) P_2O_5 löslig enbart i mineralsyror (5) P_2O_5 löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Petermann) (6a) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 %-ig citronsyra (6b) P_2O_5 löslig i 2 %-ig citronsyra (7) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Joulie)	Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av de fyra formerna kväve 2–5 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges (3) Om högre än 28 %, se bilaga III B	1. Ett NPK-gödselmedel fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, delvis lösligt råfosfat och mjukt malet råfosfat skall deklareras enligt lösligheterna 1, 2 eller 3: — när vattenlöslig P_2O_5 inte uppgår till 2 % skall endast löslighet 2 anges; — när vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 % skall löslighet 3 anges. Dessutom skall den vattenlösliga P_2O_5-halten anges (löslighet 1).	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till en maximihalt av 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

1	2	3	4	5	6
	(8) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 55 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 % myrsyra			Halten av P_2O_5 som är löslig enbart i mineralsyror får inte överstiga 2 %. För denna typ 1 skall det uttagna provet för fastställande av lösligheterna 2 och 3 vara 1 g. 2(a) Ett NPK-gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat eller delvis lösliga råfosfater skall vara fritt från Thomasfosfat, kalcinerat fosfat och aluminiumkalciumfosfat. Det skall deklareras enligt lösligheterna 1, 3 och 4 Denna typ av gödselmedel skall innehålla: — minst 2 % P_2O_5 enbart löslig i mineralsyror (löslighet 4) — minst 5 % P_2O_5 löslig i vatten och neutralt ammoniumcitrat (löslighet 3) — minst 2,5 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1) Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”NPK-gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat” eller ”NPK-gödselmedel som innehåller delvis lösligt råfosfat”. För denna typ 2a skall det uttagna provet för fastställande av löslighet 3 vara 3 g.	

1	2	3	4	5	6

Partikelstorlek i de fosfatråvaror som ingår:

Thomasslagg: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm
Aluminiumkalciumfosfat:
minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm
Kalcinerat fosfat: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm
Mjuka malda råfosfater: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,063 mm
Delvis lösligt råfosfat: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm

2(b) Ett NPK-gödselmedel som innehåller aluminiumkalciumfosfat skall vara fritt från Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, mjukt malet råfosfat och delvis lösligt råfosfat.

Medlet skall deklareras enligt lösligheterna 1 och 7, i det senare fallet efter avdrag för löslighet i vatten.

Denna typ av gödselmedel skall innehålla:

— minst 2 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1);
— minst 5 % P_2O_5 (löslighet 7)

Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”NPK-gödselmedel som innehåller aluminiumkalciumfosfat”.

3. För NPK-gödselmedel som innehåller endast en av följande typer av fosforgödselmedel: Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, mjukt malet råfosfat, skall typbeteckningen följas av en uppgift som anger typen av ingående fosfat.

Uppgiften om P_2O_5-lösligheten skall anges enligt följande lösligheter:

— För gödselmedel baserade på Thomasfosfat: löslighet 6a (Frankrike, Italien, Spanien, Portugal, Grekland ►**M1** , Tjeckien, Estland, Cypern, Lettland, Litauen, Ungern, Malta, Polen, Slovenien,

▼B

1	2	3	4	5	6
				Slovakien, ◄ ►M3 Bulgarien och Rumänien ◄), 6b (Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxemburg, Nederländerna, Storbritannien och Österrike). — För gödselmedel baserade på kalcinerat fosfat: löslighet 5. — För gödselmedel baserade på aluminiumkalciumfosfat: löslighet 7. — För gödselmedel baserade på mjukt, malet råfosfat: löslighet 8.	

B.1.2	Typbeteckning:	NPK-gödselmedel innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (beroende på omständigheterna)
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung och innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 20 % ($N + P_2O_5 + K_2O$), — För varje näringsämne: — 5 % N. Minst ¼ av den deklarerade halten totalkväve skall komma från kväveformerna 5, 6 eller 7. Minst 3/5 av den deklarerade kvävehalten 7 skall vara löslig i varmt vatten, — 5 % P_2O_5, — 5 % K_2O.

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Kväve från krotonylidendiurea (6) Kväve från isobutylidendiurea (7) Kväve från ureaformaldehyd (8) Kväve från ureaformaldehyd som bara är lösligt i varmt vatten (9) Kväve från ureaformaldehyd som är lösligt i kallt vatten	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten	Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges (3) Någon av kväveformerna 5–7. Kväveform 7 skall anges som kväveform 8 och 9	Ett NPK-gödselmedel fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, delvis lösligt råfosfat och mjukt malet råfosfat skall deklareras enligt lösligheterna 1, 2 eller 3: — När vattenlöslig P_2O_5inte uppgår till 2 % skall endast löslighet 2 anges. — När vattenlöslig P_2O_5är minst 2 % skall löslighet 3 anges. Dessutom skall den vattenlösliga P_2O_5-halten anges (löslighet 1). Halten av P_2O_5 som är löslig enbart i mineralsyror får inte överstiga 2 %. Provmängd för bestämning av löslighet 2 och 3 skall vara 1 g.	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till en maximihalt av 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

B.2 *NP-gödselmedel*

B.2.1	Typbeteckning:	NP-gödselmedel
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg eller genom blandning utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + P_2O_5) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % P_2O_5

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Cyamidkväve	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5löslig i neutralt ammoniumcitrat och i vatten (4) P_2O_5löslig enbart i mineralsyror (5) P_2O_5löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Petermann) (6a) P_2O_5löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 %-ig citronsyra (6b) P_2O_5löslig i 2 % citronsyra (7) P_2O_5löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Joulie)		(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–5 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges	1. Ett NP-gödselmedel fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, delvis lösligt råfosfat och mjukt malet råfosfat skall deklareras enligt lösligheterna 1, 2 eller 3: — när vattenlöslig P_2O_5 inte uppgår till 2 % skall endast löslighet 2 anges, — när vattenlöslig P_2O_5är minst 2 % skall löslighet 3 anges. Dessutom skall den vattenlösliga P_2O_5-halten anges (löslighet 1). Halten av P_2O_5 som är löslig enbart i mineralsyror får inte överskrida 2 %.	

1	2	3	4	5	6
	(8) P_2O_5löslig i mineralsyror, varav minst 55 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 % myrsyra			För denna typ 1 skall det uttagna provet för fastställande av lösligheterna 2 och 3 vara 1 g. 2(a) Ett NP-gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat eller delvis lösliga råfosfater skall vara fritt från Thomasfosfat, kalcinerat fosfat och aluminiumkalciumfosfat. Det skall deklareras enligt lösligheterna 1, 3 och 4. Denna typ av gödselmdel skall innehålla: — minst 2 % P_2O_5 enbart löslig i mineralsyror (löslighet 4) — minst 5 % P_2O_5 löslig i vatten och neutralt ammoniumcitrat (löslighet 3) — minst 2,5 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1). Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”NP gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat” eller ”NP-gödselmedel som innehåller delvis lösligt råfosfat”. För denna typ 2a skall det uttagna provet för fastställande av löslighet 3 vara 3 g.	
Partikelstorlek i de fosfatråvaror som ingår: Thomasslagg: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm Aluminiumkalciumfosfat: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm Kalcinerat fosfat: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm Mjuka malda råfosfater: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,063 mm Delvis lösligt råfosfat: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm				2(b) Ett NP-gödselmedel som innehåller aluminiumkalciumfosfat skall vara fritt från Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, mjukt malet råfosfat och delvis lösligt råfosfat. Medlet skall deklareras enligt lösligheterna 1 och 7, i det senare fallet efter avdrag för löslighet i vatten. Denna typ av gödselmedel skall innehålla: — minst 2 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1)	

1	2	3	4	5	6
				— minst 5 % P_2O_5 enligt löslighet 7. Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”NP-gödselmedel som innehåller aluminiumkalciumfosfat”. 3. För NP-gödselmedel som innehåller endast en av följande typer av fosforgödselmedel: Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, mjukt malet råfosfat, skall typbeteckningen följas av en uppgift som anger typen av ingående fosfat. Uppgiften om P_2O_5-lösligheten skall anges enligt följande lösligheter: — För gödselmedel baserade på Thomasfosfat: löslighet 6a (Frankrike, Italien, Spanien, Portugal, Grekland ►**M1** , Tjeckien, Estland, Cypern, Lettland, Litauen, Ungern, Malta, Polen, Slovenien,Slovakien, ◄ ►**M3** Bulgarien och Rumänien ◄), 6b (Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxemburg, Nederländerna, Storbritannien och Österrike). — För gödselmedel baserade på kalcinerat fosfat: löslighet 5. — För gödselmedel baserade på aluminiumkalciumfosfat: löslighet 7. — För gödselmedel baserade på mjukt, malet råfosfat: löslighet 8.	

B.2.2	Typbeteckning:	NP-gödselmedel innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (beroende på omständigheterna)
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung och innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + P_2O_5) — För varje näringsämne: — 5 % N. Minst 1/4 av den deklarerade halten totalkväve skall komma från kväveformerna 5, 6 eller 7. Minst 3/5 av den deklarerade kvävehalten 7 skall vara löslig i varmt vatten. — 5 % P_2O_5.

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Kväve från krotonylidendiurea (6) Kväve från isobutylidendiurea (7) Kväve från ureaformaldehyd (8) Kväve från ureaformaldehyd som bara är lösligt i varmt vatten (9) Kväve från ureaformaldehyd som är lösligt i kallt vatten	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten		(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2-4 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges (3) Någon av kväveformerna 5–7. Kväveform 7 skall anges som kväveform 8 och 9.	Ett NP-gödselmedel fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, delvist löst råfosfat och mjukt malet råfosfat skall deklareras enligt lösligheterna 1, 2 eller 3: — När vattenlöslig P_2O_5 inte uppgår till 2 % skall endast löslighet 2 anges. — När vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 % skall löslighet 3 anges. Dessutom skall den vattenlösliga P_2O_5-halten anges (löslighet 1). Halten av P_2O_5 som är löslig enbart i mineralsyror får inte överstiga 2 %. Provmängd för bestämning av löslighet 2 och 3 skall vara 1 g.	

▼B

B.3 *NK-gödselmedel*

B.3.1	Typbeteckning:	NK-gödselmedel
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg eller genom blandning utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % ($N + K_2O$) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % K_2O

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Cyamidkväve		Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–5 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges		(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till en maximihalt av 2 % Cl. (3) Klorhalten får deklareras.

▼B

B.3.2	Typbeteckning:	NK-gödselmedel innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd (beroende på omständigheterna)
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung och innehållande krotonylidendiurea eller isobutylidendiurea eller ureaformaldehyd
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + K_2O) — För varje näringsämne — 5 % N Minst 1/4 av den deklarerade halten totalkväve skall komma från kväveformerna 5, 6 eller 7. Minst 3/5 av den deklarerade kvävehalten 7 skall vara löslig i varmt vatten. — 5 % K_2O

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve (5) Kväve från krotonylidendiurea (6) Kväve från isobutylidendiurea (7) Kväve från ureaformaldehyd (8) Kväve från ureaformaldehyd som bara är lösligt i varmt vatten (9) Kväve från ureaformaldehyd som är lösligt i kallt vatten		Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 uppgår till minst 1 massprocent skall detta anges. (3) Någon av kväveformerna 5–7. Kväveform 7 skall anges som kväveform 8 och 9.		(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till en maximihalt av 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

B.4 *PK-gödselmedel*

Typbeteckning:	PK-gödselmedel
Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt framställd på kemisk väg eller genom blandning utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — För varje näringsämne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identifiering av gödselmedlen Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) $P_2P_2O_5$ löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten (4) P_2O_5 löslig enbart i mineralsyror (5) P_2O_5 löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Petermann) (6a) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 %-ig citronsyra (6b) P_2O_5 löslig i 2 %-ig citronsyra (7) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 75 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat (Joulie)	Vattenlöslig K_2O		1. Ett PK-gödselmedel fritt från Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, delvis lösligt råfosfat och mjukt malet råfosfat skall deklareras enligt lösligheterna 1, 2 eller 3: — när vattenlöslig P_2O_5 inte uppgår till 2 % skall endast löslighet 2 anges — när vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 % skall löslighet 3 anges. Dessutom skall den vattenlösliga P_2O_5-halten anges (löslighet 1). Halten av P_2O_5 som är löslig enbart i mineralsyror får inte överstiga 2 %.	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till en maximihalt av 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

1	2	3	4	5	6
	(8) P_2O_5 löslig i mineralsyror, varav minst 55 % av den angivna P_2O_5-halten är löslig i 2 % myrsyra			För denna typ 1 skall det uttagna provet för fastställande av lösligheterna 2 och 3 vara 1 g. 2(a) Ett PK-gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat eller delvis lösliga råfosfater skall vara fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat och aluminiumkalciumfosfat. Det skall deklareras enligt lösligheterna 1, 3 och 4. Denna typ av gödselmedel skall innehålla: — minst 2 % P_2O_5 enbart löslig i mineralsyror (löslighet 4), — minst 5 % P_2O_5 löslig i vatten och neutralt ammoniumcitrat (löslighet 3) — minst 2,5 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1). Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”PK-gödselmedel som innehåller mjukt malet råfosfat” eller ”PK-gödselmedel som innehåller delvis lösligt råfosfat”. För denna typ 2a skall provmängden för fastställande av löslighet 3 vara 3 g.	
Partikelstorlek i de fosfatråvaror som ingår: Thomasslagg: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0.160 mm Aluminiumkalciumfosfat: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm Kalcinerat fosfat: minst 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm Mjuka malda råfosfater: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,063 mm Delvis lösligt råfosfat: minst 90 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,160 mm				2(b) Ett PK-gödselmedel som innehåller aluminiumkalcium-fosfat skall vara fritt från Thomasslagg, kalcinerat fosfat och delvis lösligt råfosfat. Medlet skall deklareras enligt lösligheterna 1 och 7, i det senare fallet efter avdrag för löslighet i vatten. Denna typ av gödselmedel skall innehålla: — minst 2 % vattenlöslig P_2O_5 (löslighet 1),	

1	2	3	4	5	6
				— minst 5 % P_2O_5 enligt löslighet 7. Denna typ av gödselmedel skall marknadsföras under beteckningen ”PK-gödselmedel som innehåller aluminiumkalciumfosfat”. 3. För PK-gödselmedel som innehåller endast en av följande typer av fosforgödselmedel: Thomasfosfat, kalcinerat fosfat, aluminiumkalciumfosfat, mjukt malet råfosfat, skall typbeteckningen följas av en uppgift som anger typen av ingående fosfat. Uppgiften om P_2O_5-lösligheten skall anges enligt följande lösligheter: — För gödselmedel baserade på Thomasslagg: löslighet 6a (Frankrike, Italien, Spanien, Portugal, Grekland ►M1 , Tjeckien, Estland, Cypern, Lettland, Litauen, Ungern, Malta, Polen, Slovenien,Slovakien, ◄ ►M3 Bulgarien och Rumänien ◄), 6b (Tyskland, Belgien, Danmark, Irland, Luxemburg, Nederländerna, Förenade kungariket och Österrike). — För gödselmedel baserade på kalcinerat fosfat: löslighet 5. — För gödselmedel baserade på aluminiumkalciumfosfat: löslighet 7. — För gödselmedel baserade på mjukt, malet råfosfat: löslighet 8.	

▼B

C. **Oorganiska flytande gödselmedel**

C.1 *Enkla flytande gödselmedel*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (masspro-cent) Uppgifter om hur näringsämnena skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Flytande kvävegödselmedel	Kemiskt framställd produkt som löses upp i vatten, i stabil form vid atmosfäriskt tryck, utan tillsats av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung	15 % N Kväve uttryckt som totalkväve, eller om endast en form förekommer, som nitratkväve, ammoniumkväve eller ureakväve Maximal biurethalt: urea-N × 0,026		Totalkväve och, för varje form som uppgår till inte mindre än 1 %, som nitratkväve, ammoniumkväve och/eller ureakväve. Om biurethalten är lägre än 0,2 % får orden ”låg biurethalt” läggas till.
2	Ammoniumnitrat och ureagödselmedelslösning (UAN-lösning)	Kemiskt framställd produkt som lösts upp i vatten, innehållande ammoniumnitrat och urea	26 % N Kväve uttryckt som totalkväve där ureahalten uppgår till ungefär hälften av allt förekommande kväve. Maximalbiurethalt: 0,5 %		Totalkväve Nitratkväve, ammoniumkväve och ureakväve. Om biurethalten är lägre än 0,2 % får orden ”låg biurethalt” läggas till.
3	Kalciumnitratlösning	Produkt framställd genom upplösning av kalciumnitrat i vatten	8 % N Kväve uttryckt som nitratkväve med högst 1 % som ammoniumkväve Kalcium uttryckt som vattenlöslig CaO	Typbeteckningen får åtföljas av en av följande uppgifter: — för bladbesprutning — för framställning av näringslösningar — för gödselbevattning	Totalkväve Vattenlöslig kalciumoxid vid något av de användningsområden som anges i spalt 5 Valfritt: — Nitratkväve — ammoniumkväve

▼B

1	2	3	4	5	6
4	Magnesiumnitratlösning	Produkt som framställs kemiskt och genom upplösning av magnesiumnitrat i vatten	6 % N Kväve uttryckt som nitratkväve 9 % MgO Magnesium uttryckt som vattenlöslig magnesiumoxid Lägsta pH-värde: 4		Nitratkväve Vattenlöslig magnesiumoxid
5	Suspension av kalciumnitrat	Produkt framställd genom suspension av kalciumnitrat i vatten	8 % N Kväve uttryckt som totalkväve eller som nitratkväve och ammoniumkväve Maximihalt ammoniumkväve: 1,0 % 14 % CaO Kalcium uttryckt som vattenlöslig CaO	Typbeteckningen får åtföljas av en av följande uppgifter: — för bladbesprutning — för framställning av näringslösningar och suspensioner — för gödselbevattning	Totalkväve Nitratkväve Vattenlöslig kalciumoxid för användningsområde som anges i spalt 5
6	Flytande kvävegödselmedel med ureaformaldhyd	Kemiskt framställd produkt eller produkt erhållen genom upplösning i vatten av ureaformaldehyd och ett kvävegödselmedel från A-1-förteckningen i denna förordning, utom produkterna 3 a, 3 b och 5	18 % N uttryckt som totalkväve Minst en tredjedel av den redovisade totalkvävehalten måste härröra från ureaformaldehyd Maximalhalt biuret: (urea-N + ureaformaldehyd-N) × 0,026 %		Totalkväve För varje form som uppgår till minst 1 %: — nitratkväve — ammoniumkväve — ureakväve Kväve från ureaformaldehyd

▼B

1	2	3	4	5	6
7	Suspension av kvävegödselmedel med ureaformaldhyd	Kemiskt framställd produkt eller produkt erhållen genom suspension i vatten av ureaformaldehyd och ett kvävegödselmedel från A-1-förteckningen i detta direktiv, utom produkterna 3 a, 3 b och 5	18 % N uttryckt som totalkväve Minst en tredjedel av den redovisade totalkvävehalten måste härröra från ureaformaldehyd, och därav måste minst tre femtedelar vara lösligt i varmt vatten Maximalhalt biuret: (urea-N + ureaformaldehyd-N) × 0,026		Totalkväve För varje form som uppgår till minst 1 %: — nitratkväve — ammoniumkväve — ureakväve Kväve från ureaformaldehyd Kväve från ureaformaldehyd, som är lösligt i kallt vatten Kväve från ureaformaldehyd, som bara är lösligt i varmt vatten

C.2 *Sammansatta flytande gödselmedel*

C.2.1	Typbeteckning:	NPK-gödselmedel
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Kemiskt framställd produkt upplöst i vatten, i stabil form vid atmosfäriskt tryck, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) och övriga krav:	— Totalt: 15 %, ($N + P_2O_5 + K_2O$) — För varje näringsämne: 2 % N, 3 % P_2O_5, 3 % K_2O — Maximal biurethalt: Urea N × 0,026

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve	Vattenlöslig P_2O_5	Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 % massprocent, skall detta deklareras. (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 % får orden ”låg biurethalt” läggas till.	Vattenlöslig P_2O_5	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

C.2.2	Typbeteckning:	NPK-gödselmedel i suspension
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt i vätskeform, i vilken näringsämnena härleds från ämnen såväl suspenderade i vatten som i lösning, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) och övriga krav:	— Totalt: 20 % (N + P_2O_5 + K_2O) — För varje näringsämne: 3 % N, 4 % P_2O_5, 4 % K_2O — Maximal biurethalt: Urea-N × 0,026

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten	Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 viktprocent, skall detta deklareras (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 % får orden ”låg biurethalt” läggas till	Gödselmedlen får ej innehålla Thomasslagg, aluminiumkalciumfosfat, kalcinerade fosfater, delvis upplösta fosfater eller råfosfater (1) Om vattenlöslig P_2O_5 är mindre än 2 %, skall enbart löslighet 2 anges (2) Om vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 %, skall löslighet 3 och den vattenlösliga P_2O_5-halten anges.	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

C.2.3	Typbeteckning	NP-gödselmedelslösning
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Kemiskt framställd produkt upplöst i vatten, i stabil form vid atmosfäriskt tryck, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + P_2O_5) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maximal biurethalt: Urea-N × 0,026

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve	Vattenlöslig P_2O_5		(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 massprocent, skall detta deklareras. (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 %, får orden ”låg biurethalt” läggas till.	Vattenlöslig P_2O_5	

C.2.4	Typbeteckning:	NP-gödselmedel i suspension
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt i vätskeform, i vilken näringsämnena härleds från ämnen såväl suspenderade i vatten som i lösning, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + P_2O_5) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % P_2O_5 — Maximal biurethalt: Urea-N × 0,026

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten		(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 massprocent, skall detta deklareras. (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 %, får orden ”låg biurethalt” läggas till.	(1) Om vattenlöslig P_2O_5 är mindre än 2 % skall enbart löslighet 2 anges. (2) Om vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 % skall löslighet 3 och den vattenlösliga P_2O_5-halten anges. Gödselmedlen får ej innehålla Thomasslagg, aluminiumkalciumfosfat, kalcinerade fosfater, delvis upplösta fosfater eller råfosfater.	

C.2.5	Typbeteckning:	NK-gödselmedelslösning
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Kemiskt framställd produkt upplöst i vatten, i stabil form vid atmosfäriskt tryck, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 15 % (N + K_2O) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % K_2O — Maximal biurethalt: Urea-N × 0,026

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Totalkväve (3) Nitratkväve (4) Ammoniumkväve		Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 massprocent, skall detta deklareras. (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 %, får orden ”låg biurethalt” läggas till.		(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

C.2.6	Typbeteckning:	NK-gödselmedel i suspension
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt i vätskeform, i vilken näringsämnena härleds från ämnen såväl suspenderade i vatten som i lösning, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (N + K_2O) — För varje näringsämne: 3 % N, 5 % K_2O — Maximal biurethalt: Urea-N × 0,026

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
(1) Totalkväve (2) Nitratkväve (3) Ammoniumkväve (4) Ureakväve		Vattenlöslig K_2O	(1) Totalkväve (2) Om någon av kväveformerna 2–4 överskrider 1 massprocent, skall detta deklareras. (3) Om biurethalten är lägre än 0,2 %, får orden ”låg biurethalt” läggas till.		(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

C.2.7	Typbeteckning:	PK-gödselmedelslösning
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Kemiskt framställd produkt upplöst i vatten, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — För varje näringsämne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O.

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	Vattenlöslig P_2O_5	Vattenlöslig K_2O		Vattenlöslig P_2O_5	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

C.2.8	Typbeteckning:	PK-gödselmedel i suspension
	Uppgifter om tillverkningsmetod:	Produkt i vätskeform, i vilken näringsämnena härleds från ämnen såväl suspenderade i vatten som i lösning, utan tillsatser av organiska näringsämnen av animaliskt eller vegetabiliskt ursprung
	Minimihalt av näringsämnen (massprocent):	— Totalt: 18 % (P_2O_5 + K_2O) — För varje näringsämne: 5 % P_2O_5, 5 % K_2O

▼B

Form, löslighet och näringsinnehåll som skall redovisas enligt vad som anges i spalterna 4, 5 och 6 Partikelstorlek			Uppgifter för identfiering av gödselmedel Övriga krav		
N	P_2O_5	K_2O	N	P_2O_5	K_2O
1	2	3	4	5	6
	(1) Vattenlöslig P_2O_5 (2) P_2O_5 löslig i neutralt ammoniumcitrat (3) P_2O_5löslig i neutralt ammoniumcitrat och vatten	Vattenlöslig K_2O		(1) Om vattenlöslig P_2O_5 är mindre än 2 % skall enbart löslighet 2 deklareras. (2) Om vattenlöslig P_2O_5 är minst 2 % skall löslighet 3 och den vattenlösliga P_2O_5-halten deklareras. Gödselmedlen får ej innehålla Thomasslagg, aluminiumkalciumfosfat, kalcinerade fosfater, delvis upplösta fosfater eller råfosfater.	(1) Vattenlöslig kaliumoxid (2) Uppgiften ”klorfattig” är kopplad till maximihalten 2 % Cl. (3) Klorhalten får anges.

▼B

D. **Oorganiska gödselmedel som innehåller sekundära makronäringsämnen**

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1	Kalciumfosfat	Naturlig eller industriellt framställd produkt, innehållande kalciumsulfat i olika grader av hydratisering	25 % CaO 35 % SO_3 Kalcium och svavel uttryckt som totalt CaO + SO_3 totalt Malningsgrad: — minst 80 % passerar genom en sikt med 2 mm maskstorlek — minst 99 % passerar genom en sikt med 10 mm maskstorlek	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Svaveltrioxid totalt Valfritt: CaO totalt
2	Lösning av kalciumklorid	Industriell framställd lösning av kalciumklorid	12 % CaO Kalcium uttryckt som vattenlösligt CaO		Kalciumoxid Valfritt: För besprutning av växter
3	Rent svavel	Renad naturprodukt eller industriellt framställd produkt	98 % S (245 %: SO_3) Svavel uttryckt som totalt SO_3 total		Svaveltrioxid totalt
4	Kieserit	Produkt av mineraliskt ursprung, innehållande monohydratiserat magnesiumsulfat som huvudsaklig beståndsdel	24 % MgO 45 % SO_3 Magnesium och svavel uttryckta som vattenlöslig magnesiumoxid och svaveltrioxid	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig magnesiumoxid Valfritt: vattenlöslig svaveltrioxid

▼B

1	2	3	4	5	6
5	Magnesiumsulfat	Produkt innehållande heptahydratiserat magnesiumsulfat som huvudsaklig beståndsdel	15 % MgO 28 % SO_3 Magnesium och svavel uttryckta som vattenlöslig magnesiumoxid och svaveltrioxid	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig magnesiumoxid Valfritt: vattenlöslig svaveltrioxid
5.1	Magnesiumsulfatlösning	Produkt erhållen genom upplösning i vatten av industriellt framställd magnesiumsulfat	5 % MgO 10 % SO_3 Magnesium och svavel uttryckt som vattenlöslig magnesiumoxid och vattenlöslig svaveltrioxid	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig magnesiumoxid Valfritt: vattenlöslig svaveltrioxid
5.2	Magnesiumhydroxid	Kemiskt framställd produkt innehållande magnesiumhydroxid som huvudbeståndsdel	60 % MgO Partikelstorlek: minst 99 % passerar genom en sikt med en maskstorlek av 0,063 mm		Magnesiumoxid totalt
5.3	Suspension av magnesiumhydroxid	Produkt framställd genom suspension av typ 5.2	24 % MgO		Magnesiumoxid totalt
6	Lösning av magnesiumklorid	Produkt erhållen genom upplösning av industriellt framställd magnesiumklorid	13 % MgO Magnesium uttryckt som magnesiumoxid Maximihalt av kalcium: 3 % CaO		Magnesiumoxid

▼B

E. **Oorganiska gödselmedel som innehåller mikronäringsämnen**

Förklaring: Följande anmärkningar gäller hela del E:

Anmärkning 1: En kelatbildare får betecknas med sina initialer enligt beskrivningen i E.3

Anmärkning 2: Om produkten inte kvarlämnar något fast restmaterial efter att ha lösts upp i vatten får den beskrivas som ”för upplösning”

Anmärkning 3: Om ett mikronäringsämne förekommer såsom kelat, skall det pH-område inom vilket kelatet har godtagbar stabilitet anges.

E.1 *Gödselmedel med ett mikronäringsämne*

E.1.1 *Bor*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (masspro-cent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
1 (a)	Borsyra	Produkt som erhålls genom reak-tion mellan en syra och ett borat	14 % vattenlöslig B	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig bor (B)
1 (b)	Natriumborat	Kemiskt framställd produkt med natriumborat som väsentlig be-ståndsdel	10 % vattenlöslig B	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Vattenlöslig bor (B)
1 (c)	Kalciumborat	Produkt framställd av kolemanit eller pandermit med kalciumborat som väsentlig beståndsdel	7 % total B Partikelstorlek: minst 98 % passe-rar genom en sikt med maskstor-lek 0,063 mm	Vanliga handelsbeteckningar får läggas till	Bor totalt (B)
1 (d)	Boretanolamin	Produkt framställd genom reak-tion mellan borsyra och en etano-lamin	8 % vattenlöslig B		Vattenlöslig bor (B)

▼B

1	2	3	4	5	6
1 (e)	Borhaltigt gödselmedel i lösning	Produkt framställd genom upplösning av typerna 1(a), 1(b) och/eller 1(d)	2 % vattenlöslig B	Beteckningen skall innehålla namn på de ingående beståndsdelarna	Vattenlöslig bor (B)
1 (f)	Borhaltigt gödselmedel i suspension	Produkt framställd genom suspension av typerna 1(a), 1(b) och/eller 1(d) i vatten	2 % vattenlöslig B	Beteckningen skall innehålla namn på de ingående beståndsdelarna	Vattenlöslig bor (B)

E.1.2 *Kobolt*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
2 (a)	Koboltsalt	Kemiskt framställd produkt med mineralsalt av kobolt som väsentlig beståndsdel	19 % vattenlöslig Co	Beteckningen skall innehålla namnet på den oorganiska anjonen	Vattenlöslig kobolt (Co)
2 (b)	Koboltkelat	Produkt framställd genom kemisk kombinering mellan kobolt och en kelatbildare	2 % vattenlöslig Co, varav minst 8/10 av det deklarerade värdet har kelaterats	Typ av kelatbildare	Vattenlöslig kobolt (Co) Kelaterad kobolt (Co)
2 (c)	Gödselmedelslösning innehållande kobolt	Produkt som framställts genom upplösning av typerna 2(a) och/eller 2(b) i vatten	2 % vattenlöslig Co	Beteckningen skall innehålla: (1) namn på oorganiska anjoner och (2) typ av kelatbildare	Vattenlöslig kobolt (Co) Kelaterad kobolt (Co) om tillämpligt

▼B

E.1.3 *Koppar*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
3 (a)	Kopparsalt	Kemiskt framställd produkt med oorganiskt salt av koppar som väsentlig beståndsdel	20 % vattenlöslig Cu	Beteckningen skall innehålla namnet på den oorganiska anjonen	Vattenlöslig koppar (Cu)
3 (b)	Kopparoxid	Kemiskt framställd produkt med kopparoxid som väsentlig beståndsdel	70 % total Cu Partikelstorlek: minst 98 % passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm		Koppar totalt (Cu)
3 (c)	Kopparhydroxid	Kemiskt framställd produkt med kopparhydroxid som väsentlig beståndsdel	45 % total Cu Partikelstorlek: minst 98 % passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm		Koppar totalt (Cu)
3 (d)	Kopparkelat	Vattenlöslig produkt framställd genom kemisk kombinering av koppar med en kelatbildare	9 % vattenlöslig Cu, varav minst 8/10 av det deklarerade värdet har kelaterats	Typ av kelatbildare	Vattenlöslig koppar (Cu) Kelaterad koppar (Cu)
3 (e)	Kopparbaserat gödselmedel	Produkt framställd genom blandning av typerna 3(a), 3(b), 3(c) och/eller 3(d) och om så behövs ett fyllnads-medel som varken är giftigt eller innehåller näringsämnen	5 % totalt Cu	Beteckningen skall innehålla: (1) namn på kopparkomponenterna (2) typ av kelatbildare, om sådan finns	Koppar totalt (Cu) Vattenlöslig koppar (Cu) om denna utgör minst en fjärdedel av all koppar Kelaterad koppar (Cu) om tillämpligt

▼B

1	2	3	4	5	6
3 (f)	Gödselmedelslösning innehållande koppar	Produkt framställd genom upplösning av typerna 3(a) och/eller 3(d) i vatten	3 % vattenlöslig Cu	Beteckningen skall innehålla: (1) namn på oorganiska anjoner (2) typ av kelatbildare	Vattenlöslig koppar (Cu) Kelaterad koppar (Cu) om tillämpligt
3 (g)	Kopparoxyklorid	Kemiskt framställd produkt med kopparoxyklorid [$Cu_2Cl(OH)_3$] som väsentlig beståndsdel	50 % total Cu Partikelstorlek: minst 98 % passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm		Koppar totalt (Cu)
3 (h)	Suspension av kopparoxyklorid	Produkt erhållen genom suspension av typ 3 g	17 % totalt Cu		Koppar totalt (Cu)

▼M4

E.1.4 *Järn*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnena skall uttryckas Övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Andra kriterier
1	2	3	4	5	6
4a	Järnsalt	Kemiskt framställd produkt med oorganiskt järnsalt som väsentlig beståndsdel	12 % vattenlösligt Fe	Beteckningen skall innehålla namnet på den oorganiska anjonen	Vattenlösligt järn (Fe)

▼M4

1	2	3	4	5	6
4b	Järnkelat	Vattenlöslig produkt framställd genom kemisk reaktion med järn med kelatbildare upptagna i förteckningen i avsnitt E.3 i bilaga I	5 % vattenlösligt järn varav den kelaterade andelen är minst 80 % och minst 50 % av det vattenlösliga järnet är bundet till den eller de angivna kelatbildarna	Namnet på var och en av de kelatbildare som nämns i förteckningen i avsnitt E.3.1 i bilaga I och som binder minst 1 % vattenlösligt järn	Vattenlösligt järn (Fe) Järn (Fe) bundet till varje kelatbildare som anges i typbeteckningen och som kan identifieras och kvantifieras enligt en europisk standard
4c	Gödselmedelslösning innehållande järn	Produkt framställd genom upplösning av en eller flera av typerna 4a och eventuellt en av typerna 4b i vatten	2 % vattenlösligt Fe	Beteckningen skall innehålla 1. namn på oorganiska anjoner, 2. namn på eventuella kelatbildare som binder minst 1 % av det vattenlösliga järnet (Fe)	Vattenlösligt järn (Fe) Kelaterat järn (Fe) om sådant förekommer Järn (Fe) bundet till varje kelatbildare som anges i typbeteckningen och som kan identifieras och kvantifieras enligt en europeisk standard

▼B

E.1.5 *Mangan*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
5 (a)	Mangansalt	Kemiskt framställd produkt med oorganiskt salt av mangan (Mn II) som väsentlig beståndsdel	17 % vattenlösligt Mn	Beteckningen skall innehålla namnet på den kombinerade anjonen	Vattenlösligt mangan (Mn)
5 (b)	Mangankelat	Vattenlöslig produkt framställd genom kemisk kombinering av mangan med kelatbildare	5 % vattenlösligt Mn, varav minst 8/10 av det deklarerade värdet har kelaterats	Typ av kelatbildare	Vattenlösligt mangan (Mn) Kelaterat mangan (Mn)

▼B

1	2	3	4	5	6
5 (c)	Manganoxid	Kemiskt framställd produkt med manganoxider som väsentliga beståndsdelar	40 % total Mn Partikelstorlek: minst 80 % passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm		Mangan totalt (Mn)
5 (d)	Manganbaserat gödselmedel	Produkt framställd genom blandning av typerna 5(a) och 5(c)	17 % totalt Mn	Beteckningen skall innehålla namn på mangankomponenterna	Mangan totalt (Mn) Vattenlösligt mangan (Mn) om detta utgör minst 1/4 av allt mangan
5 (e)	Manganbaserad gödselmedelslösning	Produkt framställd genom upplösning av typerna 5(a) och/eller 5(b) i vatten	3 % vattenlösligt Mn	Beteckningen skall innehålla: (1) namn på oorganiska anjoner (2) typ av kelatbildare, om tillämpligt	Vattenlösligt mangan (Mn) Kelaterat mangan (Mn) om tillämpligt

E.1.6 *Molybden*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
6 (a)	Natriummolybdat	Kemiskt framställd produkt med natriummolybdat som väsentlig beståndsdel	35 % vattenlösligt Mo		Vattenlösligt molybden (Mo)

▼B

1	2	3	4	5	6
6 (b)	Ammoniummolybdat	Kemiskt framställd produkt med ammoniummolybdat som väsentlig beståndsdel	50 % vattenlösligt Mo		Vattenlösligt molybden (Mo)
6 (c)	Molybdenbaserat gödselmedel	Produkt framställd genom blandning av typerna 6 (a) och 6 (b)	35 % vattenlösligt Mo	Beteckningen skall innehålla namnet på molybdenkomponenterna	Vattenlösligt molybden (Mo)
6 (d)	Molybdenbaserad gödselmedelslösning	Produkt framställd genom upplösning av typerna 6 (a) och/eller 6 (b) i vatten	3 % vattenlösligt Mo	Beteckningen skall innehålla namnet på molybdenkomponenterna	Vattenlösligt molybden (Mo)

E.1.7 *Zink*

Nr	Typbeteckning	Uppgifter om tillverkningsmetod och huvudbeståndsdelar	Minimihalt av näringsämnen (massprocent) Uppgifter om hur näringsämnen skall uttryckas och övriga krav	Övriga uppgifter om typbeteckningen	Näringsinnehåll som skall redovisas Näringsämnenas form och löslighet Övriga kriterier
1	2	3	4	5	6
7 (a)	Zinksalt	Kemiskt framställd produkt med oorganiskt salt av zink som väsentlig beståndsdel	15 % vattenlöslig Zn	Beteckningen skall innehålla namnet på den oorganiska anjonen	Vattenlöslig zink (Zn)
7 (b)	Zinkkelat	Produkt framställd genom kemisk kombinering av zink och en kelatbildare	5 % vattenlöslig Zn, varav minst 8/10 av det deklarerade värdet har kelaterats	Typ av kelatbildare	Vattenlöslig zink (Zn) Kelaterad zink (Zn)
7 (c)	Zinkoxid	Kemiskt framställd produkt med zinkoxid som väsentlig beståndsdel	70 % totalt Zn Partikelstorlek: minst 80 % passerar genom en sikt med maskstorlek 0,063 mm		Zink totalt (Zn)

▼B

1	2	3	4	5	6
7 (d)	Zinkbaserat gödselmedel	Produkt framställd genom en blandning av typerna 7 (a) och 7 (c)	30 % total Zn	Beteckningen skall innehålla namnet på de förekommande zinkkomponenterna	Zink totalt (Zn) Vattenlöslig zink (Zn) om denna utgör minst 1/4 av all zink (Zn)
7 (e)	Zinkbaserad gödselmedelslösning	Produkt som erhållits genom upplösning av typerna 7 (a) och/eller 7 (b) i vatten	3 % vattenlöslig Zn	Beteckningen skall innehålla: (1) namn på oorganiska anjoner (2) typ av kelatbildare, om tillämpligt	Vattenlöslig zink (Zn) Kelaterad zink (Zn)

▼B

E.2 *Minsta halt av mikronäringsämnen*

E.2.1 *Fasta eller flytande blandningar av gödselmedel som innehåller mikronäringsämnen*

	Där mikronäringsämnet förekommer i en form som är	
	enbart organiskt salt	kelaterad eller komplex
För ett mikronäringsämne:		
Bor (B)	0,2	0,2
Kobolt (Co)	0,02	0,02
Koppar (Cu)	0,5	0,1
Järn (Fe)	2,0	0,3
Mangan (Mn)	0,5	0,1
Molybden(Mo)	0,02	—
Zink (Zn)	0,5	0,1

Minimihalt av mikronäringsämnen i blandning i fast form: 5 % massprocent av gödselmedlet.

Minimihalt av mikronäringsämnen i flytande blandning: 2 % massprocent av gödselmedlet.

E.2.2 *EG-gödselmedel innehållande primära makronäringsämnen och/eller sekundära makronäringsämnen med mikronäringsämnen för spridning på marken*

	För jordbruksgrödor	För trädgårdsgrödor
Bor (B)	0,01	0,01
Kobolt (Co)	0,002	—
Koppar (Cu)	0,01	0,002
Järn (Fe)	0,5	0,02
Mangan (Mn)	0,1	0,01
Molybden (Mo)	0,001	0,001
Zink (Zn)	0,01	0,002

E.2.3 *EG-gödselmedel innehållande primära makronäringsämnen och/eller sekundära makronäringsämnen med mikronäringsämnen för sprutning av blad*

Bor (B)	0,010
Kobolt (Co)	0,002
Koppar (Cu)	0,002
Järn (Fe)	0,020
Mangan (Mn)	0,010
Molybd (Mo)	0,001
Zink (Zn)	0,002

▼M4

E.3 *Förteckning över tillåtna organiska kelat- och komplexbildare för mikronäringsämnen*

Följande ämnen är tillåtna förutsatt att motsvarande kelat med näringsämnet uppfyller kraven i rådets direktiv 67/548/EEG ([1]).

E.3.1 *Kelatbildare* ([2])

Syror eller natrium-, kalium- eller ammoniumsalter av:

			Syrans CAS nummer ([3])
etylendiamintetraättiksyra	EDTA	$C_{10}H_{16}O_8N_2$	60-00-4
2-hydroxietyletylendiamintriättiksyra	HEEDTA	$C_{10}H_{18}O_7N_2$	150-39-0
dietylentriaminpentaättiksyra	DTPA	$C_{14}H_{23}O_{10}N_3$	67-43-6
etylendiamin-N,N'-di [(orto-hydroxifenyl)ättiksyra]	[o,o] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	1170-02-1
etylendiamin-N-[(orto-hydroxifenyl)ättiksyra]-N′-[(para-hydroxifenyl) ättiksyra]	[o,p] EDDHA	$C_{18}H_{20}O_6N_2$	475475-49-1
etylendiamin-N,N′-di [(orto-hydroxi-metylfenyl)ättiksyra]	[o,o] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641632-90-8
etylendiamin-N-[(orto-hydroxi-metylfenyl)ättiksyra]-N′-[(para-hydroxi-metylfenyl)ättiksyra]	[o,p] EDDHMA	$C_{20}H_{24}O_6N_2$	641633-41-2
etylendiamin-N,N′-di[(5-karboxi-2-hydroxifenyl) ättiksyra]	EDDCHA	$C_{20}H_{20}O_{10}N_2$	85120-53-2
etylendiamin-N,N′-di[(2-hydroxi-5-sulfofenyl)ättiksyra] och dess kondensationsprodukter	EDDHSA	$C_{18}H_{20}O_{12}N_2S_2$ + n* ($C_{12}H_{14}O_8N_2S$)	57368-07-7 och 642045-40-7

E.3.2 *Komplexbildare:* En förteckning skall sammanställas.

([1]) EGT 196, 16.8.1967, s. 1.
([2]) Kelatbildarna skall identifieras och kvantifieras enligt de europeiska standarder som omfattar kelatbildarna ovan.
([3]) Endast för information.

▼B

BILAGA II

TOLERANSER

Avvikelserna som anges i denna bilaga är negativa värden uttryckta i massprocent.

Som avvikelse från angiven halt av näringsämne i de olika typerna av EG-gödselmedel tillåts följande toleranser:

1. **Oorganiska enkla gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen absolut värde i massprocent, uttryckt som N, P_2O_5, K_2O, MgO, Cl**

1.1 *Kvävegödselmedel*

kalciumnitrat	0,4
kalciummagnesiumnitrat	0,4
natriumnitrat	0,4
chilesalpeter	0,4
kalciumcyanamid	1,0
kvävehaltig kalciumcyanamid	1,0
ammoniumsulfat	0,3
ammoniumnitrat eller kalciumammoniumnitrat:	
— t.o.m. 32 %	0,8
— mer än 32 %	0,6
ammoniumsulfatnitrat	0,8
magnesiumsulfatnitrat	0,8
magnesiumammoniumnitrat	0,8
urea	0,4
suspension av kalciumnitrat	0,4
flytande kvävegödselmedel med ureaformaldehyd	0,4
suspension av kvävegödselmedel med ureaformaldehyd	0,4
ureaammoniumsulfat	0,5
flytande kvävegödselmedel	0,6
lösning av ammoniumnitrat-urea (UAN-lösning)	0,6

1.2 *Fosforgödselmedel*

Thomasfosfat:	
— halten angiven med en noggrannhet på 2 massprocent	0,0
— halten angiven med ett enda heltal	1,0

▼B

Övriga fosforgödselmedel

P_2O_5-löslighet i:	(Gödselmedlets nummer enligt bilaga I)	
— mineralsyra	(3, 6, 7)	0,8
— myrsyra	(7)	0,8
— neutralt ammoniumcitrat	(2a, 2b, 2c)	0,8
— alkaliskt ammoniumcitrat	(4, 5, 6)	0,8
— vatten	(2a, 2b, 3)	0,9
	(2c)	1,3

1.3 *Kaliumgödselmedel*

Kainit	1,5
anrikat kainitsalt	1,0
Kaliumklorid:	
— t.o.m. 55 %	1,0
— mer än 55 %	0,5
kaliumklorid innehållande magnesiumsalt	1,5
Kaliumsulfat	0,5
kaliumsulfat innehållande magnesiumsalt (kalimagnesia)	1,5

1.4 *Övriga beståndsdelar*

Klorid	0,2

2. **Oorganiska sammansatta gödselmedel som innehåller primära makronäringsämnen**

2.1 *Näringsämnen*

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

2.2 *Totala negativa avvikelser från det uppgivna värdet*

gödselmedel med två växtnäringsämnen	1,5
gödselmedel med tre växtnäringsämnen	1,9

3. **Sekundära näringsämnen i gödselmedel**

De avvikelser som medges från deklarerad halt av kalcium, magnesium, natrium och svavel är en fjärdedel av den deklarerade halten av dessa ämnen och högst 0,9 % i absoluta tal för CaO, MgO, Na_2O och SO_3, dvs. 0,64 för Ca, 0,55 för Mg, 0,67 för Na och 0,36 för S.

4. **Mikronäringsämnen i gödselmedel**

Följande avvikelser tillåts för deklarerad halt av mikronäringsämnen:

▼B

— 0,4 % i absoluta tal för en halt över 2 %.

— En femtedel av deklarerat värde för en halt under eller lika med 2 %.

Den avvikelse som medges från deklarerad halt av olika former av kväve eller deklarerade lösligheter av fosforpentoxid är en tiondel av hela halten av det berörda näringsämnet och högst 2 massprocent, förutsatt att hela halten av näringsämnet håller sig inom de gränser som anges i bilaga I och som gäller enligt ovan fastställda toleranser.

▼B

BILAGA III

TEKNISKA BESTÄMMELSER OM AMMONIUMNITRATGÖDSELMEDEL MED HÖG KVÄVEHALT

1. **Egenskaper hos och gränsvärden för enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt**

1.1 *Porositet (oljebindningsförmåga)*

Sedan gödselmedlet utsatts för två termiska cykler vid en temperatur mellan 25 och 50 °C, och i enlighet med bestämmelserna i del 2 i avsnitt 3 i denna bilaga, får det inte kvarhålla mer än 4 massprocent olja.

1.2 *Brännbara beståndsdelar*

Massprocenten brännbart material, mätt som kolhalt, får inte överskrida 0,2 % för gödselmedel med en kvävehalt på minst 31,5 massprocent och får inte överskrida 0,4 % för gödselmedel med en kvävehalt högre än 28 % men lägre än 31,5 massprocent.

1.3 *pH*

En lösning med 10 g gödselmedel i 100 ml vatten skall ha ett pH-värde på minst 4,5.

1.4 *Analys av partikelstorlek*

Massprocenten brännbart material, mätt som kolhalt, får inte överskrida 0,2 % för gödselmedel med en kvävehalt på minst 31,5 massprocent och får inte överskrida 0,4 % för gödselmedel med en kvävehalt högre än 28 % men lägre än 31,5 massprocent.

1.5 *Klor*

Maximal klorhalt: 0,02 massprocent.

1.6 *Tungmetaller*

Tungmetaller bör inte tillsättas avsiktligt, och eventuella spår som kan vara en följd av produktionsprocessen bör inte överskrida den gräns som kommittén har fastställt.

Maximal kopparhalt: 10 mg/kg.

För övriga tungmetaller finns inga fastställda gränsvärden.

2. **Beskrivning av detonationssäkerhetsprovet för ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt**

Provningen skall utföras på ett representativt prov av gödselmedlet. Innan detonationssäkerheten provas skall provets hela massa utsättas för termiska cykler 5 gånger i enlighet med bestämmelserna i del 3 i avsnitt 3 i denna bilaga.

Gödselmedlet skall genomgå detonationssäkerhetsprovet i ett horisontellt stålrör under följande betingelser:

— Sömlöst stålrör

— Rörets längd: minst 1 000 mm

— Nominell ytterdiameter: minst 114 mm

— Nominell väggtjocklek: minst 5 mm

— Booster (initieringsförstärkarladdning): typ och vikt skall vara sådana att det detonationstryck som provet utsätts för är det högsta möjliga, så att man kan fastställa dess känslighet för överföring av detonationer.

— Testtemperatur: 15-25 °C,

— Witnesscylindrar av bly för registrering av detonationskraften: diameter 50 mm och höjd 100 mm

— Dessa cylindrar placeras med 150 mm mellanrum så att de bär upp röret horisontellt. Provet skall utföras två gånger. Provet anses avgörande om vid båda provningarna en eller flera av stödcylindrarna deformeras mindre än 5 %.

▼B

3. **Metoder för att kontrollera överensstämmelsen med de gränsvärden som anges i bilaga III-1 och III-2**

Metod 1

Metoder för belastning med termiska cykler

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandena för belastning med termiska cykler innan enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt utsätts för provning av oljebindningsförmåga och både enkla och sammansatta ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt utsätts för provning av detonationssäkerhet.

Med de metoder för slutna termiska cykler som beskrivs i detta avsnitt anses det möjligt att på ett tillfredsställande vis simulera de villkor som det skall tas hänsyn till i samband med tillämpningen av avdelning II, kapitel IV, även om det inte nödvändigtvis går att simulera alla de förhållanden som kan uppstå under transport och förvaring.

2. **Termiska cykler enligt bilaga III-1**

2.1 *Tillämpningsområde*

Detta förfarande gäller cyklisk värmebelastning innan gödselmedlets oljebindningsförmåga har fastställs.

2.2 *Princip och definition*

Provet uppvärms i en Erlenmeyerkolv från normal temperatur till 50 °C och hålls kvar vid denna temperatur i två timmar (50 °C-fasen). Det får svalna till en temperatur på 25 °C och hålls kvar vid denna temperatur i två timmar (25 °C-fasen). Dessa båda faser bildar tillsammans en termisk belastningscykel. Sedan provet har utsatts för två sådana cykler hålls temperaturen kvar vid 20 (± 3) °C för bestämning av oljebindningsförmågan.

2.3 *Utrustning*

Normal laboratorieutrustning, i synnerhet

— vattenbad som med termostat hålls vid 25 (± 1) respektive 50 (± 1) °C,

— Erlenmeyerkolvar på 150 ml.

2.4 *Förfarande*

Lägg varje prov på 70 (± 5) g i en Erlenmeyerkolv, som sedan försluts med en propp.

Flytta varje kolv varannan timme från 50-badet till 25-badet och tvärtom.

Håll vattnet i varje bad vid konstant temperatur och håll det i ständig rörelse genom snabb omrörning för att säkerställa att vattennivån ligger ovanför provets nivå. Skydda proppen mot kondensation med en hätta av skumgummi.

3. **Termiska cykler enligt bilaga III-2**

3.1 *Tillämpningsområde*

Detta förfarande gäller termisk belastning före detonationssäkerhetsprovet.

3.2 *Princip och definition*

Provet får ligga i en vattentät låda, där det värms upp från rumstemperatur till 50 °C och hålls kvar vid denna temperatur i en timme (50 °C-fasen). Sedan får provet svalna tills det kommer ner till en temperatur av 25 °C, där det hålls kvar i en timme (25 °C-fasen). Dessa båda faser på 50 °C och 25 °C bildar tillsammans en termisk cykel. Efter erforderligt antal cykler hålls provet kvar vid en temperatur av 20 (± 3) °C i avvaktan på detonationssäkerhetsprovet.

▼B

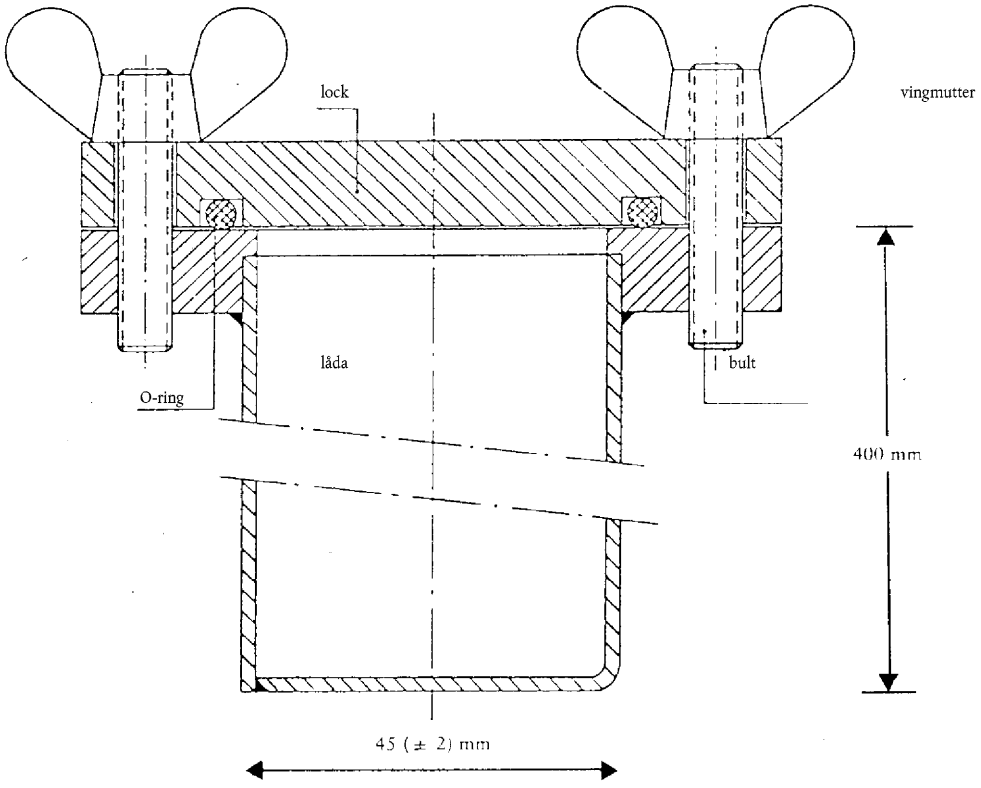
3.3 *Utrustning*

— Ett termostaterat vattenbad vars temperatur kan regleras i intervallet 20-51 °C med en minsta uppvärmnings- och svalningshastighet på 10 °C/timme, eller två vattenbad, varav det ena hålls vid temperaturen 20 °C och det andra vid 51 °C. Vattnet i baden skall ständigt röras om, och baden skall ha så stor volym att ordentlig vattencirkulation är möjlig.

— En helt vattentät låda av rostfritt stål, försedd med en centralt monterad temperaturgivare. Lådans ytterbredd skall vara 45 ± 2 mm och väggtjockleken 1,5 mm (se fig. 1). Lådans höjd och längd kan väljas med hänsyn till vattenbadets dimensioner, t. ex. längd 600 mm, höjd 400 mm.

3.4 *Förfarande*

Placera lådan i vattenbadet. Värm vattnet till 51 °C och mät temperaturen i mitten av provet. Kyl vattnet i en timme efter det att temperaturen i mitten når 50 °C. En timme efter det att temperaturen i mitten kommit ner till 25 °C skall uppvärmningen för nästa cykel påbörjas. Om två vattenbad används skall lådan överföras till det andra badet efter varje uppvärmnings- eller nedkylningsperiod.



Figur 1

▼B

Metod 2

Bestämning av oljebindningsförmågan

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av oljebindningsförmågan i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

Metoden gäller för både prillade och granulerade gödselmedel som inte innehåller oljelösliga ämnen.

2. **Definition**

Gödselmedlets oljebindningsförmåga: Den mängd olja som hålls kvar av gödselmedlet, fastställt under angivna driftsvillkor och uttryckt som procent av massan.

3. **Princip**

Provet dränks fullständigt i gasolja under angiven period, varefter överskottsolja får rinna av under angivna betingelser. Mätning av provets massökning.

4. **Reagens**

Gasolja

Viskositet max.: 5 mPas vid 40 °C

Densitet: 0,8 till 0,85 g/ml vid 20 °C

Svavelhalt: ≤ 1,0 massprocent

Aska: ≤ 0,1 massprocent

5. **Utrustning**

Vanlig laboratorieutrustning samt följande:

5.1 En våg som kan väga med en noggrannhet på 0,01 g.

5.2 Flera bägare på 500 ml.

5.3 En tratt av plastmaterial, helst med en cylindrisk vägg upptill, diameter ca 200 mm.

5.4 En provsikt, maskvidd 0,5 mm, som passar till tratten (5.3).

Anmärkning: Trattens och siktens storlek skall vara sådan att endast ett fåtal korn kan ligga ovanpå varandra, så att oljan lätt kan rinna av.

5.5 Filterpapper, snabbfiltrerande, kräppat, mjukt, vikt 150 g/m^2.

5.6 Läskpapper (laboratoriekvalitet)

6. **Förfarande**

6.1 Två bestämningar utförs i snabb följd på olika delar av samma prov.

6.2 Avlägsna partiklar som är mindre än 0,5 mm med hjälp av sikten (5.4). Väg upp ca 50 g av provet (noggrannhet 0,01 g) och placera det i bägaren (5.2). Tillsätt så mycket gasolja (6.4) att kornen täcks helt och rör om omsorgsfullt för att säkerställa att kornens ytor blir helt fuktade. Täck över bägaren med ett urglas och låt stå i en timme vid 25 (± 2) °C.

6.3 Filtrera bägarens hela innehåll genom tratten (5.3) med sikten isatt (5.4). Låt den andel som hålls kvar av sikten vara kvar där i en timme, så att större delen av den överflödiga oljan får rinna av.

6.4 Lägg två ark filterpapper (5.5) (ca 500 × 500 mm) ovanpå varandra på ett jämnt underlag, vik båda filterpapperens fyra kanter, som skall vara ca 40 mm breda, uppåt så att kornen inte kan rulla undan. Placera två skikt läskpapper (5.6) i mitten av filterpapperna. Häll innehållet i sikten (5.4) över läskpapperen och sprid ut kornen jämnt med en mjuk pensel. Lyft ena sidan av läskpapperen efter två minuter, så att kornen överförs till filterpapperen därunder och sprid ut dem jämnt på dessa med penseln. Lägg på ytterligare ett ark filterpapper på samma sätt med kanterna uppåtvikta ovanpå provet och rulla kornen mellan filterpapperen med cirkelrörelser under lätt tryck. Gör ett kort uppehåll efter åtta cirkelrörelser och lyft därvid motsatta kanter av filterpappe-

▼B

ren, varvid de korn som rullat ut mot kanterna skall föras tillbaka till mitten. Gör detta på följande sätt: Gör fyra fullständiga cirkelrörelser, först medurs, sedan moturs. Rulla sedan tillbaka kornen till mitten enligt beskrivningen ovan. Denna procedur skall utföras tre gånger (24 cirkelrörelser, kanterna lyfts två gånger). Sätt försiktigt in ett nytt ark filterpapper mellan det nedre arket och det övre, och låt kornen rulla över på det nya arket genom att lyfta kanterna på det övre arket. Täck över kornen med det nya arket filterpapper och upprepa samma procedur som beskrivs ovan. Ta sedan omedelbart ut kornen i en tarerad skål och väg om dem med en noggrannhet på 0,01 g för att fastställa vikten av den gasolja som blivit kvar i kornen.

6.5 *Ny rullning och omvägning*

Om mängden kvarhållen gasolja i provet visar sig vara större än 2 g, placeras provet på en ny uppsättning filterpapper. Upprepa rullningen och lyft hörnen enligt avsnitt 6.4 (två gånger åtta cirkelrörelser, en lyftning). Väg sedan om provet.

7. **Redovisning av resultaten**

7.1 *Beräkningsmetod och formel*

För varje bestämning (6.1), uttryckt i procent av det siktade provets massa, erhålls oljebindningen genom ekvationen

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

där:

m_1 = den siktade provandelens massa i gram (6.2) och

m_2 = massan i provandelen enligt avsnitt 6.4 resp. 6.5 som resultat av den sista vägningen, i gram

Ta medelvärdet av de två separata bestämningarna som resultat.

Metod 3

Bestämning av brännbara beståndsdelar

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av det brännbara innehållet i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Den koldioxid som alstras av oorganiska fyllnadsmaterial avlägsnas i förväg genom syrabehandling. De organiska föreningarna oxideras med en blandning av kromsyra och svavelsyra. Den koldioxid som bildas absorberas i en bariumhydroxidlösning. Utfällningen löses upp i saltsyra och mäts genom återtitrering med natriumhydroxidlösning.

3. **Reagens**

3.1 Kromtrioxid Cr_2O_3 av analyskvalitet.

3.2 Svavelsyra, 60 volymprocent: Häll 360 ml vatten i en enliters bägare och tillsätt försiktigt 640 ml svavelsyra (d_{20} = 1,83 g/ml).

3.3 Silvernitrat: lösning 0,1 mol/l.

3.4 *Bariumhydroxid*

Väg upp 15 g bariumhydroxid ($Ba(OH)_2$. $8H_2O$) och lös upp den helt i varmt vatten. Låt svalna och överför till en enliterskolv. Fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom veckat filterpapper.

3.5 Saltsyra: standardlösning 0,1 mol/l.

3.6 Natriumhydroxid: standardlösning 0,1 mol/l.

3.7 Bromfenolblått: lösning på 0,4 g per liter vatten.

3.8 Fenolftalein: lösning på 2 g per liter etanol (60 % volym).

▼B

3.9 Natronkalk: partikelstorlek mellan ca 1,0 och 1,5 mm.

3.10. Demineraliserat vatten, kokt för eliminering av koldioxid.

4. **Utrustning**

4.1 *Vanlig laboratorieutrustning, i synnerhet*

— en glasfilterdegel: kapacitet 15 ml, plattans diameter 20 mm, totalhöjd 50 mm, porositet 4 (pordiameter 5-15 μm),

— en 600-ml bägare.

4.2 Kvävgas under tryck.

4.3 Utrustning som består av följande delar och som om möjligt skall vara monterad med kulslipningar (se fig. 2).

4.3.1 Absorptionsrör A ca 200 mm långt och 30 mm i diameter, fyllt med natronkalk (3.9) som hålls på plats av glasfiberproppar.

4.3.2 Reaktionskolv B, kapacitet 500 ml, med sidoarm och rund botten.

4.3.3 En fraktionskolonn typ Vigreux, ca 150 mm lång (C').

4.3.4 Kylare med dubbla kondensytor C, 200 mm lång.

4.3.5 Drechselflaska D, som fungerar som uppfångare av överskottssyra som eventuellt destilleras över.

4.3.6 Isbad E för kylning av Drechselflaskan.

4.3.7 Två absorptionskärl F_1 och F_2, diameter 32 till 35 mm, vars gasspridare består av en 10 mm tjock platta av sintrat glas med låg porositet.

4.3.8 Sugpump och sugregulator g bestående av ett T-rör vars fria arm är ansluten till ett tunt kapillärrör med en kort gummislang med skruvklämma.

Användning av kokande kromsyrelösning i en apparat med undertryck medför risker och kräver lämpliga försiktighetsmått.

5. **Förfarande**

5.1 *Prov för analys*

Väg upp ca 10 g ammoniumnitrat med en noggrannhet på 0,001 g.

5.2 *Borttagande av karbonater*

Placera provet i reaktionskolven B. Tillsätt 100 ml H_2SO_4 (3.2). Kornen löses upp på ungefär 10 minuter vid rumstemperatur. Montera apparaten enligt figuren: Anslut en ände av absorptionsröret (A) till kvävetillförseln (4.2) via ett returblockerat flöde innehållande ett tryck motsvarande 5 till 6 mm kvicksilver och låt den andra änden av röret sticka in i reaktionskärlet. Installera Vigreux-kolonnen (C') och kylaren (C) med tillförsel av kylvatten. Justera kvävgasen till ett lagom flöde genom lösningen, koka upp lösningen och fortsätt kokningen i två minuter. Efter denna tid bör ingen ytterligare skumbildning förekomma. Om bubblor som kan upptäckas bildas skall uppvärmningen fortsätta i 30 minuter. Låt lösningen svalna i minst 20 minuter med bibehållet kvävgasflöde.

Montera resten av utrustningen enligt anvisningarna i diagrammet genom att ansluta kondensröret till Drechselflaskan (D) och flaskan till absorptionskärlen F_1 och F_2. Kvävgasen måste fortsätta att strömma genom lösningen under detta arbete. Tillsätt snabbt 50 ml bariumhydroxidlösning (3.4) i vart och ett av absorptionskärlen (F_1 och F_2).

Låt kvävegasen bubbla igenom i ungefär 10 minuter. Lösningen måste förbli klar i absorptionskärlen. Om detta inte är fallet skall karbonatutdrivningen justeras.

5.3 *Oxidation och absorption*

Dra ut kvävetillförselröret och tillsätt snabbt 20 g kromtrioxid (3.1) och 6 ml silvernitratlösning (3.3) via reaktionskärlets (B) sidoarm. Anslut apparaten till pumpen och justera kväveflödet, så att det uppstår ett jämnt flöde av gasbubblor genom absorptionskärlen F_1 och F_2 med gasspridare av sintrat glas.

▼B

Värm upp reaktionskolven (B) tills vätskan kokar och håll den kokande i en och en halv timme ([1]). Eventuellt måste sugregleringsventilen (G) justeras för att styra kväveflödet, eftersom det bariumkarbonat som fälls ut under provet kan blockera plattorna av sintrat glas. Resultatet är godtagbart om bariumhydroxidlösningen i absorptionskärlet F_2 förblir klar. I annat fall måste provet upprepas. Stoppa uppvärmningen och ta isär utrustningen. Tvätta vart och ett av kärlen både invändigt och utvändigt för att få bort bariumhydroxiden och samla upp sköljvattnet i resp. absorptionskärl. Placera gasspridarna, den ena efter den andra, i en bägare på 600 ml, som sedan kommer att användas för bestämningen.

Filtrera snabbt innehållet i absorptionskärlet F_2 under vakuum och därefter i absorptionskärlet F_1 med hjälp av glasfilterdegeln. Samla upp fällningen genom att skölja absorptionskärlen med vatten (3.10) och tvätta degeln med 50 ml av samma vatten. Placera degeln i 600 ml-bägaren och tillsätt ungefär 100 ml vatten (3.10). Tillsätt 50 ml kokt vatten i vart och ett av absorptionskärlen och släpp kvävgasen genom spridarna i fem minuter. För ihop vattnet med det från bägaren. Upprepa detta en gång för att säkerställa att spridarna blir ordentligt sköljda.

5.4 *Mätning av karbonat från organiskt material*

Tillsätt fem droppar fenolftalein (3.8) till bägarens innehåll. Lösningen färgas röd. Titrera med saltsyra (3.5) tills det nätt och jämnt blir en skär nyans. Rör lösningen omsorgsfullt i degeln för att kontrollera att den skära färgen inte kommer tillbaka. Tillsätt fem droppar bromfenolblått (3.7) och titrera med saltsyra (3.5) tills lösningen gulfärgas. Tillsätt ytterligare 10 ml saltsyra.

Värm upp lösningen till kokpunkten och fortsätt koka högst en minut. Kontrollera omsorgsfullt att ingen fällning blir kvar i vätskan.

Låt svalna och återtitrera med natriumhydroxidlösningen (3.6).

6. **Blindtest**

Utför ett blindtest med samma förfarande och samma mängder av alla reagenser.

7. **Redovisning av resultaten**

Halten av brännbara beståndsdelar (C) uttryckt som kol i procent av provets massa erhålls med formeln:

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

där:

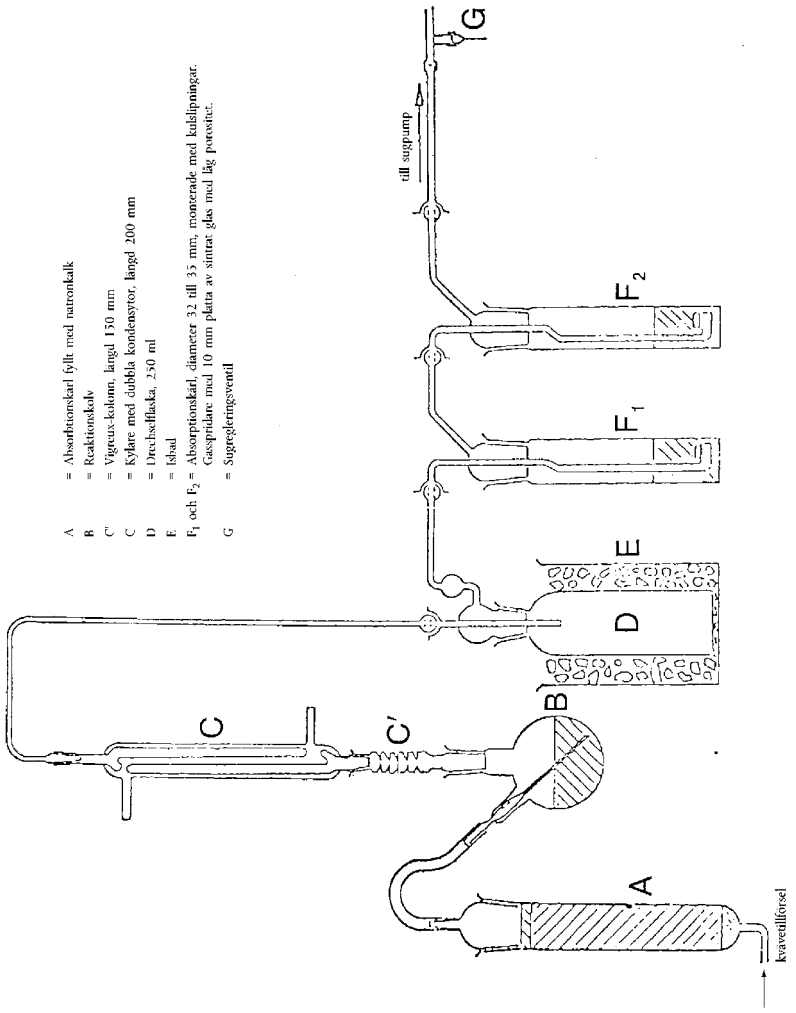
E = testandelens massa i gram,

V_1 = den totala mängden saltsyra på 0,1 mol/l i ml tillsatt efter det att fenolftaleinet har ändrat färg och

V_2 = mängden natriumhydroxidlösning på 0,1 mol/l i ml som används för återtitrering.

([1]) En och en halv timmes reaktionstid räcker för de flesta organiska ämnen i närvaro av silvernitrat som katalysator.

▼B


A = Absorptionskärl fyllt med natronkalk
B = Reaktionskolv
C' = Vigreux-kolonn, längd 150 mm
C = Kylare med dubbla kondensytor, längd 200 mm
D = Drechselflaska, 250 ml
E = Isbad
F1 och F2 = Absorptionskärl, diameter 32 till 35 mm, monterade med kulslipningar. Gasspridare med 10 mm platta av sintrat glas med låg porositet.
G = Sugregleringsventil
till sugpump
kvaveutlopp

Figur 2

▼B

Metod 4

Bestämning av pH-värdet

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för mätning av pH-värdet i en lösning av enkelt ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Mätning av pH-värdet i en ammoniumnitratlösning med pH-mätare.

3. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid.

3.1 *Buffertlösning med pH-värdet 6,88 vid 20 °C*

Lös 3,40 ± 0,01 g kaliumdivätefosfat (KH_2PO_4) i ca 400 ml vatten. Lös sedan 3,55 ± 0,01 g dinatriumvätefosfat (Na_2HPO_4) i ca 400 ml vatten. Överför de båda lösningarna utan förlust till en mätkolv på 1 000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda. Förvara lösningen lufttätt.

3.2 *Buffertlösning med pH-värdet 4,00 vid 20 °C*

Lös upp 10,21 ± 0,01 g kaliumväteftalat ($KHC_8O_4H_4$) i vatten. Överför utan förlust till en mätkolv på 1 000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda.

Förvara lösningen lufttätt.

3.3 Kommersiellt tillgängliga standardlösningar för pH-värden får användas.

4. **Utrustning**

pH-mätare försedd med glas- och kalomelelektroder eller motsvarande, känslighet 0,05 pH-enheter.

5. **Förfarande**

5.1 *Kalibrering av pH-mätaren*

Kalibrera pH-mätaren (4) vid temperaturen 20 (± 1) .ºC med buffertlösningarna (3.1), (3.2) eller (3.3). Släpp fram ett svagt kväveflöde till lösningens yta och bibehåll det under provet.

5.2 *Bestämning*

Häll 100,0 ml vatten på 10 ± 0,01 g av provet i en bägare på 250 ml. Avlägsna olösligt material genom filtrering, dekantering eller centrifugering av vätskan. Mät den klara lösningens pH-värde vid temperaturen 20 (± 1) °C med samma procedur som används för kalibrering av mätaren.

6. **Redovisning av resultaten**

Uttryck resultatet i pH-värde avrundat till en decimal och ange temperaturen vid avläsningen.

Metod 5

Bestämning av partikelstorlek

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för provsiktning av enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Sikta provet genom en kombination av tre siktar, antingen för hand eller med skakapparat. Notera den massa som hålls kvar av varje sikt och beräkna procentandelen material som passerar igenom de angivna siktarna.

▼B

3. **Utrustning**

3.1 Provsiktar av trådväv, diameter 200 mm med maskstorlek 2,0, 1,0 resp. 0,5 mm av standardstorlek. Ett lock och ett mottagande kärl för de tre siktarna.

3.2 En våg med en noggrannhet på 0,1 g.

3.3 En skakapparat (om sådan finns) som skakar provet både vertikalt och horisontellt.

4. **Förfarande**

4.1 Dela in provet i representativa delar på ca 100 g.

4.2 Väg en av dessa delar till närmaste 0,1 g.

4.3 Placera siktkombinationen i följande ordning: mottagningskärl, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm och placera det vägda provet på den översta sikten. Sätt på locket över siktarna.

4.4 Skaka för hand eller med skakapparat med både vertikala och horisontella rörelser. Knacka då och då på siktarna vid manuell siktning. Fortsätt med detta i 10 minuter eller tills mindre än 0,1 g passerar genom varje sikt på en minut.

4.5 Ta av siktarna en i taget och ta hand om det material som samlats upp, borsta försiktigt från baksidan med en mjuk pensel om det behövs.

4.6 Väg (noggrannhet 0,1 g) det kvarhållna materialet på varje sikt samt det som samlats upp under siktarna.

5. **Bedömning av resultaten**

5.1 Uttryck varje andels massa i procent av summan av andelarnas massor (inte av den invägda massan).

Beräkna procentandelen i det mottagande kärlet (dvs. < 0,5 mm): A %.

Beräkna procentandelen som samlats på sikten 0,5 mm: B %.

Beräkna procentandelen som passerat igenom 1,0 mm, dvs. (A + B) %.

Summan av andelarnas massor skall ligga inom 2 % av den ursprungliga massan.

5.2 Minst två separata analyser bör utföras, varvid de olika resultaten för A inte bör avvika med mer än 1,0 % absolut från varandra, och för B inte med mer än 1,5 %. Upprepa provet om så inte är fallet.

6. **Redovisning av resultaten**

Redovisa genomsnittet för de båda värdena för A och för A + B.

Metod 6

Bestämning av klorhalten (som kloridjon)

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av klorhalten (som kloridjon) i enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Kloridjoner upplösta i vatten bestäms genom potentiometrisk titrering med silvernitrat i sur lösning.

3. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten som är fritt från kloridjoner.

3.1 Aceton.

3.2 Koncentrerad salpetersyra (densitet vid 20 °C = 1,40 g/ml).

3.3 Silvernitrat: standardlösning 0,1 mol/l. Förvara lösningen i en brun glasflaska.

3.4 Silvernitrat 0,004 mol/l, standardlösning - bered lösningen omedelbart före användning.

▼B

3.5 Kaliumklorid 0,1 mol/l, standardreferenslösning. Väg 3,7276 g kaliumklorid av analyskvalitet (noggrannhet 0,1 mg), som tidigare har torkats i en timme i en ugn vid 130 °C och fått svalna till rumstemperatur i exsickator. Lös i lite vatten, överför lösningen utan förlust till en standardkolv på 500 ml, späd till märket och blanda.

3.6 Kaliumklorid 0,004M-standardreferenslösning - bered lösningen omedelbart före användning.

4. **Utrustning**

4.1 En potentiometer med indikatorelektrod av silver och kalomelelektrod som referens, känslighet 2 mV med mätområde - 500 till + 500 mV.

4.2 En brygga innehållande en mättad kaliumnitratlösning, ansluten till kalomelelektroden (4.1) och försedd med porösa proppar i vardera änden.

4.3 En magnetomrörare med teflonbelagd stav.

4.4 En mikrobyrett med fin spets och skalstreck på 0,01 ml.

5. **Förfarande**

5.1 *Ställning av silvernitratlösningen*

Överför 5,00 ml och 10,00 ml standardreferenslösning av kaliumklorid (3.6) till två låga bägare av lämplig storlek (t.ex. 250 ml). Utför följande titrering på innehållet i varje bägare.

Tillsätt 5 ml salpetersyra (3.2), 120 ml aceton (3.1) och så mycket vatten att den totala mängden blir ungefär 150 ml. Placera magnetomrörarens (4.3) stav i bägaren och sätt igång omrörningen. Doppa ner silverelektroden (4.1) och bryggans (4.2) fria ände i lösningen. Anslut elektroderna till potentiometern (4.1) och anteckna startpotentialens värde efter att först ha verifierat apparatens nollinställning.

Titrera med mikrobyrett (4.4) efter att först ha tillsatt 4 resp. 9 ml av silvernitratlösningen motsvarande den normerade referenslösning av kaliumklorid som används. Fortsätt att tillsätta 0,1 ml i taget för 0,004 mol/l-lösningarna och 0,05 ml för lösningarna på 0,1 mol/l. Vänta tills potentialen hunnit stabiliseras efter varje sådant tillskott.

Anteckna de tillsatta volymerna och motsvarande värden för potentialen i de första två spalterna av en tabell.

I tabellens tredje spalt antecknas de stegvisa tillskotten (Δ_1E) till potentialen E. I den fjärde spalten antecknas skillnaderna (Δ_2E) positiva eller negativa, mellan potentialtillskotten (Δ_1E). Slutet av titreringen motsvarar den tillsats på 0,1 eller 0,05 ml (V_1) av silvernitratlösningen, som ger maximalvärdet på Δ_1E.

För att beräkna den exakta volymen (V_{eq}) av silvernitratlösningen motsvarande slutet av reaktionen används formeln:

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

där:

V_0 = den totala volymen i ml av silvernitratlösningen omedelbart lägre än den volym som ger största steget i Δ_1E,

V_1 = sista tillsatsen av silvernitratlösning (0,1 eller 0,05 ml) i ml,

b = sista positiva värdet av Δ_2E,

B = summan av absolutvärdena av det sista positiva värdet av Δ_2E och det första negativa värdet på Δ_2E (se exemplet i tabell 1).

5.2 *Blindtest*

Utför ett blindtest och ta hänsyn till detta vid beräkning av slutresultatet.

Resultatet V_4 av blindtestet på reagensmedlen erhålls i ml med formeln

▼B

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

där:

V_2 = värdet i ml av den exakta volym (V_{eq}) av silvernitratlösningen som motsvarar titreringen av 10 ml av den normerade referenslösning av kaliumklorid som används,

V_3 = värdet i ml av den exakta volym (V_{eq}) av silvernitratlösningen som motsvarar titreringen av 5 ml av den normerade referenslösning av kaliumklorid som används.

5.3 *Kontrolltest*

Blindtestet kan samtidigt fungera som kontroll på att utrustningen fungerar som den skall och att testförfarandet används rätt.

5.4 *Bestämning*

Ta en del av provet i storleksordningen 10-20 g och väg det med en noggrannhet på 0,01 g. Överför kvantitativt till en 250 ml-bägare. Tillsätt 20 ml vatten, 5 ml salpetersyra (3.2) och 120 ml aceton (3.1) samt så mycket vatten att det totalt blir 150 ml.

Sätt ner magnetomrörarens (4.3) stav i bägaren, placera bägaren på omröraren och sätt igång omrörning. Doppa ner silverelektroden (4.1) och bryggans (4.2) fria ände i lösningen, anslut elektroderna till potentiometern (4.1) och anteckna startpotentialens värde efter att först ha verifierat apparatens nollinställning.

Titrera med silvernitratlösningen genom tillsatser på 0,1 ml från mikrobyretten (4.4). Vänta tills potentialen hunnit stabiliseras efter varje sådant tillskott.

Fortsätt titreringen enligt beskrivningen i 5.1, med början vid fjärde stycket: ”Anteckna de tillsatta volymerna och motsvarande värden för potentialen i de första två spalterna av en tabell.”

6. **Redovisning av resultaten**

Redovisa resultaten av analysen som procenthalt klor i det prov som mottagits för analys. Beräkna klorhalten (Cl) i procent med formeln:

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

där:

T är molariteten för den silvernitratlösning som använts,

V_4 är resultatet av blindtestet (5.2) i ml,

V_5 är värdet av V_{eq} motsvarande bestämningen i ml, och

m är det invägda provets massa i gram.

Tabell 1: Exempel

Silvernitratlösningens volym V (ml)	Potential 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

▼B

Silvernitratlösningens volym V (ml)	Potential E (mV)	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
5,20	319	13	

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

Metod 7

Bestämning av koppar

1. **Räckvidd och tillämpningsområde**

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av kopparhalten i enkla ammoniumnitrathaltiga gödselmedel med hög kvävehalt.

2. **Princip**

Provet löses i utspädd saltsyra och kopparhalten bestäms med atomabsorptionsspektrofotometri.

3. **Reagens**

3.1 Saltsyra (densitet vid 20 °C = 1,18 g/ml).

3.2 Saltsyralösning, 6 mol/l.

3.3 Saltsyralösning, 0,5 mol/l.

3.4 Ammoniumnitrat.

3.5 Väteperoxid, 30 % (massa/volym).

3.6 Kopparlösning (stamlösning) ([1]): Väg 1 g rent koppar med noggrannhet på 0,001 g, lös 25 ml 6 mol/l saltsyrelösning (3.2), tillsätt 5 ml väteperoxid (3.5) stegvis och späd med vatten så att det blir en liter. 1 ml av denna lösning innehåller 1 000 µg koppar (Cu).

3.6.1 Kopparlösning (utspädd): Späd 10 ml av stamlösningen (3.6) till 100 ml med vatten och ml av den då erhållna lösningen till 100 ml med vatten, varvid 1 ml av den slutliga lösningen innehåller 10 µg koppar (Cu).

Bered denna lösning omedelbart före användning.

4. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrofotometer med kopparlampa (324,8 nm).

5. **Förfarande**

5.1 *Beredning av lösningen för analys.*

Väg 25 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i en 400 ml-bägare, tillsätt försiktigt 20 ml saltsyra (3.1) (en kraftig reaktion uppstår genom utveckling av koldioxid). Tillsätt mer saltsyra om detta behövs. Vänta tills skumbildningen har upphört och låt lösningen avdunsta helt och hållet i ett ångbad under omrörning med en glasstav då och då. Tillsätt 15 ml 6 mol/l saltsyra (3.2) och 120 ml vatten. Rör med glasstaven, som skall stå kvar i bägaren och täck över bägaren med ett urglas. Låt lösningen koka varsamt tills upplösningen är fullständig och låt den svalna.

Överför lösningen kvantitativt till en 250-ml mätkolv genom att tvätta bägaren en gång med 5 ml 6 mol/l saltsyra (3.2) och 2 gånger med 5 ml kokande vatten, fyll på 0,5 mol/l saltsyra (3.3) till märket och blanda omsorgsfullt.

Filtrera genom ett kopparfritt filterpapper ([2]), och kasta bort de första 50 ml.

([1]) Kommersiellt tillgänglig kopparlösning får användas.
([2]) Whatman 541 eller motsvarande.

▼B

5.2 *Blindlösning*

Bered en blindlösning från vilken endast provet utelämnas och ta hänsyn till denna vid beräkning av slutresultaten.

5.3 *Bestämning*

5.3.1 Beredning av provet och blindlösningarna

Späd provlösningen (5.1) och blindlösningen (5.2) med 0,5M saltsyrelösning (3.3) till en kopparkoncentration som ligger inom spektrofotometerns optimala mätområde. Utspädning behövs normalt inte.

5.3.2 Beredning av kalibreringslösningar

Bered minst fem standardlösningar motsvarande spektrofotometerns optimala mätområde (0 till 5,0 mg/1 Cu) genom att späda ut standardlösningen (3.6.1) med 0,5M saltsyrelösning (3.3). Tillsätt ammoniumnitrat (3.4) för att få en koncentration på 10 massprocent innan lösningen späds ut till märket.

5.4 *Mätning*

Ställ in spektrofotometern (4) på våglängden 324,8 nm. Använd en oxiderande acetylenlåga. Spruta i tur och ordning in kalibreringslösningen (5.3.2), provlösningen och blindlösningen (5.3.1), varje lösning tre gånger, och tvätta instrumentet omsorgsfullt med destillerat vatten mellan varje insprutning. Rita upp kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanserna för varje standardmått längs ordinatan och motsvarande kopparkoncentrationer i µg/ml längs abskissan.

Bestäm kopparhalten i det slutliga provet och blindlösningarna genom att jämföra med kalibreringskurvan.

6. **Redovisning av resultaten**

Beräkna kopparhalten i provet med hänsyn tagen till provets vikt, de spädningar som gjorts under analysen och blindlösningens värde. Uttryck resultatet som mg Cu/kg.

4. **Bestämning av detonationssäkerhet**

4.1 *Räckvidd och tillämpningsområde*

I detta dokument anges förfarandet för bestämning av detonationssäkerheten hos enkla ammoniumnitratgödselmedel med hög kvävehalt.

4.2 *Princip*

Provet läggs in i ett stålrör och utsätts för en detonationschock från en explosiv initieringsförstärkarladdning (s.k. booster). Detonationens utbredning bestäms på grundval av sammantryckningen av de blycylindrar på vilka röret är horisontellt upplagt under provningen.

4.3 *Material*

4.3.1 Sprängdeg innehållande 83 till 86 % pentrit (PETN, s.k. nitropenta)

Densitet: 1 500 till 1 600 kg/m^3

Detonationshastighet: 7 300 till 7 700 m/s

Vikt: 500 (± 1) gram

4.3.2 Sju längder böjlig detonationsstubin med icke-metallisk hylsa

Påfyllningsvikt: 11 till 13 g/m

Längden på varje stubin: 400 (± 2) mm

4.3.3 Kompakterad pellet av sekundärt sprängmedel, med urtag för sprängkapseln

Sprängämne: hexogen/vax 95/5, tetryl eller liknande sekundärt sprängämne, med eller utan grafittillsats.

Densitet: 1 500 till 1 600 kg/m^3

Diameter: 19 till 21 mm

Höjd: 19 till 23 mm

Centralt urtag för sprängkapseln: diameter 7-7,3 mm, djup 12 mm

▼B

4.3.4 Sömlöst rör enligt ISO 65 - 1981 - Heavy Standard, med nominella dimensioner DN 100 (4")

Ytterdiameter: 113,1 till 115,0 mm

Väggtjocklek: 5,0 till 6,5 mm

Längd: 1 005 (± 2) mm

4.3.5 Bottenplatta

Material: stål av god svetsbar kvalitet

Dimensioner: 160 × 160 mm

Tjocklek: 5 till 6 mm

4.3.6 Sex blycylindrar

Diameter: 50 (± 1) mm

Höjd: 100 till 101 mm

Material: raffinerat bly, renhet minst 99,5 %

4.3.7 Stålblock

Längd: minst 1 000 m

Bredd: minst 150 mm

Höjd: minst 150 mm

Vikt: minst 300 kg om blocket inte har något fast underlag

4.3.8 Cylinder av plast eller kartong för boostern

Väggtjocklek: 1,5 till 2,5 mm

Diameter: 92 till 96 mm

Höjd: 64 till 67 mm

4.3.9 Sprängkapsel (elektrisk eller icke-elektrisk) med initieringskraft 8 till 10

4.3.10 Träplatta

Diameter: 92 till 96 mm. Diametern skall stämma överens med stålrörets innerdiameter (4.3.8).

Tjocklek: 20 mm

4.3.11 Trästav med samma dimensioner som sprängkapseln (3.9)

4.3.12 Knappnålar (maximilängd 20 mm) och häftpistol

4.4 *Förfarande*

4.4.1 Beredning av boosterladdning för insättning i stålröret

Det finns två olika sätt att tända sprängämnet i initieringsförstärkarladdningen (boosterladdningen), beroende på vilken utrustning som finns att tillgå.

4.4.1.1 Sjupunkts momentantändning

Boosterladdningen bereds för användning enligt Fig. 1.

4.4.1.1.1 Borra hål i träplattan (4.3.10), genom dels mittpunkten, dels sex punkter som är symmetriskt fördelade runt en koncentrisk cirkel, 55 mm i diameter. Hålen skall löpa parallellt med plattans mittaxel. Deras diameter måste vara 6 till 7 mm (se avsnitt A-B i figur 1), beroende på stubinens diameter (4.3.2).

4.4.1.1.2 Skär till sju längder böjlig detonationsstubin (4.3.2), var och en 400 mm lång, och se därvid till att inget sprängämne går förlorat i någon av ändarna genom att skära ett skarpt snitt och sedan omedelbart försegla änden med tejp. Tryck in var och en av de sju stubinlängderna i de sju hålen i träplattan (4.3.10) tills ändarna sticker ut några centimeter på andra sidan av plattan. Sätt sedan i en liten knappnål (3.12) på tvären genom stubinernas hylsa 5-6 mm från vardera änden och lägg på tejp runt stubinen i en 2 cm bred remsa omedelbart

▼B

intill nålen. Dra sedan ut den långa delen av varje stubinlängd, så att nålen kommer i kontakt med träplattan.

4.4.1.1.3 Forma sprängdegen (4.3.1) till en cylinder med diameter 92-96 mm, beroende på papp- eller plastcylinderns diameter (4.3.8). Ställ denna upprätt på ett jämnt underlag och sätt in den tillformade sprängdegen. Lägg sedan träplattan [1] med de sju längderna detonationsstubin ovanpå cylindern och tryck ner den mot sprängdegen. Justera cylinderns höjd (64 till 67 mm), så att dess överkant inte sticker upp ovanför träplattans nivå. Sätt sedan fast cylindern på träplattan med häftklammer längs hela omkretsen.

4.4.1.1.4 Placera de lediga ändarna av de sju detonationsstubinerna kring trästavens (4.3.11) omkrets, så att deras ändar är i nivå med ett plan som ligger vinkelrätt mot staven. Fixera dem med tejp som ett knippe kring staven [2].

4.4.1.2 Central tändning med en kompakterad pellet

Boosterladdningen bereds för användning enligt Fig. 2.

4.4.1.2.1 Beredning av en kompakterad pellet

Vidtag nödvändiga säkerhetsåtgärder, placera 10 g sekundärt sprängämne (4.3.3) i en form med innerdiameter mellan 19 och 21 mm och tryck ihop den så att den får rätt form och täthet.

(Förhållandet diameter/höjd skall vara ungefär 1:1.)

Mitt i formens botten sitter ett stift, 12 mm högt och med diametern 7,0 till 7,3 mm (beroende på sprängkapselns diameter), som bildar ett cylindriskt urtag i den kompakterade pelleten för att ge plats för sprängkapseln.

4.4.1.2.2 Beredning av boosterladdningen

Placera sprängdegen (4.3.1) i cylindern (4.3.8) med denna stående upprätt på ett jämnt underlag och tryck ned den med ett träblock så att sprängdegen får en cylindrisk form med ett urtag i mitten. Sätt in den kompakterade pelleten i detta urtag. Täck över den cylinderformade sprängdegen, som innehåller pelleten, med en träplatta (4.3.10) försedd med ett mitthål med diametern 7,0 till 7,3 mm, avsett för sprängkapseln. Fixera träplattan och cylindern tillsammans med tejp som läggs i kors. Se till att hålet i plattan och urtaget i pelleten stämmer överens genom att sticka in trästaven (4.3.11).

4.4.2 Beredning av stålrör för detonationstestning

Vid stålrörets ena ände (4.3.4) borras två diametralt motsatta hål, diameter 4 mm, vinkelrätt in genom rörets vägg 4 mm från kanten.

Stumsvetsa bottenplattan (4.3.5) till den motsatta änden av röret, så att den räta vinkeln mellan bottenplattan och rörväggen helt fylls ut med svetsmetall runt rörets hela omkrets.

4.4.3 Fyllning och laddning av stålröret

Se figur 1 och 2.

4.4.3.1 Provet, stålröret och boostern måste vara anpassade till temperaturer på 20 ± 5 °C. 16 till 18 kg av provet behövs för de båda detonationsproven.

4.4.3.2 Placera röret upprätt med den fyrkantiga bottenplattan vilande mot ett fast plant underlag, helst betong. Fyll röret till ungefär en tredjedel med provmaterialet och släpp det 10 cm lodrätt mot golvet fem gånger för att pressa ihop kornen så tätt som möjligt i röret. Öka denna hoppressning ytterligare genom att vibrera röret med en hammare på 750 till 1 000 g, som slås an mot sidoväggen efter varje nedsläppning, totalt 10 gånger.

Upprepa denna laddningsmetod med nästa omgång av provet. Till sist skall ytterligare en tillsats göras, så att laddningen fyller röret till 70 mm från öppningen sedan den pressats ihop genom att röret lyfts

[1] Plattans diameter skall alltid motsvara cylinderns innerdiameter.
[2] Obs: När de sex perifera stubinlängderna är spända efter monteringen måste mittstubinen förbli något slak.

▼B

och släppts 10 gånger med totalt 20 hammarslag mellan nedsläppningarna.

Påfyllningshöjden måste justeras i stålröret, så att boosterladdningen (4.4.1.1 eller 4.4.1.2), som senare skall sättas i, kommer att vara i nära kontakt med provet över hela dess yta.

4.4.3.3 För in boosterladdningen i röret så att den ligger an mot provet; träskivans övre yta skall vara 6 mm under rörets mynning. Se till att det blir nära kontakt mellan sprängämnet och provet genom att lägga till eller ta bort små mängder av provet. Som framgår av Fig. 1 och 2 bör det sättas sprintar i hålen intill den öppna änden av röret och deras ben bör vikas ned plant mot röret.

4.4.4 Placering av stålröret och blycylindrarna (se figur 3)

4.4.4.1 Numrera blycylindrarnas (4.3.6) basytor 1 till 6. Gör sex märken med 150 mm inbördes mellanrum längs mittlinjen på ett stålblock (4.3.7), som ligger på ett horisontellt underlag, med det första märket minst 75 mm från kanten av blocket. Placera en blycylinder upprätt på vart och ett av dessa märken med basen av varje cylinder centrerad över märket.

4.4.4.2 Lägg stålröret berett enligt 4.4.3 horisontellt på blycylindrarna, så att rörets axel ligger parallellt med stålblockets mittlinje och den svetsade änden av röret sticker ut 50 mm från stålcylinder nr 6. För att hindra röret från att rulla kan små träkilar sättas in mellan blycylindrarnas överdelar och rörväggen (en på vardera sidan) eller ett träkors placeras mellan röret och stålblocket.

Anmärkning: Se till att röret är i kontakt med alla sex blycylindrarna. Om röret är lite böjt kan detta kompenseras genom att det roteras kring sin längdsaxel, och om någon av blycylindrarna är för hög (100 mm) kan den försiktigt knackas ned till rätt höjd med en hammare.

4.4.5 Förberedelse för detonation

4.4.5.1 Sätt upp utrustningen enligt 4.4.4 i en bunker eller lämpligt förberedd underjordisk plats (t.ex. en gruva eller tunnel). Stålrörets temperatur skall hållas vid 20 (± 5) °C före detonationen.

Anmärkning: Om en sådan sprängplats inte finns att tillgå kan arbetet i nödfall utföras i en betongklädd grop, som täcks över med träbalkar. Detonationen kan medföra att stålfragment kastas ut med stor kraft, varför sprängningen bara får utföras på lämpligt avstånd från bostäder och trafikleder.

4.4.5.2 Se till att stubinerna sträcks ut enligt beskrivningen i fotnoten till 4.4.1.1.4 och placeras så horisontellt som möjligt om boosterladdning med sjupunktständning används.

4.4.5.3 Ta till sist bort trästaven och sätt i stället in tändsatsen. Utlös inte sprängningen förrän riskzonen har evakuerats och all personal har tagit skydd.

4.4.5.4 Utlös sprängningen.

4.4.6 Vänta tills all rök (gas och ibland giftiga nedbrytningsprodukter såsom nitrösa gaser) har skingrats, samla upp blycylindrarna och mät deras höjd med ett skjutmått.

Anteckna kompressionsgraden för var och en av blycylindrarna, uttryckt som procentandel av den ursprungliga höjden på 100 mm. Om cylindrarna har deformerats på tvären, notera högsta och lägsta värdet och beräkna genomsnittet.

4.4.7 Om nödvändigt kan en sond användas för kontinuerlig mätning av detonationshastigheten. Denna skall i så fall sättas in längs rörets axel eller dess sidovägg.

4.4.8 Utför två detonationsprovningar på varje prov.

4.5. *Provningsprotokoll*

Värden för följande parametrar skall anges i provningsprotokollet för varje detonationsprovning:

— Faktiskt uppmätta värden för rörets ytterdiameter och väggtjocklek.

— Stålrörets Brinellhårdhet.

▼B

— Rörets och provets temperatur strax före detonationen.

— Provets skenbara täthet (kg/m^3) i stålröret.

— Varje blycylinders höjd efter detonationen, med angivande av respektive cylindernummer.

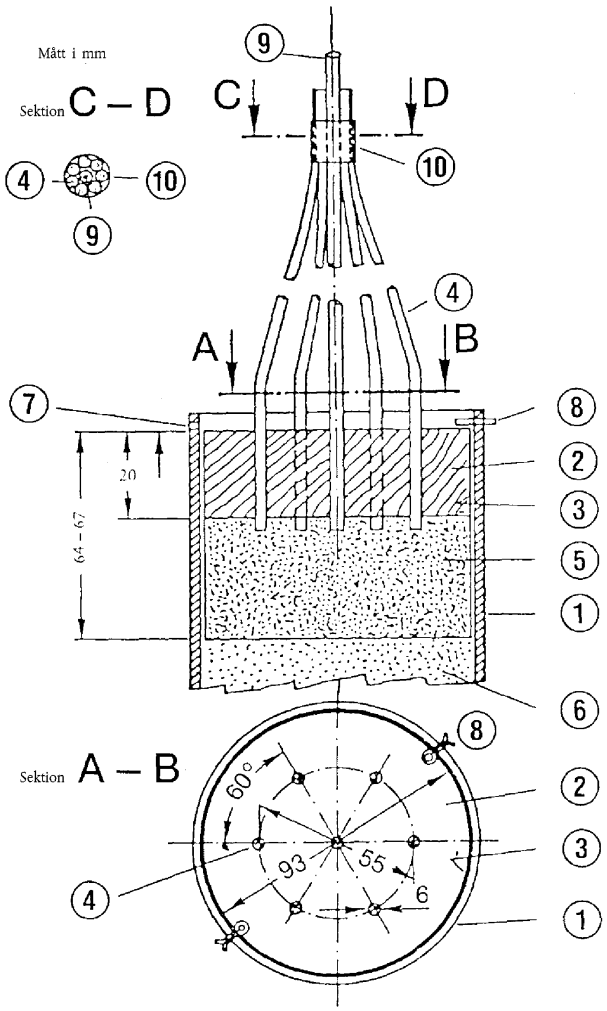
— Initieringsmetod för boosterladdningen.

4.5.1 Bedömning av testresultaten

Om åtminstone en blycylinder inte komprimerats mer än 5 % vid varje detonation, skall provningen anses avgörande och provet anses uppfylla kraven i bilaga III 2.

▼B

Boosterladdning med sjupunktständning



① Stålrör

② Träplatta med sju hål

③ Cylinder av plast eller kartong

④ Detonationsstubiner

⑤ Sprängdeg

⑥ Prov

⑦ Hål på 4 mm borrat för sprint ⑧

⑧ Sprint

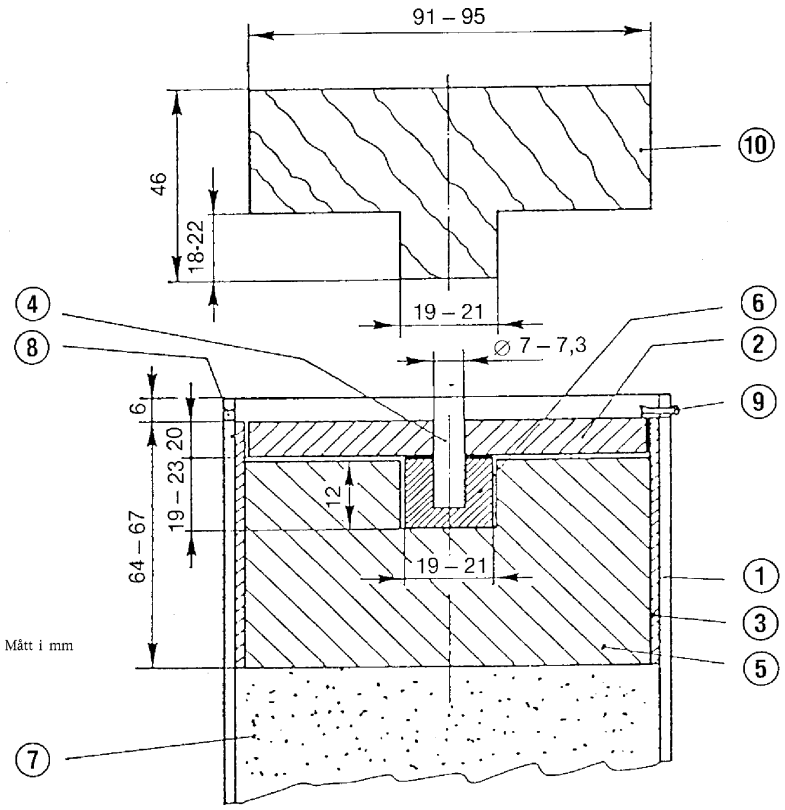
⑨ Trästav omgiven av ④

⑩ Tejp för fixering av ④ kring ⑨

Figur 1

▼B

Boosterladdning med central tändning



① Stålrör

② Träplatta

③ Cylinder av plast eller kartong

④ Trästav

⑤ Sprängdeg

⑥ Kompakterad pellet

⑦ Prov

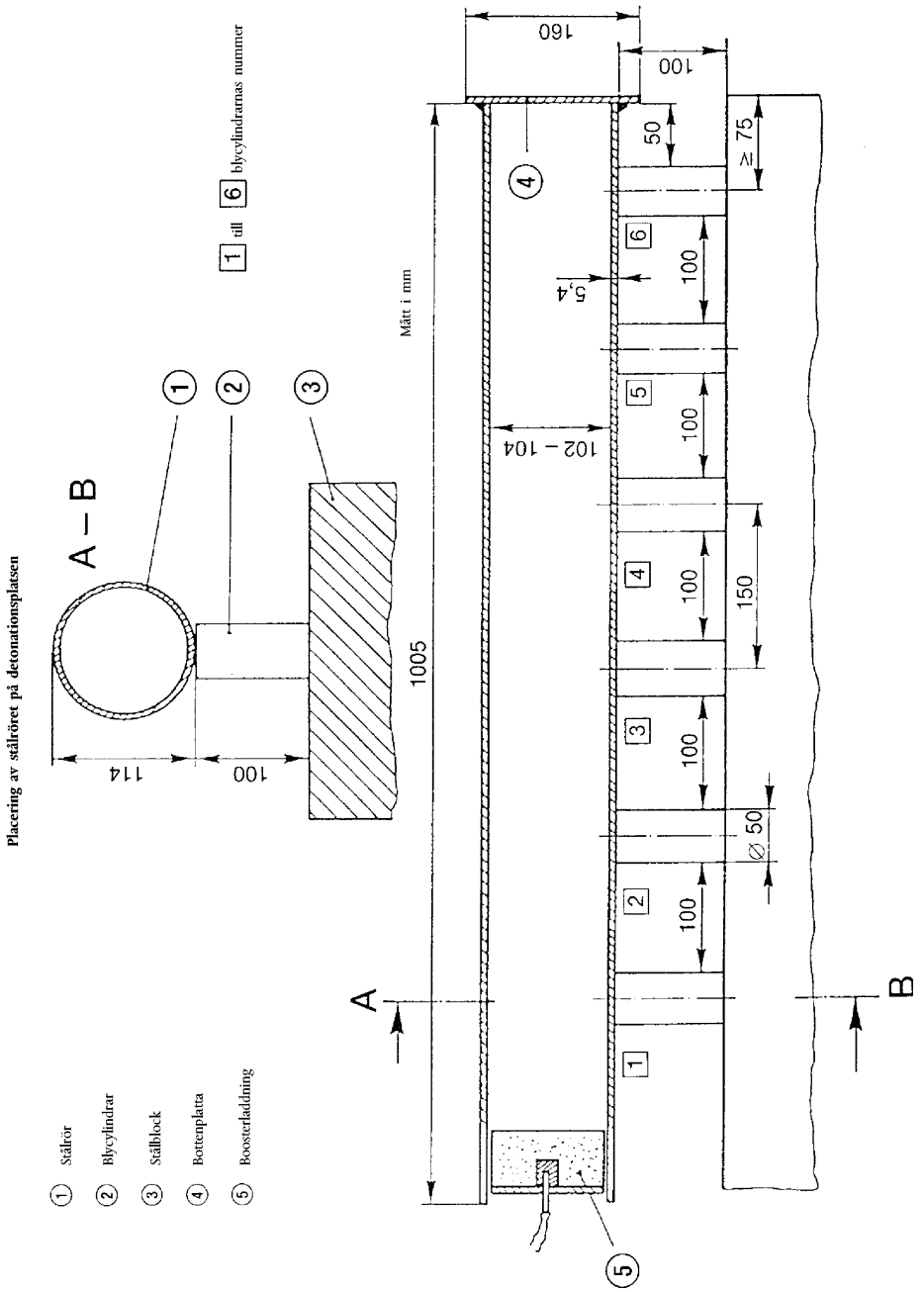
⑧ Hål på 4 mm borrat för sprint ⑨

⑨ Sprint

⑩ Pressverktyg av trä för ⑤

Figur 2

▼B


Placering av stålröret på detonationsplatsen
A – B
114
100
1 till 6 blycylindrarnas nummer
Mått i mm
1005
160
100
50
≥ 75
5,4
102 – 104
150
∅ 50
A
B
① Stålrör
② Blycylindrar
③ Ställblock
④ Bottenplatta
⑤ Boosterladdning

Figur 3

▼B

BILAGA IV

PROVTAGNINGS- OCH ANALYSMETODER

A. PROVTAGNINGSMETOD FÖR GÖDSELMEDEL

INLEDNING

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

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

1. **Ändamål och räckvidd**

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

2. **Ansvariga tjänstemän**

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

3. **Definitioner**

provmängd: en produktmängd som bildar en enhet och har egenskaper som antas vara enhetliga.

stickprov: en mängd som tas från en punkt i denna provmängd.

samlingsprov: en samling stickprov som tagits från samma provmängd.

reducerat prov: en representativ del av samlingsprovet, som erhållits från/ur samlingsprovet genom reducering.

slutligt prov: en representativ del av ett reducerat prov.

4. **Utrustning**

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

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

4.2.1 Manuell provtagning

4.2.1.1 Flatbottnad skovel med vertikala sidor.

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

4.2.2 Mekanisk provtagning

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

4.2.3 Provdelare

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

4.3 *Utrustning som rekommenderas för provtagning av flytande gödselmedel.*

4.3.1 Manuell provtagning

Öppet rör, sond, flaska eller annan lämplig utrustning som gör det möjligt att ta prover slumpvis ur provmängden.

4.3.2 Mekanisk provtagning

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

▼B

5. **Kvantitativa krav**

5.1 *Provmängd*

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

5.2 *Stickprov*

5.2.1 Gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare på högst 100 kg

5.2.1.1 Provmängder på högst 2,5 ton:

Minsta antal stickprov: sju

5.2.1.2 Provmängder på mellan 2,5 ton och 80 ton:

Minsta antal stickprov:
$\sqrt{20}$ gånger det antal ton som provmängden utgör ([1])

5.2.1.3 Provmängder på mer än 80 ton:

Minsta antal stickprov: 40

5.2.2 Fasta gödselmedel i förpackningar eller flytande gödselmedel i behållare (= förpackningar på högst 100 kg)

5.2.2.1 Förpackningar på mer än 1 kg

5.2.2.1.1 Provmängder på mindre än fem förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ([2]): samtliga förpackningar.

5.2.2.1.2 Provmängder på mellan fem och sexton förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ([2]): fyra.

5.2.2.1.3 Provmängder på mellan 17 och 400 förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ([2]):
$\sqrt{\text{det antal förpackningar som provmängden utgör}}$ ([1])

5.2.2.1.4 Provmängder på mer än 400 förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ([2]): 20.

5.2.2.2 Förpackningar på mindre än 1 kg:

Minsta antal förpackningar i provet ([2]): fyra.

5.3 *Samlingsprov*

Det krävs ett samlingsprov per provmängd. Det sammanlagda antalet stickprov i ett samlingsprov måste vara minst följande antal:

5.3.1 Gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare på högst 100 kg: 4 kg.

5.3.2 Fasta gödselmedel i förpackningar eller flytande gödselmedel i behållare (= förpackningar på högst 100 kg)

5.3.2.1 Förpackningar på mer än 1 kg: 4 kg

5.3.2.2 Förpackningar på högst 1 kg: vikten av innehållet i fyra originalförpackningar.

5.3.3 Prov på gödselmedel innehållande ammoniumnitrat för provning enligt bilaga III B: 75 kg

5.4 *Slutliga prov*

Om det behövs tas det slutliga provet från samlingsprovet genom reducering. Minst ett slutligt prov måste analyseras. Vikten på det prov som analyseras får inte vara lägre än 500 g.

5.4.1 Fasta eller flytande gödselmedel

([1]) Om det erhållna talet är ett bråk, skall detta avrundas till närmaste högre heltal.
([2]) För förpackningar på högst 1 kg skall ett stickprov utgöras av innehållet i en ursprunglig förpackning.

▼B

5.4.2 Provtagning på ammoniumnitratgödselmedel

Om det behövs tas det slutliga provet från samlingsprovet genom reducering.

5.4.2.1 Minsta vikt för slutliga prov för provning enligt bilaga III.A: 1 kg

5.4.2.2 Minsta vikt för slutliga prov för provning enligt bilaga III.B: 25 kg

6. **Anvisningar om uttagning, beredning och förpackning av proven**

6.1 *Allmänt*

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

För flytande gödselmedel gäller att provmängden om möjligt skall blandas för provtagningen.

6.2 *Stickprov*

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

6.2.1 Gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare på högst 100 kg

Provmängden skall teoretiskt delas upp i flera ungefär lika stora delar. Ett antal delar som motsvarar antalet stickprov enligt kraven i 5.2 skall väljas ut slumpvis, varefter minst ett prov tas från var och en av dessa delar. Om det inte går att följa kraven i 5.1 vid provtagning av gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare på högst 100 kg skall proven tas när den provade mängden förflyttas (vid lastning eller lossning). I detta fall skall proven tas från slumpvis utvalda, teoretiska delar enligt definitionen här ovan, medan dessa förflyttas.

6.2.2 Fasta gödselmedel i förpackningar eller flytande gödselmedel i behållare (= förpackningar på högst 100 kg)

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

6.3 *Beredning av samlingsprov*

Stickproven skall blandas, så att ett enda samlingsprov erhålls.

6.4 *Beredning av slutligt prov*

Materialet i samlingsprovet skall blandas omsorgsfullt ([1]).

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

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

Vid provning enligt bilaga III, avdelning A och B, skall de slutliga proven hållas vid en temperatur mellan 0 och 25 °C.

7. **Förpackning av slutliga prov**

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

8. **Provningsprotokoll**

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

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

▼B

9. **Provens destination**

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

B. ANALYSMETODER FÖR GÖDSELMEDEL

(Se innehållsförteckning s. 2.)

Allmänna anmärkningar

Laboratorieutrustning

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

Kontrollprovningar

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

Allmänna bestämmelser om metoder för analys av gödselmedel

1. Reagens

Om inget annat anges i analysmetoden skall alla reagenser vara analysrena (p. a.). Där mikronäringsämnen skall analyseras skall reagensernas renhet kontrolleras med ett blindprov. Beroende på det erhållna resultatet kan ytterligare en rening bli nödvändig.

2. Vatten

När metodbeskrivningarna innehåller anvisningar om lösning, utspädning, sköljning eller tvättning utan att direkt ange något lösningsmedel eller utspädningsmedel avses alltid vatten. Normalt skall vattnet vara demineraliserat eller destillerat. I vissa särskilda fall skall vattnet också ha genomgått speciell rening, vilket då nämns i beskrivningen av analysmetoden.

3. Laboratorieutrustning

Den apparatur som beskrivs i samband med analysmetoderna är inte sådan utrustning som normalt används på tillsynslaboratorier utan omfattar sådana specialinstrument och sådan apparatur, som behövs då särskilda krav föreligger. Denna utrustning måste vara absolut ren, framförallt när det gäller att bestämma små mängder. Laboratoriet skall säkerställa att graderingen av använda glaskärl stämmer överens med gällande metrologiska normer.

Metod 1

Provberedning för analys

1. **Tillämpningsområde**

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

2. **Princip**

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

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

▼B

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

3. **Utrustning**

Enkel provdelare (valfri).

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

250 ml-kolvar med proppar.

Mortel med mortelstöt av porslin eller en kvarn.

4. **Val av behandling som skall användas**

Inledande kommentar

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

4.1 *Slutliga prov som inte får malas*

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

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

Dessa är produkter som kräver att vissa analyser utförs utan föregående malning (t.ex. bestämning av malningsfinhet) och andra analyser efter malning. De omfattar alla de sammansatta gödselmedel som innehåller följande fosfater: basisk slagg, aluminiumkalciumfosfat, kalcinerat fosfat, mjuk malen råfosfat och råfosfat som delvis gjorts lösligt. För detta ändamål delar man upp det slutliga provet i två delar, som är så identiska som möjligt, med hjälp av en provdelare eller genom kvartering.

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

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

5. **Metod**

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

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

6. **Specialfall**

a) Gödselmedel som innehåller en blandning av flera kristallkategorier

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

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

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

c) Produkter som sönderfaller vid uppvärmning

▼B

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

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

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

Metod 2

Kväve

Metod 2.1

Bestämning av kväve som ammoniak

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpning**

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

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

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Utspädd saltsyra: en del HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten

▼M4

4.2	Svavelsyra 0,05 mol/l	för variant *a*
4.3	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,1 mol/l	
4.4	Svavelsyra 0,1 mol/l	för variant *b* (se anmärkning 2)
4.5	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l	
4.6	Svavelsyra 0,25 mol/l	för variant c (se anmärkning 2)
4.7	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l	

▼B

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

▼B

4.9 *Indikatorlösningar.*

4.9.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.9.2 Metylröttindikator.

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

4.10 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.11 Ammoniumsulfat, pro analysi

5. **Utrustning**

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

Anmärkning 1

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

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

5.3 En 500 ml-mätkolv

5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Analysmetod**

7.1 *Beredning av lösningen*

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

a) Produkter som är helt lösliga i vatten

Fyll på flaskan med den mängd vatten som behövs för att lösa upp provet. När zinken är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

b) Produkter som inte är helt lösliga i vatten

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

7.2 *Analys av lösningen*

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

▼B

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

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

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

Anmärkning 2

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

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

Redovisa analysresultatet som den procentuella andelen ammoniakkväve i det gödselmedel som erhållits för analys.

9. **Bilagor**

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

([1]) Mängden ammoniak-kväve i alikvot enligt tabell 1 blir ungefär:
— 0,15 g för variant a
— 0,10 g för variant b
— 0,20 g för variant c.

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

▼B

Tabell 1

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

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

Variant a

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 50 mg.

▼M4

Svavelsyra 0,05 mol/l som skall tillsättas förlaget: 50 ml.

▼B

Återtirering med NaOH eller KOH 0,1 mol/l.

Innehålls-deklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet (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) För redovisningsformeln gäller:

— 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtireringen;
— F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

Variant b

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 100 mg.

▼M4

Svavelsyra 0,1 mol/l som skall tillsättas förlaget: 50 ml.

▼B

Återtirering med NaOH eller KOH 0,2 mol/l.

Innehålls-deklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet (a) (% N = (50 - A) F)
0–5	10	500	100	(50 – A) × 0,14
5–10	10	500	50	(50 – A) × 0,28
10–15	7	500	50	(50 – A) × 0,40
15–20	5	500	50	(50 – A) × 0,56
20–40	7	500	20	(50 – A) × 1,00

(a) För redovisningsformeln gäller:

— 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtireringen;
— F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

▼B

Variant c

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 200 mg.

▼M4

Svavelsyra 0,25 mol/l som skall tillsättas förlaget: 35 ml.

▼B

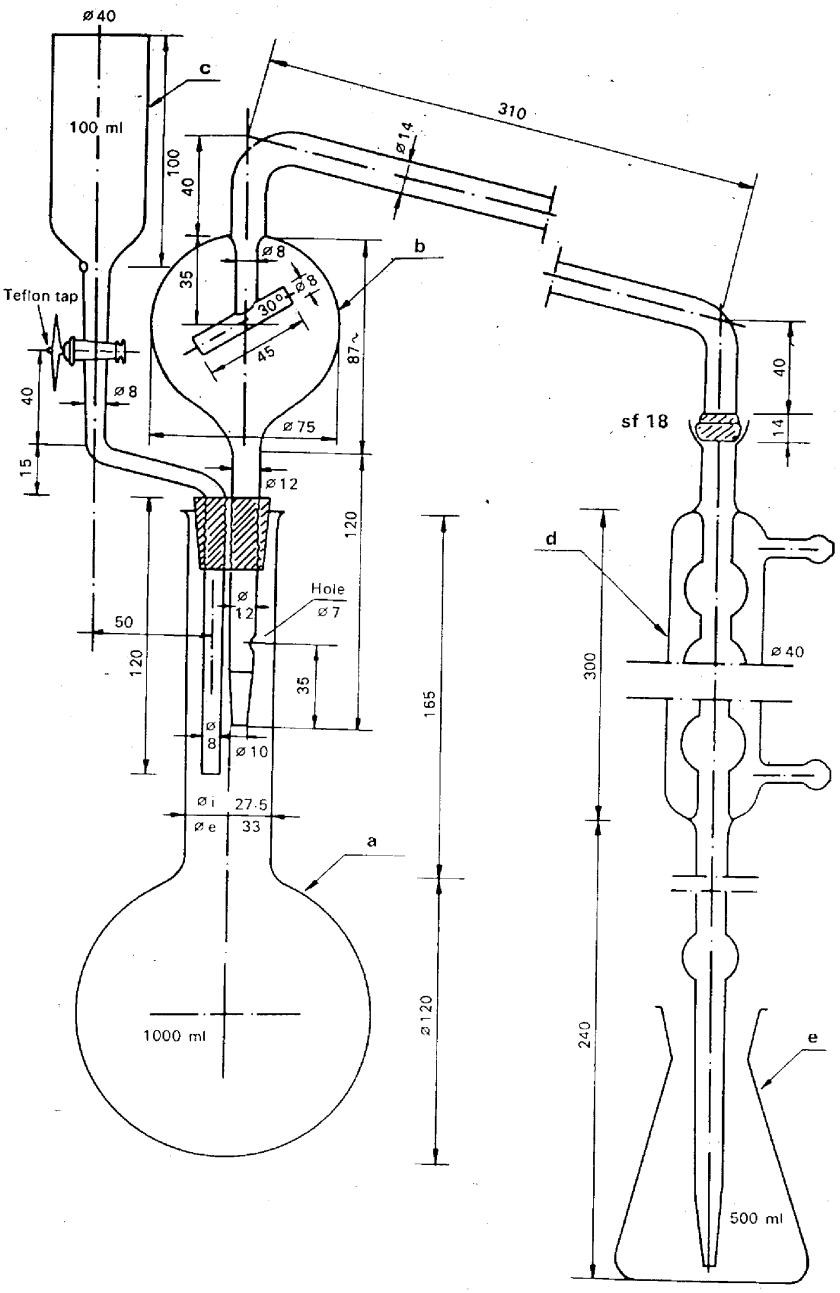
Återtirering med NaOH eller KOH 0,5 mol/l.

Innehålls-deklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet (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) För redovisningsformeln gäller:

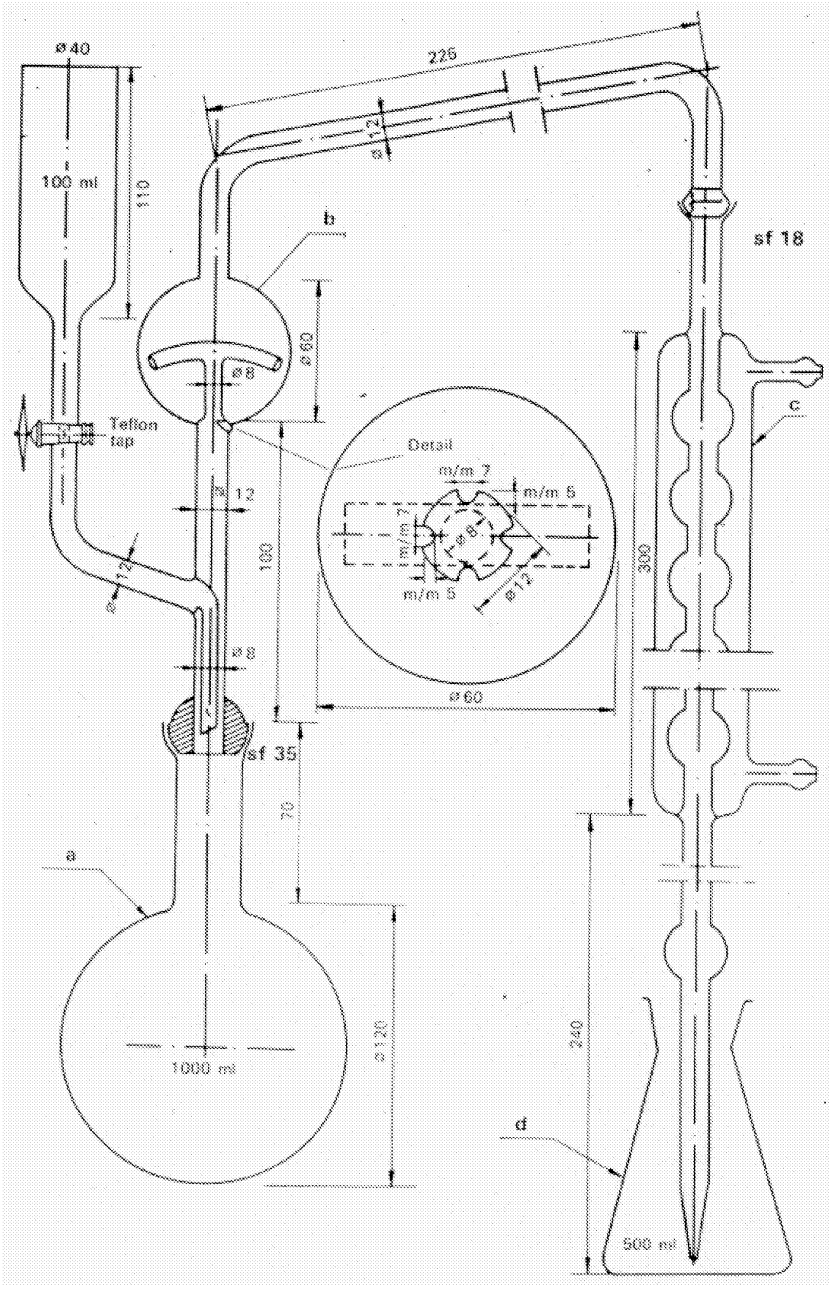
— 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;
— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtireringen;
— F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

▼B


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

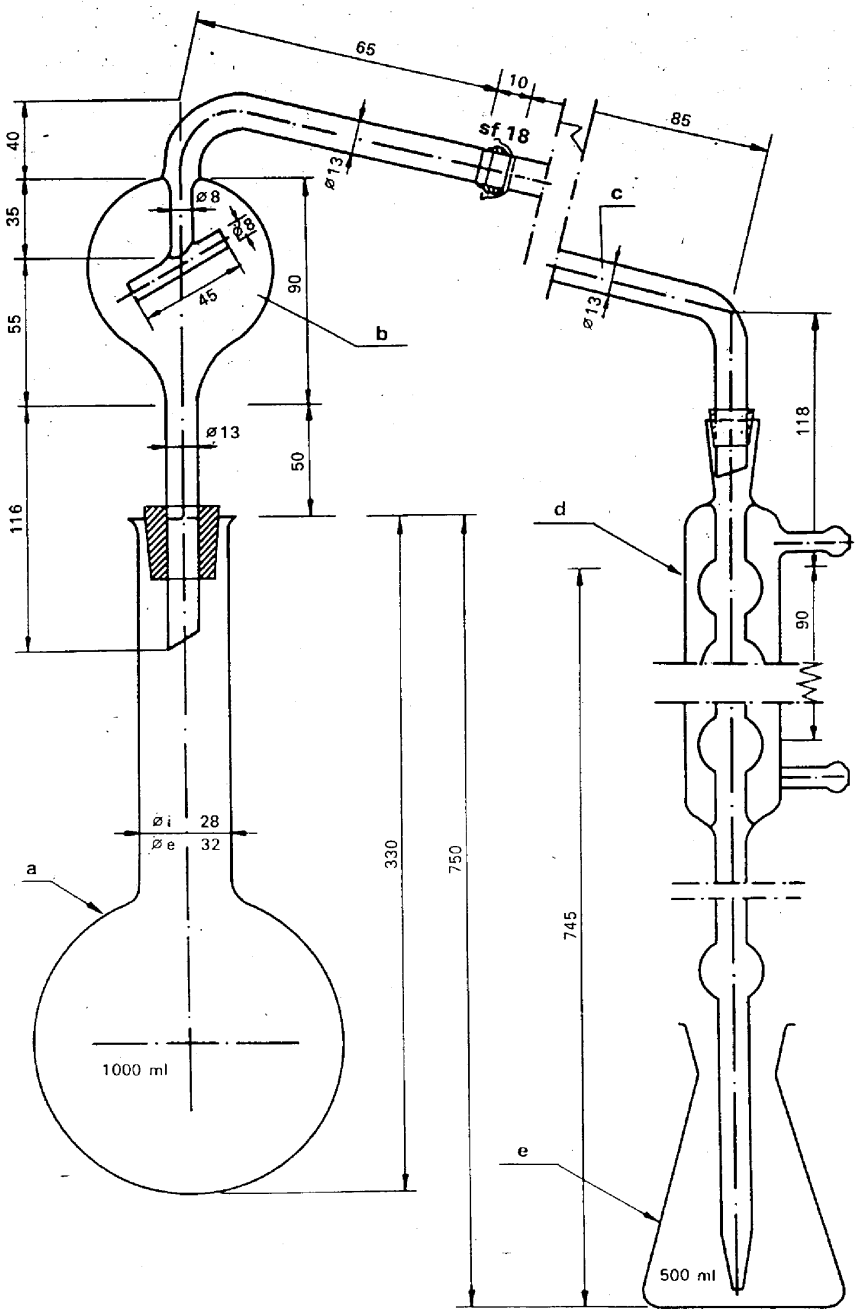
Figur 1

▼**B**


ø40
225
ø12
100 ml
110
b
sf 18
ø60
ø8
Teflon tap
Detail
m/m 7
m/m 5
m/m 7
ø8
m/m 5
ø12
c
ø12
100
300
ø12
ø8
ø60
sf 35
70
a
ø120
1000 ml
240
d
500 ml

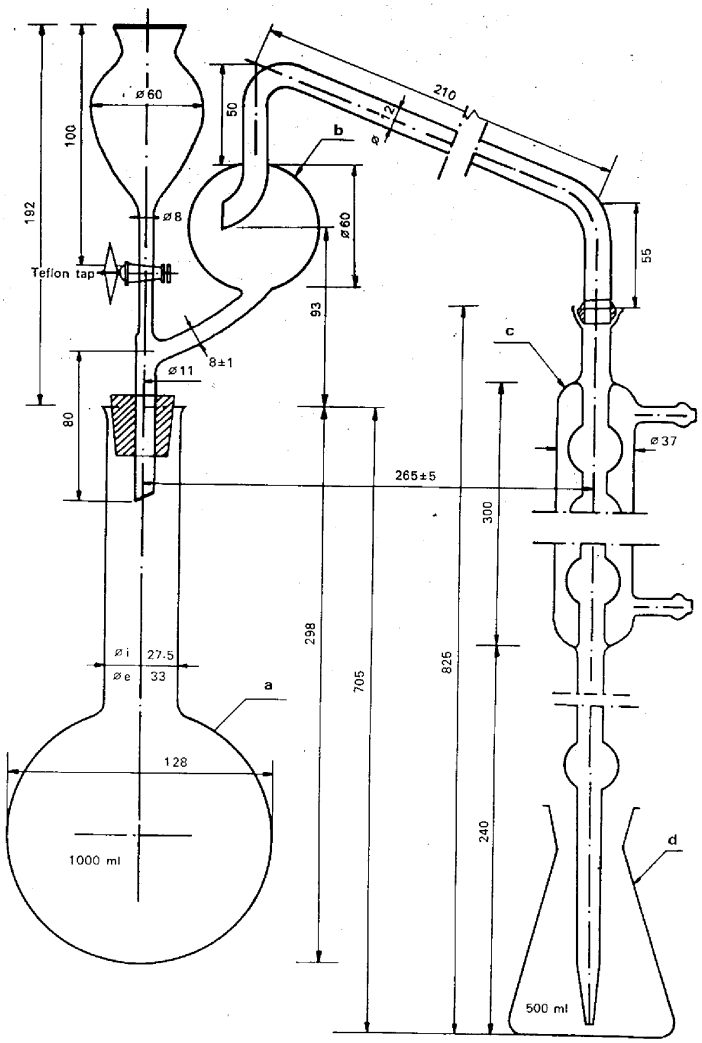
Figur 2

▼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


ø60
100
192
ø8
Teflon tap
50
b
ø60
93
210
ø12
55
c
8±1
ø11
80
ø37
265±5
300
298
705
825
ø i 27.5
ø e 33
a
128
1000 ml
240
d
500 ml

Figur 4

▼B

Förklaringar till fig. 1, 2, 3 och 4

Figur 1

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1 000 ml.

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

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

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

e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 2

a) Rundkolv med kort hals, kapacitet 1 000 ml, med kulslipning (nr 35).

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

c) Ahlinkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang.

d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 3

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1 000 ml, med utkragad mynning.

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

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

d) Ahlinkylare (sex kulor) med utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang.

e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 4

a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1 000 ml, med utkragad mynning.

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

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

d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

▼B

Metod 2.2

Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak

Metod 2.2.1

Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Ulsch

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

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

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Utspädd saltsyra: en del HCl (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten

▼M4

4.2 Svavelsyra 0,05 mol/l

▼B

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 mol/l.

4.4 Svavelsyralösning, ca 30 %-ig H_2SO_4 (massa/volym), ammoniakfri

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

4.6 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

4.7 *Indikatorlösningar*

4.7.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.7.2 Metylröttindikator.

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

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

4.8 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.9 Natriumnitrat, pro analysi

5. **Utrustning**

Se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”.

▼B

6. **Beredning av provet**

Se metod 1 ”Provberedning”.

7. **Analysmetod**

7.1 *Beredning av lösningen*

Se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”.

7.2 *Förfarande*

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

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

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

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Metod 2.2.2

Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Arnd

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Se metod 2.2.1.

3. **Princip**

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

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

4. **Reagens**

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

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

▼M4

4.2	Svavelsyra 0,05 mol/l	för variant *a*
4.3	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,1 mol/l	
4.4	Svavelsyra: 0,1 mol/l	för variant *b* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.5	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l	
4.6	Svavelsyra: 0,25 mol/l	för variant *c* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.7	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 Natriumhydroxidlösning: ca 2 mol/l.

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

4.10 *20 %-ig lösning av magnesiumklorid*

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

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

4.11 *Indikatorlösningar*

4.11.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.11.2 Metylröttindikator.

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

4.11.3 Indikatorlösning av kongorött

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

4.12 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.13 Natriumnitrat, pro analysi

5. **Utrustning**

Se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Analysmetod**

7.1 *Beredning av lösningen för analys.*

Se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”.

▼B

7.2 *Analys av lösningen*

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

Tag en lämplig alikvot av den klara lösningen enligt tabell 1. Placera den i destillationskolven.

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

Anmärkning 1

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

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

7.3 *Blindtest*

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

▼M4

7.4 *Kontrollprovningar*

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

▼B

8. **Redovisning av resultatet**

Se metod 2.2.1.

Metod 2.2.3

Bestämning av kväve som nitrat och ammoniak enligt Devarda

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Se metod 2.2.1.

3. **Princip**

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

▼B

4. **Reagens**

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

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

▼M4

4.2	Svavelsyra: 0,05 mol/l	för variant *a*
4.3	Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 mol/l	
4.4	Svavelsyra: 0,1 mol/l	för variant *b* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.5	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l	
4.6	Svavelsyra: 0,25 mol/l	för variant *c* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.7	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l	

▼B

4.8 *Devardas legering pro analysi*

Pulveriserad så att 90-100 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,25 mm^2 och 50-75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,075 mm^2.

Förförpackade flaskor med högst 100 g rekommenderas.

4.9 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

4.10 *Indikatorlösningar*

4.10.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.10.2 Metylröttindikator

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

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

4.11 Etanol, 95-96 %-ig

4.12 Natriumnitrat, pro analysi

5. **Utrustning**

Se metod 2.1.

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

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

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

5.3 En 500 ml-mätkolv

▼B

5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av lösningen för analys.*

Se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”.

7.2 *Analys av lösningen*

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

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

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

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

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

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

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

Anmärkning 2

När det förekommer kalciumsalter såsom kalciumnitrat och kalciumammoniumnitrat, måste man förhindra bildning av $Ca(OH)_2$ genom att före destillationen tillsätta 0,700 g natriumfosfat (Na_2HPO_4 7 $2H_2O$) för varje gram i den uttagna delen av provet.

7.3 *Blindtest*

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

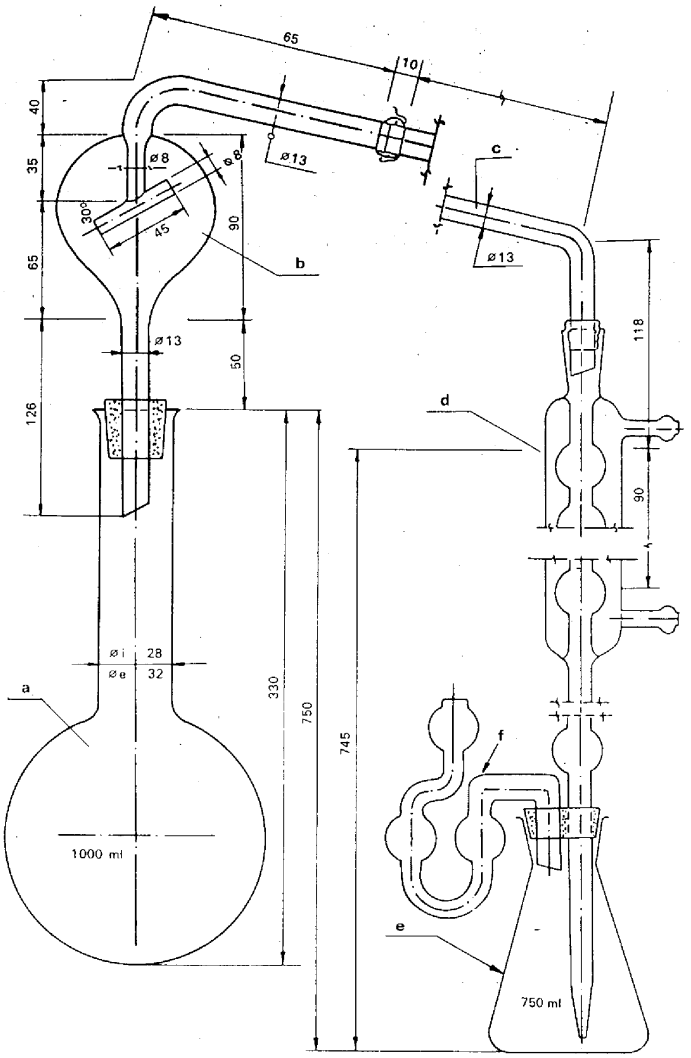
7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

Se metod 2.2.1.

▼B



Figur 5

Förklaring till figur 5

a) Långhalsad 750 ml-rundkolv (1 000 ml) med utkragad mynning.

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

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

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

e) 750 ml-kolv som förlag.

f) Bubbelfälla för att förhindra ammoniakförlust.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

▼B

Metod 2.3

Bestämning av kväve totalt

Metod 2.3.1

Bestämning av den totala förekomsten av kväve i nitratfri kalciumcyanamid

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Uteslutande för kalciumcyanamid (nitratfri).

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Utspädd svavelsyra (d_{20} = 1,54 g/ml): en del svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml) och en del vatten

4.2 Ammoniumsulfat, pro analysi

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

4.4 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

▼M4

4.5	Svavelsyra: 0,05 mol/l	för variant *a* (se metod 2.1)
4.6	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,1 mol/l	
4.7	Svavelsyra: 0,1 mol/l	för variant *b* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.8	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l	
4.9	Svavelsyra: 0,25 mol/l	för variant *c* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.10	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l	

▼B

4.11 *Indikatorlösningar*

4.11.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

▼B

4.11.2 Metylröttindikator

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

4.12 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.13 Kaliumtiocyanat, pro analysi

5. **Utrustning**

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

5.2 Långhalsad Kjeldahlkolv av lämplig storlek

5.3 Pipetter på 50, 100 och 200 ml.

5.4 En 250 ml-mätkolv

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av lösningen för analys.*

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

7.2 *Analys av lösningen*

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

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Variant a: % N = (50 - A) × 0,7

Variant b: % N = (50 - A) × 0,7

Variant c: % N = (35 - A) × 0,875

Metod 2.3.2

Bestämning av total förekomst av kväve i kalciumcyanamid som innehåller nitrater

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Metoden är tillämplig på kalciumcyanamid som innehåller nitrater.

▼B

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

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

4.2 Pulveriserat järn, reducerat i väte

4.3 Kaliumsulfat, finpulveriserat, pro analysi

▼M4

4.4	Svavelsyra: 0,05 mol/l	för variant *a* (se metod 2.1)
4.5	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,1 mol/l	
4.6	Svavelsyra: 0,1 mol/l	för variant *b* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.7	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l	
4.8	Svavelsyra: 0,25 mol/l	för variant *c* (se anmärkning 2, metod 2.1)
4.9	Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l	

▼B

4.10 *Indikatorlösningar*

4.10.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.10.2 Metylröttindikator

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

4.11 *Lösning av tennklorid*

Lös 120 g $SnCl_2$ $2H_2O$ i 400 ml koncentrerad saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) och fyll på vatten så att det blir en liter. Lösningen måste vara fullständigt klar och skall beredas omedelbart före användningen. Kom ihåg att kontrollera tennkloridens reduceringsförmåga.

Anmärkning

Lös 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ i 2 ml koncentrerad saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) och fyll på vatten så att det blir en liter. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och så mycket natriumbikarbonat som behövs för att lösningen skall reagera basiskt vid ett prov med lackmus.

Titrera med 0,1 mol/l jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.

1 ml jodlösning 0,1 mol/l motsvarar 0,01128 g $SnCl_2$ 7 $2H_2O.2H_2O$.

▼B

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

4.12 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

4.13 *En standardlösning av nitrat-ammoniak*

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

4.14 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

5. **Utrustning**

Se metod 2.3.1.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av lösningen*

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

7.2 *Analys av lösningen*

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

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

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

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Variant a: % N = (50 - A) × 0,7

Variant b: % N = (50 - A) × 0,7

Variant c: % N = (35 - A) × 0,875

▼B

Metod 2.3.3

Bestämning av total förekomst av kväve i urea

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Metoden används uteslutande för nitratfria gödselmedel av urea.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Koncentrerad svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

▼M4

4.3 Svavelsyra: 0,05 mol/l

4.4 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,1 mol/l

} för variant *a* (se metod 2.1)

4.5 Svavelsyra: 0,1 mol/l

4.6 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,2 mol/l

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

4.7 Svavelsyra: 0,25 mol/l

4.8 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, karbonatfri: 0,5 mol/l

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

▼B

4.9 *Indikatorlösningar*

4.9.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.9.2 Metylröttindikator.

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

4.10 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.11 Urea, pro analysi

5. **Utrustning**

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

5.2 En 500 ml-mätkolv

▼B

5.3 Pipetter på 25, 50 och 100 ml.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av lösningen*

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

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

7.2 *Analys av lösningen*

Överför med en precisionspipett 25, 50 eller 100 ml av den erhållna vätskan till destillationskolven, beroende på vilken variant som har valts (se metod 2.1). Destillera ammoniak enligt beskrivningen i metod 2.1 och tillsätt så mycket NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) (4.2) till destillationskolven som behövs för att ge ett ordentligt överskott.

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Variant a: % N = (50 - A) × 1,12

Variant b: % N = (50 - A) × 1,12

Variant c: % N = (35 - A) × 1,40

Metod 2.4

Bestämning av kväve som cyanamid

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Kalciumcyanamid och blandningar av kalciumcyanamid och nitrat.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Ättiksyra

4.2 Ammoniaklösning innehållande 10 % (massprocent) ammoniakgas (d_{20} = 0,96 g/ml)

▼B

4.3 *Ammoniakalisk silverlösning (Tollens reagens)*

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

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

4.4 Koncentrerad svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.5 Ammoniumsulfat, pro analysi

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

4.7 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH (d_{20} = 1,33 g/ml) ammoniakfri

▼M4

4.8 Svavelsyra: 0,05 mol/l

▼B

4.9 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, 0,1 mol/l.

4.10 *Indikatorlösningar*

4.10.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.10.2 Metylröttindikator.

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

4.11 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats

4.12 Kaliumtiocyanat, pro analysi

5. **Utrustning**

5.1 Destillationsutrustning, se metod 2.1 ”Bestämning av kväve som ammoniak”

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

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

5.4 En 50 ml-pipett

5.5 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Säkerhetsåtgärder*

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

7.2 *Beredning av lösningen för analys*

Väg in 2,5 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en liten glasmortel. Finfördela provet i vatten tre gånger efter varandra och häll varje gång av vattnet i en 500 ml-Stohmannkolv. Överför kvantitativt provet till Stohmannkolven, tvätta morteln, mortelstöten

▼B

och tratten med vatten. Fyll på vatten så att det blir ungefär 400 ml. Låt skaka i den roterande skakapparaten i två timmar (5.5).

Fyll till 500 ml med vatten, blanda och filtrera.

Analysen måste utföras så snabbt som möjligt.

7.3 *Analys av lösningen*

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

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

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

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

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

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

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

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

7.4 *Blindtest*

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

7.5 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

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

Metod 2.5

Spektrofotometrisk bestämning av biuret i urea

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller enbart för urea.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Metanol

▼M4

4.2 Svavelsyralösning, ca 0,05 mol/l

▼B

4.3 Natriumhydroxidlösning, ca 0,1 mol/l.

4.4 *Alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat*

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

4.5 *Kopparsulfatlösning*

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

4.6 *Standardlösning av biuret, som används direkt efter beredningen*

Lös 0,250 g ren biuret ([1]) i vatten i en mätkolv på 250 ml. Fyll på så att det blir 250 ml. 1 ml av denna lösning innehåller 0.001 g biuret.

4.7 *Indikatorlösning*

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

5. **Utrustning**

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

5.2 Mätkolvar på 100, 250 och 1 000 ml.

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

5.4 En 250 ml-bägare

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Uppritning av kalibreringskurva*

Överför alikvoter av den ställda biuretlösningen (4.6) på 0, 2, 5, 10, 20, 25 och 50 ml till en serie på sju mätkolvar på 100 ml. ►M4 Fyll på vatten så att det blir ungefär 50 ml, tillsätt 1 droppe indikatorlösning (4.7) och neutralisera om så behövs med svavelsyra 0,05 mol/l (4.2). ◄ Rör i 20 ml alkalisk tartratlösning (4.4) och därefter 20 ml kopparsulfatlösning (4.5).

Anmärkning

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

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

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

Rita upp kalibreringskurvan med absorbansvärdena på ordinatan (5) och motsvarande mängder biuret i mg på abskissan.

7.2 *Beredning av den lösning som skall analyseras*

Väg in 10 g av ämnet, med en noggrannhet på 0,001 g; lös i ca 150 ml vatten i en 250 ml-mätkolv och fyll till märket. Filtrera om så behövs.

([1]) Biuret kan renas i förväg genom tvättning med ammoniaklösning (10 %), därefter med aceton och torkning i vacuum.

([2]) Se punkt 9 i ”Bilagan”.

▼B

Anmärkning 1

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

Anmärkning 2

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

7.3 *Bestämning*

▼M4

Överför 25 eller 50 ml (beroende på antagen biurethalt) från den lösning som nämns i 7.2 med en pipett till en 100 ml mätkolv, neutralisera vid behov med ett 0,05 mol/l eller 0,1 mol/l reagens (4.2 eller 4.3) med metylrött som indikator och tillsätt 20 ml alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat (4.4) och 20 ml kopparlösning (4.5) med samma noggrannhet som när standardkurvan ritades upp. Fyll på vatten till märket, blanda noga och låt stå i 15 minuter vid 30 (± 2) °C.

▼B

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Avläs halten biuret från kalibreringskurvan, där ”C” är massan i mg,

”V” är den uttagna alikvotens volym:

9. **Bilaga**

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

— transmissionsfaktor:$T = \frac{J}{J_o}$

— graden av ogenomskinlighet, ”opaciteten”:$O = \frac{J_o}{J}$

— optisk täthet:$E = \log O$

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

— koefficient för specifik optisk täthet:$K = \frac{E}{C \times S}$

där

s= skiktets tjocklek i cm.

c= koncentration i mg per liter.

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

▼B

Metod 2.6

Bestämning av olika former av kväve i samma prov

Metod 2.6.1

Bestämning av olika former av kväve i samma prov av gödselmedel som innehåller kväve som nitrat, ammoniak, urea och cyanamid

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Varje gödselmedel i bilaga I som innehåller kväve i olika former.

3. **Princip**

3.1 *Lösligt och olösligt kväve totalt*

Enligt listan över standardgödselmedel (bilaga 1) gäller denna bestämning produkter som innehåller kalciumcyanamid.

3.1.1 Om inga nitrater förekommer, mineraliseras provet genom direkt Kjeldahluppslutning

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

I båda fallen bestäms ammoniaken enligt metod 2.1.

Anmärkning

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

3.2 *Former av lösligt kväve*

Nedanstående bestäms ur olika alikvoter som tas från samma provlösning:

3.2.1 Allt lösligt kväve.

3.2.1.1 i frånvaro av nitrater genom direkt Kjeldahluppslutning

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

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

3.2.3 Kväve som nitrat genom skillnadsbestämning:

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

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

3.2.4 Kväve som ammoniak:

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

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

3.2.5 Kväve som urea:

▼B

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

eller

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

eller

3.2.5.3 genom skillnadsbestämning enligt följande tabell:

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

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Ammoniumsulfat, pro analysi

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

4.3 Kaliumtiocyanat, pro analysi

4.4 Kaliumnitrat, pro analysi

4.5 Ammoniumsulfat, pro analysi

4.6 Urea, pro analysi

4.7 Utspädd svavelsyra i förhållandet 1: 1 (volym): en del svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml) i en del vatten

▼M4

4.8 Ställd svavelsyralösning: 0,1 mol/l

▼B

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

4.10 Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,2 mol/l, karbonatfri

4.11 *Tenn(II)kloridlösning*

Lös 120 g $SnCl_2.2H_2O$ i 400 ml koncentrerad saltsyra (d_{20} = 1.18 g/ml) och fyll på vatten så att det blir en liter. Lösningen måste vara absolut klar och skall beredas omedelbart före användning.

Anmärkning

Det är viktigt att man kontrollerar tenn(II)kloridens reduceringsförmåga. Lös 0,5 g $SnCl_2.2H_2O$ i 2 ml koncentrerad saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) och fyll på vatten så att det blir 50 ml. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och därefter så mycket natriumbikarbonat som krävs för att lösningen skall ge alkaliskt utslag på lackmuspapper.

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

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

▼B

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

4.12 Svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.13 Utspädd saltsyra: en del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten

4.14 Ättiksyra: 96 till 100 %

4.15 Lösning av svavelsyra, innehållande ungefär 30 % H_2SO_4 (massa/volym)

4.16 Järnsulfat, kristallin $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.17 Ställd svavelsyralösning: 0,05 mol/ll

▼B

4.18 Oktylalkohol

4.19 Mättad kaliumkarbonatlösning

4.20 Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,1 mol/l, karbonatfri

4.21 Mättad bariumhydroxidlösning

4.22 Natriumkarbonatlösning: 10 % (massa/volym)

4.23 Saltsyralösning, 2 mol/l.

4.24 Ställd svavelsyralösning: 0,1 mol/l

4.25 *Ureaslösning*

Tillsätt 0,5 g aktiv ureas till 100 ml destillerat vatten. Justera pH-värdet till 5,4 med 0,1 mol/l saltsyra (4.24), varvid värdet mäts med en pH-mätare.

4.26 *Xanthydrol*

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

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

4.28 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

4.29 *Indikatorlösningar*

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.29.2 Metylröttindikator.

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

4.30 *Indikatorpapper*

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

4.31 Etanol eller metanol: lösning 95 %

5. **Utrustning**

5.1 *Destillationsutrustning*

Se metod 2.1.

▼B

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

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

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

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

5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

5.5 pH-mätare

5.6 Justerbar ugn

5.7 *Glasutrustning:*

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

långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar,

mätkolvar på 100, 250, 500 och 1 000 ml

deglar av sintrat glas, pordiameter 5-15 μ

mortlar.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Analysteknik**

7.1 *Lösligt och olösligt kväve totalt*

7.1.1 Utan nitrater

7.1.1.1 Uppslutning

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

7.1.1.2 Destillation av ammoniak

►M4 Överför med en precisionspipett 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) till förlaget. ◄ Tillsätt indikatorlösning (4.29.1 eller 4.29.2). Se till att kylarens spets är minst 1 cm under lösningens yta.

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

▼B

7.1.1.3 Blindtest

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

7.1.1.4 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

▼B

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

M= provets vikt i gram.

7.1.2 Vid förekomst av nitrat

7.1.2.1 Prov

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

7.1.2.2 Reduktion av nitratet

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

7.1.2.3 Kjeldahluppslutning

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

7.1.2.4 Analys av lösningen

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

7.1.2.5 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.1.2.6 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

▼B

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

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

▼B

7.2 *Former av lösligt kväve*

7.2.1 Beredning av den lösning som skall analyseras

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

7.2.1.1 För gödselmedel som inte innehåller kväve som cyanamid

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

7.2.1.2 För gödselmedel som innehåller kväve som cyanamid

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

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

7.2.2 Allt lösligt kväve

7.2.2.1 Utan nitrat

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

7.2.2.2 Vid förekomst av nitrat

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

7.2.2.3 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.2.4 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

▼B

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

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

7.2.3 Totalt lösligt kväve med undantag av kväve som nitrat

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

7.2.3.1 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.3.2 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

▼B

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

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

7.2.4 Kväve som nitrat

7.2.4.1 Utan kalciumcyanamid

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

7.2.4.2 Vid förekomst av kalciumcyanamid

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

7.2.5 Kväve som ammoniak

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

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

▼B

7.2.5.2 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

▼B

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

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

7.2.5.3 Vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid

►M4 Överför med precisionspipett till apparatens torra kolv (5.2) en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 20 mg kväve som ammoniak. Montera sedan utrustningen. Överför med pipett 50 ml ställd 0,05 mol/l svavelsyralösning (4.17) till en 300 ml Erlenmeyerkolv och så mycket destillerat vatten att vätskans yta kommer cirka 5 cm ovanför inloppsrörets öppning. ◄ Häll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktyalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen. Gör sedan lösningen alkalisk med 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.19) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. För detta erfordras en kraftig luftström (ca 3 liter per minut), som på förhand skall renas genom passering genom tvättflaskor som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man också arbeta i vacuum (vattensug), under förutsättning att inloppsröret är tillräckligt lufttätt anslutet till det kärl där ammoniaken samlas upp. Elimineringen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter tre timmar. Det är dock lämpligt att säkerställa detta genom att byta ut mottagarkolven. När detta är klart skiljer man kolven från utrustningen och sköljer spetsen på röret och kolvens sidor med lite destillerat vatten. Titrera överskottet syra med en ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.20) tills indikatorn gråfärgas (4.29.1).

7.2.5.4 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.5.5 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en ställd 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning som används för blindtestet, som utförs genom överföring av 50 ml ställd 0,05 mol/l svavelsyralösning (4.17) med en pipett till apparatens Erlenmeyerkolv (5.2),

▼B

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

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

7.2.6 Kväve som urea

7.2.6.1 Ureasmetoden

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) till en 500 ml-mätkolv, varvid alikvoten inte får innehålla mer än 250 mg kväve som urea. För att fälla ut fosfaterna tillsätter man mättad bariumhydroxidlösning (4.21) tills ingen ytterligare fäll-

▼B

ning sker. Eliminera sedan överskottet bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10 %-ig natriumkarbonatlösning (4.22).

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

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

7.2.6.2 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.6.3 Redovisning av resultatet

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

där

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

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

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

Anmärkningar

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

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

7.2.6.4 Gravimetrisk analys med xanthydrol

Överför med precisionspipett till en 250 ml-bägare en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som inte innehåller mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.14). Rör om med en glasstav i en minut och låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera på ett plant filter till en 100 ml-bägare, tvätta med flera milliliter ättiksyra (4.14) och tillsätt sedan 10 ml xanthydrol (4.26) till filtratet, droppe för droppe, under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då i ett par minuter till. Låt sedan lösningen stå i ytterligare en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel, som tidigare torkats och vägts; tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.3) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Placera lösningen i ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt den svalna i en torkugn och väg den.

7.2.6.5 Redovisning av resultatet

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

där

m_1= den erhållna fällningens vikt i gram

▼B

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

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

7.2.6.6 Genom skillnadsberäkning

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

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

7.2.7 Kväve som cyanamid

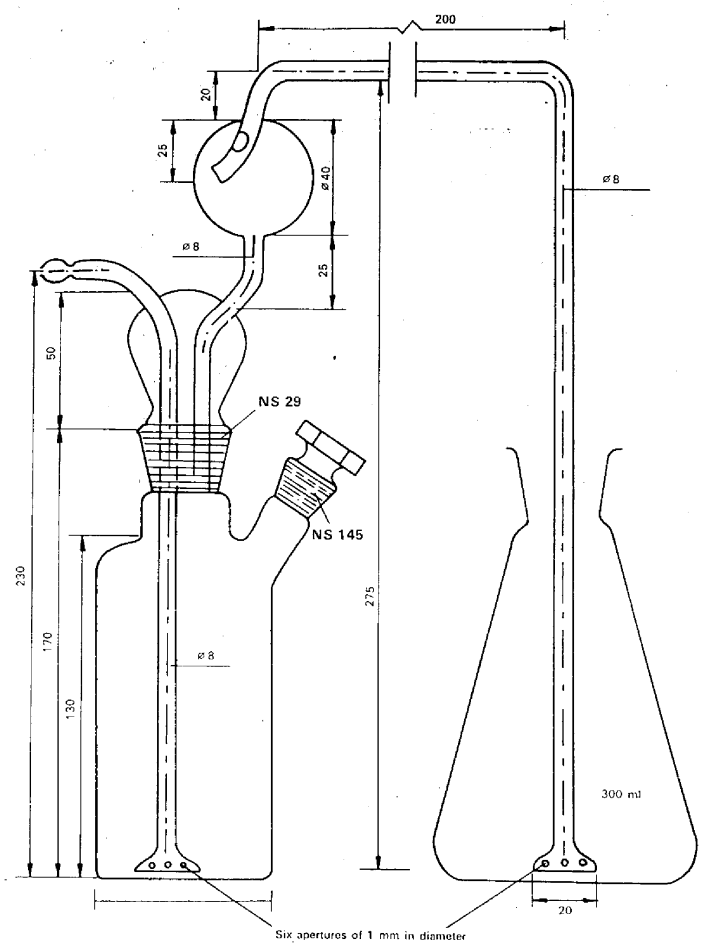
Tag ut en alikvot av filtratet (7.2.1.2) innehållande 10 till 30 mg kväve som cyanamid och placera det i en bägare på 250 ml. Fortsätt analysen enligt metod 2.4.

8. **Redovisning av resultatet**

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

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

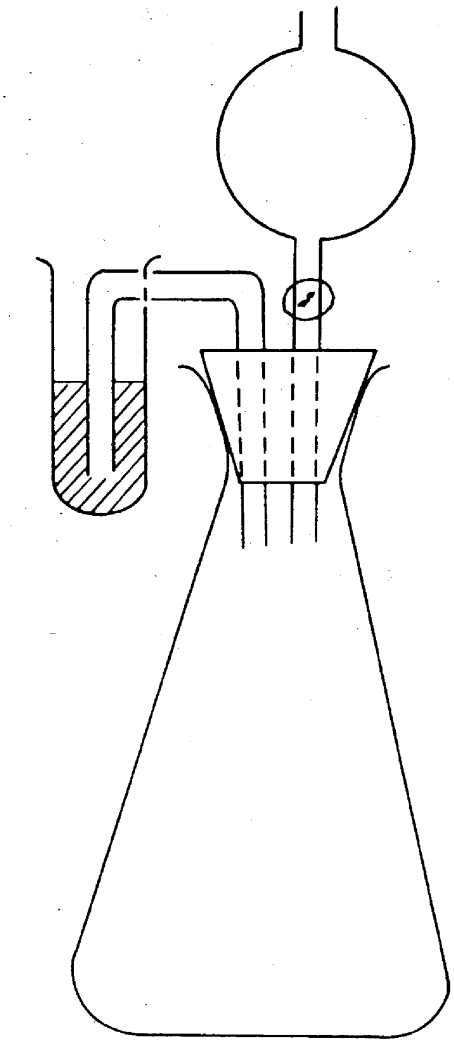
▼B



Figur 6

Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.2.5.3)

▼B



Figur 7

Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.2.6.1)

▼B

Metod 2.6.2

Bestämning av olika former av kväve i gödselmedel innehållande kväve enbart som nitrat, ammoniak och urea

1. **Ändamål**

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

2. **Tillämpningsområde**

Denna metod kan användas för alla gödselmedel som nämns i bilaga I och som innehåller kväve endast som nitrat, ammoniak eller urea.

3. **Princip**

Följande bestämningar skall göras på olika delar av samma provlösning:

3.1 *Allt lösligt kväve.*

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

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

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

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

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

3.5 *Kväve som urea, antingen*

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

3.5.2 genom gravimetrisk analys med xanhydrol: utfälld biuret kan räknas med kväve som urea utan större fel; innehållet förblir i allmänhet lågt i absolut värde i sammansatta gödselmedel;

3.5.3 genom skillnadsberäkning enligt tabellen:

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Ammoniumsulfat, pro analysi

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

4.3 Kaliumnitrat, pro analysi

4.4 Ammoniumsulfat, pro analysi

4.5 Urea, pro analysi

▼M4

4.6 Svavelsyralösning 0,1 mol/l

▼B

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

▼B

4.8 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning: 0,2 mol/l, karbonatfri

4.9 Svavelsyradensitet (d_{20} = 1,84 g/ml)

4.10 Utspädd saltsyra: en del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

4.11 Ättiksyra: 96 till 100 %

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

4.13 Järnsulfat, kristallin $FeSO_4.7H_2O$

▼M4

4.14 Titrerad svavelsyralösning: 0,05 mol/l

▼B

4.15 Oktylalkohol

4.16 Mättad kaliumkarbonatlösning

4.17 Natrium- eller kaliumhydroxidlösning: 0,1 mol/l

4.18 Mättad bariumhydroxidlösning

4.19 Natriumkarbonatlösning: 10 % (massa/volym)

4.20 Saltsyralösning, 2 mol/l

4.21 Saltsyralösning, 0,1 mol/l

4.22 *Ureaslösning*

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

4.23 *Xanthydrol*

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

4.24 *Katalysator*

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

4.25 Pimpstenskorn, tvättade med saltsyra och kalcinerade

4.26 *Indikatorlösningar*

4.26.1 Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.26.2 Metylröttindikator.

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

4.27 *Indikatorpapper*

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

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

5. **Utrustning**

5.1 *Destillationsutrustning*

Se metod 2.1.

▼B

5.2 *Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.5.1)*

Se metod 2.6.1 och fig. 6.

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

Se metod 2.6.1 och fig. 7.

5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

5.5 pH-mätare

5.6 *Glasutrustning:*

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

långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar,

mätkolvar på 100, 250, 500 och 1 000 ml

deglar av sintrat glas, pordiameter 5-15 μm,

mortel.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Metoder**

7.1 *Beredning av lösning som skall analyseras*

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

7.2 *Allt kväve*

7.2.1 Utan nitrater

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

7.2.2 Vid förekomst av nitrater

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

7.2.3 Blindtest

Utför ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och använd resultatet vid beräkningen av slutresultatet.

▼B

7.2.4 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8) som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,1 mol/l svavelsyralösning placeras i utrustningens förlag (4.6),

▼B

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

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

7.3 *Allt kväve utom kväve som nitrat*

7.3.1 Analys

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

7.3.2 Blindtest

Se 7.2.3.

7.3.3 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8) som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.6) överförs med en pipett till utrustningens förlag (4.8),

▼B

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

M= provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som användes för bestämningen.

7.4 *Kväve som nitrat*

Erhålls genom beräkning av skillnaden mellan:

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)

eller

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)

eller

7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6)

▼B

7.5 *Kväve som ammoniak*

7.5.1 Analys

Överför med pipett en del av filtratet (7.1) innehållande högst 20 mg kväve som ammoniak till utrustningens torra kolv (5.2). Montera upp utrustningen. ►M4 Överför med pipett exakt 50 ml titrerad 0,05 mol/l svavelsyralösning (4.14) till 300 ml Erlenmeyerkolven och så mycket destillerat vatten att vätskans nivå kommer cirka 5 cm ovanför inloppsrörets mynning. ◄ Häll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktyalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen. Tillsätt 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.16) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. Det intensiva luftflöde som behövs för detta (ca 3 liter per minut) har tidigare renats genom passering genom tvättflaskor, som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man använda vakuum (vattensugpump), under förutsättning att anslutningarna mellan apparatens delar är lufttäta.

Utdrivningen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter 3 timmar.

Detta bör man emellertid förvissa sig om genom att byta ut Erlenmeyerkolven. När processen är avslutad, lossar man Erlenmeyerkolven från utrustningen, sköljer inloppsrörets ände och kolvens väggar med lite destillerat vatten och titrerar överskottet syra mot en ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.17).

7.5.2 Blindtest

Se 7.2.3.

7.5.3 Redovisning av resultatet

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

där

▼M4

a= antal ml av en titrerad 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.17) som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,05 mol/l svavelsyralösning (4.14) överförs med pipett till apparatens 300 ml Erlenmeyerkolv (5.2),

▼B

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

M= provets massa i gram, närvarande i den alikvot som används för analysen.

7.6 *Kväve som urea*

7.6.1 Ureasmetoden

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

▼B

ven. Titrera överskottet syra med 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.17), tills pH-värdet 5,4 kan avläsas på pH-mätaren.

Anmärkningar

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

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

7.6.2 Blindtest

Se 7.2.3.

7.6.3 Redovisning av resultatet

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

där

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

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

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

7.6.4 Gravimetrisk analys med xanthydrol

Överför med pipett till en 100 ml-bägare en del av filtratet (7.1) som inte får innehålla mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.11). Rör om med en glasstav i en minut. Låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera, tvätta med några ml ättikssyra (4.11). Tillsätt därefter 10 ml xanthydrol till filtratet, droppe för droppe (4,23), under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då på nytt i ett par minuter. Låt sedan lösningen stå i en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel som tidigare torkats och vägts; tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.28) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Överför till ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt degeln svalna i en torkugn och väg den.

7.6.5 Redovisning av resultatet

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

där

m= den erhållna fällningens massa i gram,

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

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

7.6.6 Med skillnadsberäkning

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

▼B

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

8. **Verifiering av resultatet**

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

Metod 3

Fosfor

Metod 3.1

Extraktion

Metod 3.1.1

Extraktion av fosfor som är löslig i mineralsyror

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Gäller enbart fosfathaltiga gödselmedel enligt bilaga I.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

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

4.2 Salpetersyra (d_{20} = 1,40 g/ml)

5. **Utrustning**

Vanlig laboratorieutrustning.

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

5.2 En 500 ml-mätkolv

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

Väg 2.5 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i en torr Kjeldahlkolv.

7.2 *Extraktion*

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

▼B

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

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

7.3 *Bestämning*

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

Metod 3.1.2

Extraktion av fosfor som är löslig i 2-procentig myrsyra (20 g per liter)

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Enbart mjuka råfosfater.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

Anmärkning

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

5. **Utrustning**

Vanlig laboratorieutrustning.

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

5.2 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en torr, bredhalsad Stohmannkolv graderad upp till 500 ml (5.1).

7.2 *Extraktion*

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

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

7.3 *Bestämning*

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

▼B

Metod 3.1.3

Extraktion av fosfor som är löslig i 2-procentig citronsyra (20 g per liter)

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Gäller endast slagg (se bilaga I A).

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

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

Anmärkning

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

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

5. **Utrustning**

5.1 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

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

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Extraktion*

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

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

7.3 *Bestämning*

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

Metod 3.1.4

Extraktion av fosfor som är löslig i neutralt ammoniumcitrat

1. **Räckvidd**

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

▼B

2. **Tillämpningsområde**

Alla gödselmedel som enligt bestämmelserna skall vara lösliga i neutralt ammoniumcitrat (se bilaga I).

3. **Princip**

Extraktion av fosfor vid en temperatur på 65 °C med en lösning av neutralt ammoniumcitrat (pH 7,0) under givna betingelser.

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 *Neutral lösning av ammoniumcitrat (pH 7,0)*

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

Reagenset bereds på följande sätt:

Lös 370 g kristalliserad citronsyra ($C_6H_8O_7.H_2O$) i ungefär 1,5 liter vatten och gör en i det närmaste neutral lösning genom att tillsätta 345 ml ammoniumhydroxidlösning (28-29 % NH_3). Om NH3-koncentrationen är lägre än 28 %, tillsätts motsvarande större mängd ammoniumhydroxidlösning och citronsyran späds ut med en i motsvarande grad mindre vattenmängd.

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

5. **Utrustning**

5.1 En 2 000 ml-bägare

5.2 pH-mätare

5.3 En 200 ml- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv

5.4 Mätkolvar på 500 ml och en på 2 000 ml

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

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Analys av lösningen*

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

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

Kyl omedelbart lösningen till rumstemperatur under rinnande vatten och överför sedan kvantitativt innehållet i Erlenmeyerkolven till en

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

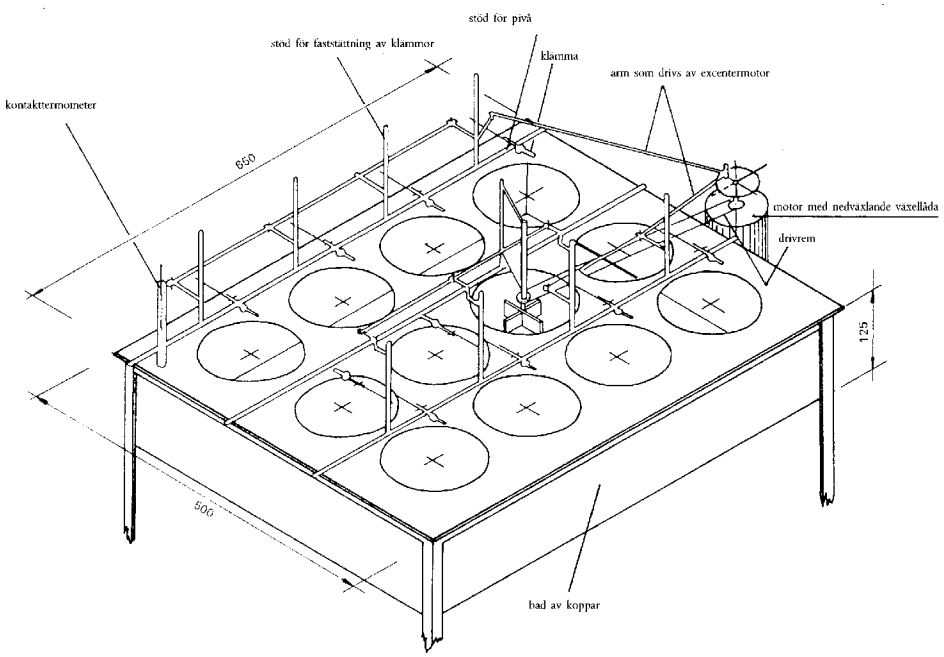
▼B

500 ml-mätkolv med en vattenstråle (sprutflaska). Fyll på vatten upp till märket. Blanda väl. Filtrera genom ett torrt veckat filter (medelsnabbt och fosfatfritt) till en torr behållare och kasta den första delen av filtratet (ca 50 ml).

Ungefär 100 ml klart filtrat kommer att samlas upp.

7.3 *Bestämning*

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



Figur 8

▼B

Metod 3.1.5

Extraktion med alkaliskt ammoniumcitrat

Metod 3.1.5.1

Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid 65 °C

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Uteslutande för utfällt dikalciumfosfatdihydrat ($CaHPO_4.2H_2O$).

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

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

4.1 Petermanns lösning

4.2 *Egenskap*

▼M4

Citronsyra ($C_6H_8O_7.H_2O$): 173 g per liter

Ammoniak: 42 g kväve som ammoniak per liter

Svavelsyra 0,25 mol/l

pH mellan 9,4 och 9,7.

▼B

Beredning av diammoniumcitrat

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

Beredningar från citronsyra och ammoniak

Lös 865 g citronsyremonohydrat i ungefär 2 500 ml vatten i ett femliters kärl. Placera kärlet i ett isbad och tillsätt små mängder ammoniaklösning under ständigt skakande, med hjälp av en tratt, vars skaft är nedsänkt i citronsyrelösningen. För t.ex. d_{20} = 906 g/ml, motsvarande nivå på 20,81 massprocent kväve som ammoniak, måste man använda 1 114 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20 °C och överför lösningen till en mätkolv på 5 000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda.

Kontrollera halten av kväve som ammoniak på följande sätt

Överför 25 ml av lösningen till en mätkolv på 250 ml och fyll på destillerat vatten till märket. Blanda. Bestäm halten av kväve som ammoniak i 25 ml av denna lösning enligt metod 2.1. Om lösningen är korrekt måste man använda 15 ml 0,5 N mol/l H_2SO_4.

Om halten kväve som ammoniak är större än 42 g per liter, kan man driva ut NH_3 med ett ädelgasflöde eller genom uppvärmning som återstället pH till 9,7. Utför en ny bestämning.

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

▼B

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

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

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

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

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

Blanda denna liter med de 4 975 ml som redan har beretts.

5. **Utrustning**

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

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

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Extraktion*

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

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

7.3 *Bestämning*

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

Metod 3.1.5.2

Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid rumstemperatur

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Enbart söndervittrade fosfater.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Se metod 3.1.5.1.

▼B

5. **Utrustning**

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

5.2 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Extraktion*

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

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

7.3 *Bestämning*

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

Metod 3.1.5.3

Extraktion av löslig fosfor Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Alla enkla och sammansatta fosfathaltiga gödselmedel, i vilka fosfatet förekommer som aluminiumkalciumfosfat.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 *Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat*

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

4.1.1 Lös 400 g citronsyra ($C_6H_8O_7.H_2O$) i ca 600 ml ammoniak (d_{20} = 0.925g/ml dvs. 200 g NH_3 per liter) i en enliters mätkolv. Denna citronsyra tillsätts efterhand i mängder på 50-80 g, medan temperaturen hålls under 50 °C. Fyll på ammoniak till en liter.

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

Anmärkning

Verifiering av total ammoniakhalt

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

▼M4

1 ml H_2SO_4 0.25 mol/l = 0,008516 g NH_3

▼B

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

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

4.2 Pulveriserad 8-hydroxykinolin (oxin)

5. **Utrustning**

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

5.2 500 ml-mätkolvar

5.3 En 1 000 ml-mätkolv

5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Extraktion*

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

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

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

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

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

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

7.3 *Bestämning*

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

8. **Bilaga**

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

▼B

Metod 3.1.6

Extraktion av vattenlöslig fosfor

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

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

3. **Princip**

Extraktion i vatten genom skakning under givna betingelser.

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

5. **Utrustning**

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

5.2 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

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

7.2 *Extraktion*

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

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

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

7.3 *Bestämning*

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

Metod 3.2

Bestämning av extraherad fosfor

(Gravimetrisk metod med användning av kinolinmolybdofosfat)

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Metoden kan användas på alla extrakt av gödselmedel [1] för bestämning av olika former av fosfor.

3. **Princip**

Efter eventuell hydrolys av andra former av fosfor än ortofosfater fälls ortofosfaterade joner ut i sur lösning som kinolinmolybdofosfat.

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

Under ovannämnda betingelser störs inte bestämningen av de föreningar som sannolikt förekommer i lösningen (mineraliska och orga-

[1] Fosfor löslig i mineralsyror, vattenlöslig fosfor, forsfor löslig i ammoniumcitratlösningar, fosfor löslig i 2-procentig citronsyra och fosfor löslig i 2-procentig myrsyra.

▼B

niska syror, ammoniumjoner, lösliga silikat etc.) om man för fällningen använder ett reagens, som är baserat på natriummolybdat eller ammoniummolybdat.

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Koncentrerad salpetersyra (d_{20} = 1.40 g/ml)

4.2 *Beredning av reagens*

4.2.1 Beredning av reagens baserad på natriummolybdat

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

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

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

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

4.2.2 Beredning av reagens baserad på ammoniummolybdat

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

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

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

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

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

5. **Utrustning**

5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en bredhalsad 500 ml-Erlenmeyerkolv.

5.2 Pipetter på 10, 25 och 50 ml

5.3 En filterdegel med porstorlek 5 till 20 μm

5.4 En Büchnerkolv

5.5 Torkugn inställd på 250 (± 10) °C

5.6 Sintrad glastratt med porstorlek 5 till 20 μm

6. **Förfarande**

6.1 *Behandling av lösningen*

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

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

▼B

Tabell 2

Bestämning av alikvoter av fosfatlösningarna

% P_2O_5 i gödselmedlet	% P i gödselmedlet	Provtagning för analys (g)	Spädning (till ml)	Provtagning (ml)	Spädning (till ml)	Prov som skall fällas ut (ml)	Kinomolybdofosfatomvandlingsfaktor (F), i % P_2O_5	Kinomolybdofosfatomvandlingsfaktor (F'), i % P
5–10	2,2–4,4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10–25	4,4–11,0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

6.2 *Hydrolys*

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

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

6.3 *Vägning av degeln*

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

6.4 *Fällning*

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

6.5 *Filtrering och tvättning*

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

6.6 *Torkning och vägning*

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

6.7 *Blindtest*

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

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

▼B

6.8 *Verifiering*

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

7. **Redovisning av resultatet**

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

$$\% \text{ P i gödselmedlet} = (A - a) \times F'$$

eller

$$\%P_2O_5 \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

där

A= massan kinolinmolybdofosfat i gram,

a= massan kinolinmolybdofosfat i blindtestet, i gram,

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

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

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

eller

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

där

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

F= spädningsfaktor,

M= analysprovets massa i gram.

Metod 4

Kalium

Metod 4.1

Bestämning av halten vattenlösligt kalium

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Alla kaliumhaltiga gödselmedel som anges i bilaga I.

3. **Princip**

Det kalium som finns i det prov som skall analyseras löses upp i vatten. När man har eliminerat eller fixerat de ämnen som kan påverka

▼B

den kvantitativa bestämningen fälls kalium ut i någon alkalisk lösning i form av kaliumtetrafenylborat.

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 *Formaldehyd*

Klar formaldehydlösning på 25 till 35 %.

4.2 Kaliumklorid, pro analysi

4.3 *Natriumhydroxidlösning, 10 mol/l*

Kontrollera omsorgsfullt att natriumhydroxiden inte innehåller kalium.

4.4 *Indikatorlösning*

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

4.5 *EDTA-lösning*

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

Förvara detta reagens i plastflaska.

4.6 *STPB-lösning*

Lös 32,5 g natriumtetrafenylborat i 480 ml vatten och tillsätt 2 ml av natriumhydroxidlösningen (4.3) samt 20 ml magnesiumkloridlösning (100 g av $mgCl_2.6H_2O$ per liter).

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

Förvara detta reagens i plastflaska.

4.7 *Tvättvätska*

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

4.8 *Bromvatten*

Mättad lösning av brom i vatten.

5. **Utrustning**

5.1 1 000 ml-mätkolvar

5.2 En 250 ml-bägare

5.3 Filterdeglar med porstorlek 5 till 20 µ

5.4 Ugn inställd på 120 (± 10) °C

5.5 Exsickator

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

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

7. **Förfarande**

7.1 *Provtagning*

Väg 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g (5 g för kaliumsalter innehållande mer än 50 % kaliumoxid). Placera detta prov med ca 400 ml vatten i en 600 ml-bägare.

Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket, blanda och filtrera till ett torrt kärl. Kasta de första 50 ml av filtratet (se 7.6, anmärkning om förfarandet).

7.2 *Beredning av alikvot för fällning*

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

▼B

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

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

Tillsätt vid behov vatten så att volymen blir 60 ml.

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

7.3 *Vägning av degeln*

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

Låt degeln svalna i en exsickator och väg den.

7.4 *Fällning*

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

7.5 *Filtrering och tvättning*

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

Låt fällningen torka ordentligt.

7.6 *Torkning och vägning*

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

Anmärkning om förfarande

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

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

7.7 *Provmängder och omvandlingsfaktorer*

Tabell 3

För metod 4

% K_2O i gödselmedlet	% K i gödselmedlet	Prov för analys (g)	Prov av extraktionslösningen för spädning (ml)	Spädning (till ml)	Alikvoter som tas som prov för fällning (ml)	Omvandlingsfaktor (F), $\frac{\%K}{gTPBK}$	Omvandlingsfaktor (F′), $\frac{\%K}{gTPBK}$
5–10	4,2–8,3	10	—	—	50	26,280	21,812
10–20	8,3–16,6	10	—	—	25	52,560	43,624
20–50	16,6–41,5	10	antingen —		10	131,400	109,060
			eller 50	250	50	131,400	109,060

▼B

% K_2O i gödselmedlet	% K i gödselmedlet	Prov för analys (g)	Prov av extraktionslösningen för spädning (ml)	Spädning (till ml)	Alikvoter som tas som prov för fällning (ml)	Omvandlingsfaktor (F), $\frac{\%K}{gTPBK}$	Omvandlingsfaktor (F′), $\frac{\%K}{gTPBK}$
mer än 50	mer än 41,5	5	antingen —	—	10	262,800	218,120
			eller 50	250	50	262,800	218,120

7.8 *Blindtest*

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

7.9 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

$$\% K_2O \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

eller

$$\% K \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F'$$

där

A= massan av fällningen från provet i gram,

a= massan av fällningen från provet i gram,

F och F′= faktor (se tabell 3).

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

$$K_2O \text{ i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eller

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

där

f= omvandlingsfaktor TPBK till K_2O = 0,1314,

f′= omvandlingsfaktor TPBK till K = 0,109,

D= spädningsfaktor,

M= analysprovets massa i gram.

Metod 5

Ej tillämplig

▼B

Metod 6

Klor

Metod 6.1

Bestämning av klorider när organiska material saknas

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Alla gödselmedel fria från organiska material.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Destillerat eller demineraliserat vatten som är fritt från kloridjoner.

4.1 Nitrobensen eller dietyleter

4.2 Salpetersyra: 10 mol/l

4.3 *Indikatorlösning*

Lös 40 g järnhaltig ammoniumsulfat $Fe_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24H_2O$ i vatten och fyll på till till en liter.

4.4 *Ställd silvernitratlösning: 0,1 mol/l*

Beredning

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

5. **Utrustning**

5.1 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

5.2 Byretter

5.3 En 500 ml-mätkolv

5.4 En 250 ml-Erlenmeyerkolv

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov och beredning av lösningen*

Placera 5 g av provet invägt till närmaste 0,001 g i en 500 ml-mätkolv och tillsätt 450 ml vatten. Blanda i en halvtimme med hjälp av skakapparat (5.1); fyll med vatten till 500 ml; blanda och filtrera till en bägare.

7.2 *Bestämning*

Tag en alikvot av filtratet som innehåller högst 0,150 g klorid. Till exempel 25 ml (0.25 g), 50 ml (0.5 g) or 100 ml (1 g). Om de prov som tas är mindre än 50 ml måste man fylla på destillerat vatten upp till 50 ml.

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

▼B

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

Anmärkning

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

7.3 *Blindtest*

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

7.4 *Kontrollprovningar*

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

8. **Redovisning av resultatet**

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

Beräkna procenten klor (Cl) enligt formeln:

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

där

V_z= antalet milliliter 0,1 mol/l silvernitrat,

V_{cz}= antalet milliliter 0,l mol/l silvernitrat i blindtestet,

V_a= antalet milliliter 0,1 mol/l ammoniumtiocyanatet,

V_{ca}= antalet milliliter 0,1 mol/l ammoniumtiocyanatet i blindtestet,

M= provets massa i gram (7.2).

Metod 7

Malningsfinhet

Metod 7.1

Bestämning av malningsfinhet

(torr metod)

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

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

3. **Princip**

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

▼B

4. **Utrustning**

4.1 Mekanisk sikt

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

5. **Förfarande**

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

6. **Redovisning av resultatet**

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

$$\% \text{ finhet av provet i sikten med maskstorlek } 0,160 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

där

M_1= massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,630 mm, uttryckt i gram,

M_2= massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,160 mm, uttryckt i gram.

Rejektmaterial från sikten med maskstorlek 0,630 mm har redan eliminerats.

Resultatet av dessa beräkningar avrundas till närmast högre heltal.

Metod 7.2

Bestämning av malningsfinhet hos mjuka råfosfater

1. **Räckvidd**

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

2. **Tillämpningsområde**

Mjuka råfosfater.

3. **Princip**

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

4. **Reagens**

Natriumhexametafosfatlösning: 1 %.

5. **Utrustning**

5.1 Sikt med maskstorlekarna 0,063 och 0,125 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm); uppsamlingsbehållare

5.2 Glastratt, diameter 20 cm, monterad på ett stativ

5.3 250 ml-bägare

5.4 Torkugn

6. **Analysmetod**

6.1 *Provtagning*

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

▼B

6.2 *Förfarande*

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

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

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

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

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

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

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

7. **Redovisning av resultatet**

Avrunda beräkningarna av resultatet till närmaste högre enhet.

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

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

där

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

M_2= massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0.063 mm, uttryckt i gram

8. **Kommentarer**

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

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

Metod 8

Sekundära makronäringsämnen

Metod 8.1

Extraktion av totalt kalcium, totalt magnesium, totalt natrium och totalt fosfor i form av sulfater

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av totalt kalcium, totalt magnesium och totalt natrium samt extraktion av total fosfor som förekommer i form av sulfater, så att extraktet kan användas för bestämning av varje nödvändigt näringsämne.

▼B

2. **Tillämpningsområde**

Denna metod gäller EG-gödselmedel, för vilka denna förordning föreskriver att totalt kalcium, totalt magnesium, totalt natrium och total fosfor i form av sulfater skall anges.

3. **Princip**

Provet görs lösligt genom kokning i utspädd saltsyra.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra*

En del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Kalcium, magnesium, natrium och svavel i form av sulfater extraheras från ett prov på fem gram, vägt med en noggrannhet på 1 milligram.

Om gödselmedlet innehåller mer än 15 % svavel (S), dvs. 37,5 % SO_3, och mer än 18,8 % kalcium (Ca), dvs. 26,3 % CaO, utförs dock extraktionen av kalcium och svavel på ett prov på ett gram, vägt med en noggrannhet på 1 milligram. Placera provet i en 600 ml-bägare.

7.2 *Beredning av lösningen*

Tillsätt ca 400 ml vatten och tillsätt sedan lite i taget 50 ml utspädd saltsyra (4.1) och iakttag särskild försiktighet om provet innehåller en betydande mängd karbonater. Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Häll i en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten upp till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter i en torr behållare, varvid den första delen kasseras. Extraktet skall vara helt genomskinligt. Tillslut kärlet om filtratet inte används omedelbart.

Metod 8.2

Extraktion av totalt svavel, i olika former

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av totalt svavel i gödselmedel som grundämne och/eller i andra kemiska föreningar.

2. **Tillämpningsområde**

Denna metod gäller EG-gödselmedel för vilka denna förordning föreskriver att totalt svavel i olika former (elementärt, tiosulfat, sulfit, sulfat) skall anges.

3. **Princip**

Svavel som grundämne omvandlas i ett alkaliskt medium till polysulfider och tiosulfat; dessa oxideras med vätereoxid tillsammans med eventuellt förekommande sulfiter. Svavlets olika former omvandlas sålunda till sulfat, som bestäms genom utfällning av bariumsulfat (metod 8.9).

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra:*

En del saltsyra (d = 1,18) och en del vatten.

4.2 Natriumhydroxidlösning, NaOH, minst 30 % (d = 1,33)

4.3 Väteperoxidlösning, 30 massprocent

4.4 Vattenlösning av bariumklorid $BaCl_2.2H_2O$, 122 gram per liter

▼B

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Väg in en mängd gödselmedel med mellan 80 och 350 mg svavel (S) eller mellan 200 och 875 mg SO_3 med en noggrannhet på 1 mg.

I regel (där S < 15 %), väger man upp 2,5 gram. Placera provet i en 400 ml-bägare.

7.2 *Oxidation*

Tillsätt 20 ml natriumhydroxidlösning (4.2) och 20 ml vatten. Täck med ett urglas. Låt koka i fem minuter på värmeplattan (5.1). Ta bort bägaren från värmeplattan. Samla upp det svavel som fastnat längs bägarens sidor med en stråle varmt vatten och låt koka i 20 minuter. Låt den svalna.

Tillsätt väteperoxid (4.3) i portioner av 2 ml åt gången tills ingen reaktion kan iakttas. Sex till åtta omgångar med väteperoxid behövs. Låt oxidationen fortsätta i en timme och låt sedan koka i en halvtimme. Låt den svalna.

7.3 *Beredning av den lösning som skall analyseras*

Tillsätt ca 50 ml vatten och 50 ml saltsyrelösning (4.1).

— Om svavelhalten (S) är mindre än 5 %:

Filtrera ner i en 600 ml-bägare. Tvätta ansamlingarna på filtret flera gånger med kallt vatten. Kontrollera sedan att de sista dropparna av filtratet ej innehåller sulfat med hjälp av en lösning av bariumklorid (4.4). Filtratet skall vara helt klart. Sulfatförekomsten bestäms på hela filtratet enligt metod 8.9.

— Om svavelhalten (S) är över 5 %:

Överför kvantitativt till en 250-ml mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Filtratet skall vara helt genomskinligt. Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart. Bestäm sulfaterna på en alikvot av denna lösning genom utfällning i form av bariumsulfat (metod 8.9).

Metod 8.3

Extraktion av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater)

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater), så att samma extrakt kan användas för bestämning av varje nödvändigt näringsämne.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller enbart gödselmedel för vilka man enligt bilaga I föreskriver att halten av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater) skall anges.

3. **Princip**

Näringsämnena görs lösliga i kokande vatten.

4. **Reagens**

Destillerat vatten eller demineraliserat vatten av likvärdig kvalitet.

▼B

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

a) Väg in fem gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlen inte innehåller svavel, eller om det samtidigt innehåller mindre än 3 % svavel (S), dvs. 7,5 % SO_3, och inte mer än 4 % kalcium (Ca), dvs. 5,6 % CaO.

b) Väg in ett gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlet innehåller mer än 3 % svavel (S) och mer än 4 % kalcium (Ca).

Placera provet i en 600 ml-bägare.

7.2 *Beredning av lösningen*

Tillsätt ca 400 ml vatten och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och rör då och då och häll sedan upp i en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.

Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kassera de första delarna av filtratet. Filtratet skall vara helt genomskinligt.

Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart.

Metod 8.4

Extraktion av vattenlösligt svavel då svavel förekommer i olika former

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av vattenlösligt svavel i olika typer av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller gödselmedel, för vilka detta direktiv föreskriver att förekomst av vattenlöslig svaveltrioxid skall anges.

3. **Princip**

Svavlet löses i kallt vatten och omvandlas till sulfat genom oxidation med väteperoxid i ett alkaliskt medium.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra*

En del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

4.2 Natriumhydroxidlösning, innehållande minst 30 % NaOH, (d_{20} = 1,33 g/ml)

4.3 Väteperoxidlösning, 30 massprocent

5. **Utrustning**

5.1 En 500 ml Stohmannkolv

5.2 Roterande skakapparat, 30-40 varv per minut

5.3 Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

a) Väg upp fem gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlen innehåller högst 3 % svavel (S), dvs. 7,5 % SO_3, och inte mer än 4 % kalcium (Ca), dvs. 5,6 % CaO.

▼B

b) Väg in ett gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlet innehåller mer än 3 % svavel (S) och mer än 4 % kalcium (Ca).

Placera provet i en 500-ml kolv (5.1).

7.2 *Beredning av lösningen*

Tillsätt ca 400 ml vatten. Sätt i en propp. Låt skaka (5.2) i 30 minuter. Fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart.

7.3 *Oxidation av den delmängd som skall analyseras*

Tag ut en alikvot som inte är större än 50 ml av extraktionslösningen och som om möjligt ska innehålla mellan 20 och 100 mg svavel (S).

Fyll på vatten till 50 ml, om så behövs. Tillsätt 3 ml natriumhydroxidlösning (4.2) och 2 ml väteperoxidlösning (4.3). Täck över med ett urglas och låt koka försiktigt i en timme på värmeplattan (5.3). Fortsätt att tillsätta vätehydroxidlösning 1 ml i taget så länge reaktionen fortsätter (högst 5 ml).

Låt sedan lösningen svalna. Ta bort urglaset och tvätta av det material som samlats på dess undersida så att materialet hamnar i bägaren. Tillsätt ca 20 ml utspädd saltsyra (4.1). Fyll på ca 300 ml vatten.

Fastställ sulfathalten i hela den oxiderade lösningen enligt metod 8.9.

Metod 8.5

Extraktion och bestämning av svavel i grundämnesform

Varning

Analysmetoden innebär att man använder koldisulfid (CS_2). Därför måste speciella försiktighetsåtgärder vidtas, framförallt beträffande

— lagring av CS_2,

— skyddsutrustning för personalen,

— yrkeshygien,

— skydd mot brand och explosioner,

— hantering av reagensavfall.

Metoden kräver mycket erfaren personal och ett laboratorium med lämplig utrustning.

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion och bestämning av svavel som förekommer som grundämne i gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller gödselmedel, för vilka bilaga I föreskriver att förekomst av totalt svavel som grundämne skall anges.

3. **Princip**

När lösliga föreningar har avlägsnats, extraheras svavel som grundämne med hjälp av koldisulfid, varefter det extraherade svavlet bestäms med gravimetrisk analys.

4. **Reagens**

Koldisulfid.

5. **Utrustning**

5.1 100 ml-extraktionskolv med slipad glaspropp

5.2 Soxhletutrustning med lämpliga filterinsatser

5.3 Vakuumrotationsindunstare

5.4 Elektrisk ugn med fläkt, inställd på 90 (± 2) °C.

▼B

5.5 Petriskålar av porslin, 5-7 cm i diameter, inte högre än 5 cm

5.6 Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Väg upp 5 till 10 g av provet med en noggrannhet på 1 mg och placera det i Soxhletutrustningens extraktionshylsa (5.2).

7.2 *Extraktion av svavlet*

Tvätta innehållet omsorgsfullt med varmt vatten för att få bort alla lösliga föreningar. Torka i ugnen vid 90 °C (5.4) i minst en timme. Placera filtret i Soxhletutrustningen (5.2).

Placera några glaspärlor i utrustningens kolv (5.1) och väg (P_0) och tillsätt sedan 50 ml koldisulfid (4.1).

Anslut utrustningen och låt grundämnet svavel extraheras under sex timmar. Stäng av värmen och ta loss kolven när den har svalnat. Anslut kolven till rotationsindunstaren (5.3) och indunsta, tills kolvens innehåll har hårdnat till en svampliknande massa.

Torka kolven i ugnen i 90 °C (5.4) (en timme brukar behövas) tills vikten är konstant (P_1).

7.3 *Bestämning av svavlets renhetsgrad*

Vissa ämnen kan ha extraherats av koldisulfiden samtidigt med svavlet. Svavlets renhetsgrad kan fastställas på följande sätt:

Homogenisera kolvens innehåll så grundligt som möjligt och ta bort 2-3 gram, uppvägda med en noggrannhet på 1 mg (n). Placera i petriskålen (5.5). Väg skålen tillsammans med dess innehåll (P_2). Ställ skålen på värmeplattan (5.6) som skall vara inställd på en temperatur som inte överstiger 220 °C, så att svavlet inte förbränns. Fortsätt sublimeringen i tre-fyra timmar tills vikten är konstant (P_3).

Anmärkning

För vissa gödselmedel behöver man kanske inte fastställa svavlets renhetsgrad. I så fall kan steg 7.2 utelämnas.

8. **Redovisning av resultaten**

Den procentuella andelen svavel som grundämne (S) redovisas på följande sätt:

$$\text{Orent S (\%) i gödselmedlet} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

▼M4

$$\text{Det extraherade svavlets renhet (\%)} = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

▼B

$$\text{Rent S (\%) i gödselmedlet} = \frac{(P_1 - P_0)(P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

där

m= gödselmedelsprovets massa i gram,

P_0= Soxhletkolvens massa i gram,

P_1= massan av Soxhletkolven och orent svavel efter torkning,

▼B

n= massan av det orena svavel som skall renas, i gram,

P_2= petriskålens massa,

P_3= petriskålens massa efter sublimering av svavel, i gram.

Metod 8.6

Bestämning av extraherat kalcium efter utfällning som oxalat och titrering med kaliumpermanganat

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av kalcium i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Denna metod gäller EG-gödselmedel, för vilka denna förordning föreskriver att halten av totalt kalcium och/eller halten av vattenlösligt kalcium skall anges.

▼M4

3. **Princip**

Utfällning av kalcium som oxalat i en delmängd av extraktionslösningen, efter separering och upplösning av denna, genom titrering av oxalsyran med kaliumpermanganat.

▼B

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra*

En del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

4.2 *Utspädd svavelsyra, 1 : 10*

En del svavelsyra (d_{20} = 1,84 g/ml) i tio delar vatten.

4.3 *Utspädd ammoniumlösning, 1 : 1*

En del ammoniak (d_{20} = 0,88 g/ml) och en del vatten.

4.4 Mättad lösning av ammoniumoxalat [$(NH_4)_2\ C_2O_4\ H_2O$] vid rumstemperatur (ca 40 gram per liter)

4.5 Citronsyrelösning, 30 % (massa/volym)

4.6 Ammoniumkloridlösning, 5 % (massa/volym)

4.7 Lösning av bromtymolblått i etanol, 95 %, 0,1 % (massa/volym)

4.8 Lösning av bromkresolgrönt i etanol, 95 %, 0,04 % (massa/volym)

4.9 Standardlösning av kaliumpermanganat, 0,02 mol/l.

5. **Utrustning**

5.1 Glasfilterdegel, porositet 5-20 µ

5.2 Vattenbad

6. **Beredning av den alikvot som skall analyseras**

Tag med pipett en alikvot av den extraktionslösning som erhållits med metod 8.1 eller 8.3 och som innehåller mellan 15 och 50 mg Ca (= 21 till 70 mg CaO). Låt volymen av denna alikvot vara v_2. Häll den i en 400 ml-bägare. Neutralisera om så behövs [indikatorn (4.7) skiftar färg från grönt till blått] med några droppar av ammoniaklösningen (4.3).

Tillsätt en ml av citronsyrelösningen (4.5) och 5 ml av ammoniumkloridlösningen (4.6).

7. **Utfällning av kalciumoxalat**

Tillsätt ca 100 ml vatten. Koka upp och tillsätt 8 till 10 droppar indikatorlösning (4.8) och långsamt 50 ml av den heta ammoniumoxalatlösningen (4.4). Om utfällning erhålls, skall den lösas upp genom att några droppar saltsyra tillsätts (4.1). Neutralisera mycket långsamt med ammoniaklösningen (4.3) under ständig omrörning, så att pH-

▼B

värdet blir mellan 4,4 och 4,6 [indikatorn (4.8) skiftar från grönt till blått]. Låt bägaren stå i ett kokande vattenbad (5.2) i ungefär en halvtimme.

Ta bort bägaren från badet och låt den stå en timme och filtrera ner i degeln (5.1).

8. **Titrering av oxalatutfällningen**

Tvätta bägaren och degeln tills överflödigt ammoniumoxalat har avlägsnats helt och hållet (detta kan kontrolleras genom att tvättvattnet är fritt från klorid). Placera degeln i 400 ml-bägaren och lös upp utfällningen med 50 ml varm svavelsyra (4.2). Tillsätt vatten i bägaren för att få en mängd på ca 100 ml. Värm till 70-80 °C och titrera droppe för droppe med en permanganatlösning (4.9) tills den skära färgen varar i en minut. Denna mängd kallas n.

9. **Redovisning av resultaten**

Gödselmedlet har följande halt av kalcium (Ca):

$$\text{Ca}\ (\%) = \text{n} \times 0,2004 \times \frac{\text{t}}{0,02} \times \frac{\text{v}_1}{\text{v}_2 \times \text{m}}$$

där

n= antal milliliter permanganat som använts,

m= provets vikt i gram,

v_2= alikvotens volym i milliliter,

v_1= extraktionslösningens volym i milliliter,

t= permanganatlösningens koncentration i mol per liter.

CaO (%) = Ca (%) × 1,400

Metod 8.7

Bestämning av magnesium genom atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av magnesium i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller extrakt av EG-gödselmedel som erhållits med metoderna 8.1 och 8.3, och för vilka halten av totalt magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges, dock med undantag av följande gödselmedel som förtecknas i bilaga I D gällande sekundära makronäringsämnen:

— typ 4 (kieserit)

— typ 5 (magnesiumsulfat) och typ 5.1 (magnesiumsulfat-lösning)

— och med undantag av följande gödselmedel som förtecknas i bilaga I A 3 gällande K-gödselmedel:

— typ 7 (kieserit med kaliumsulfat)

— för vilka metod 8.8 gäller.

Den metod som beskrivs här nedan gäller extrakt av alla gödselmedel som innehåller ämnen i mängder som kan störa den komplexometriska bestämningen av magnesium.

3. **Princip**

Bestämning av magnesium med atomabsorptionsspektrometri efter lämplig utspädning av extraktet.

4. **Reagens**

4.1 Saltsyralösning, 1 mol/l

▼B

4.2 Saltsyralösning, 0,5 mol/l

4.3 *Ställd magnesiumlösning, 1,00 mg per ml*

4.3.1 Lös upp 1,013 g magnesiumsulfat ($MgSO_4$. $7H_2O$) i 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2)

4.3.2 Väg upp 1 658 g magnesiumoxid (MgO), som tidigare kalcinerats för avlägsnande av alla spår av karbonater. Placera det i en bägare med 100 ml vatten och 120 ml 1 mol/l saltsyra (4.1). När den har lösts upp hälls den upp i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på till märket och blanda

eller

4.3.3 Kommersiell standardlösning

Laboratoriet ansvarar för provning av sådana lösningar.

4.4 *Strontiumkloridlösning*

Lös upp 75 g strontiumklorid ($SrCl_2.6H_2O$) i saltsyrelösning (4.2) och fyll på med samma saltsyrelösning så att det blir 500 ml.

5. **Utrustning**

Spektrometer för atomabsorption, med magnesiumlampa inställd på 285,2 nm.

Acetylenlåga.

6. **Beredning av provet**

Se metod 8.1 och 8.3.

7. **Förfarande**

7.1 Ta 25 ml (V_1) av extraktionslösningen (6), om den angivna halten av magnesium (Mg) i gödselmedlet är högre än 6 % (dvs. 10 % MgO). Överför till en 100 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Utspädningsfaktorn är $D_1 = 100/V_1$

7.2 Ta med pipett upp 10 ml av extraktionslösningen (6) eller lösningen (7.1). Överför detta till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Utspädningsfaktorn är 200/10

7.3 Späd ut denna lösning (7.2) med 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) så att det blir en koncentration inom spektrometerns (5.1) optimala arbetsområde. V_2 är provets volym i 100 ml. Utspädningsfaktorn är $D_2 = 100/V_2$

Den slutliga lösningen skall innehålla 10 % (volym) av strontiumkloridlösningen (4.4).

7.4 *Beredning av blindlösning*

Bered en blindlösning genom att upprepa hela förloppet från extraktionen (metod 8.1 eller 8.3), dock utan gödselmedelsprovet.

7.5 *Beredning av kalibreringslösningar*

Bered minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom mätutrustningens (5.1) optimala mätområde genom att späda ut standardlösningen (4.3) med 0,5 mol/l saltsyra.

Dessa lösningar skall innehålla 10 % (volym) av strontiumkloridlösningen (4.4).

7.6 *Mätning*

Ställ in spektrometern (5.1) på våglängden 285,2 nm.

Spruta i tur och ordning in kalibreringslösningarna (7.5), provlösningen (7.3) och blindlösningen (7.4) på så sätt att instrumentet blir genomspolat av den lösning som skall mätas nästa gång. Upprepa detta tre gånger. Rita upp kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanserna för var och en av kalibreringslösningarna (7.5) längs y-axeln och motsvarande magnesiumkoncentration i µg/ml längs x-axeln. Bestäm magnesiumkoncentrationen i provet (7.3), X_s och blindlösningen (7.4), X_b, genom att jämföra med kalibreringskurvan.

▼B

8. **Redovisning av resultaten**

Beräkna mängden magnesium (Mg) eller magnesiumoxid (MgO) i provet genom att jämföra med kalibreringslösningarna och beakta därvid blindlösningen.

Halten av magnesium (Mg), uttryckt i % av gödselmedlet är:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b)D_1(200/10)D_2500.100}{1000.1000M}$$

där

X_s= koncentrationen av den lösning som skall analyseras, registrerad på kalibreringskurvan i µg/ml.

X_b= blindlösningens koncentration registrerad på kalibreringskuran i µg/ml.

D_1= spädningsfaktorn när lösningen spätts ut (7.1).

— Den är 4 om man tar 25 milliliter.

— Den är 1 om lösningen är outspädd.

— D_2 = utspädningsfaktorn är 7,3.

— M = provets massa vid tidpunkten för extraktion.

— MgO (%) = Mg (%)/0,6.

Metod 8.8

Bestämning av magnesium med komplexometri

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av magnesium i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller extrakt av följande EG-gödselmedel, för vilka totalhalten av magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges:

— Gödselmedel förtecknade i bilaga I: enkla kvävegödselmedel, typ 1b + 1c (kalciummagnesiumnitrat), typ 7 (magnesiumsulfonitrat), typ 8 (kvävegödselmedel med magnesium) och enkla kaliumgödselmedel, typ 2 (anrikad kainit), typ 4 (kaliumklorid med magnesium), typ 6 (kaliumsulfat med magnesiumsalt),

— gödselmedel förtecknade i bilaga I D gällande sekundära näringsämnen.

3. **Princip**

Magnesium lösliggörs med metoderna 8.1 och/eller 8.3. Första titrering: med EDTA av Ca och mg i närvaro av eriokromsvart-T. Andra titrering: med EDTA av Ca i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra. Bestämning av magnesiumhalten genom skillnadsberäkning.

4. **Reagens**

4.1 *Normerad 0,05 mol/l magnesiumlösning:*

4.1.1 Lös upp 1,232 g magnesiumsulfat ($MgSO_4.7H_2O$) i 0,5 mol/l saltsyra (4.11) och fyll på med samma syra så att det blir 100 ml

eller

4.1.2 Väg upp 2,016 g magnesiumoxid som tidigare kalcinerats för att få bort varje spår av karbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten

Rör i ca 120 ml saltsyra på ca 1 mol/l (4.12).

Häll upp i en 1 000 ml-mätkolv, efter upplösning. Fyll till märket och blanda.

▼B

En milliliter av dessa lösningar skall innehålla 1,216 milligram mg (= 2,016 mg mgO).

Laboratoriet ansvarar för provning av styrkan av denna standardlösning.

4.2 *0,05-molar EDTA-lösning*

Väg in 18,61 gram dihydratiserat dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8.2H_2O$), placera det i en 1 000-ml bägare och lös i 600-800 ml vatten. Överför lösningen kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten och blanda. Jämför lösningen med standardlösningen (4.1) genom att ta ett 20-ml prov av den senare och titrera enligt det analysförfarande som beskrivs i punkt 7.2.

En milliliter av EDTA-lösningen skall motsvara 1,216 mg mg (= 2,016 mg mgO) och 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (se anm. 10.1 och 10.6).

4.3 *0,05-molar standardlösning av kalcium*

Väg in 5,004 gram torrt kalciumkarbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten. Tillsätt lite i sänder, under omrörning, ca 120 ml saltsyra på ca 1 mol/l (4.12).

Koka upp för att driva ut koldioxiden, låt svalna, överför kvantitativt till en enliters mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Jämför denna lösning med EDTA-lösningen (4.2) enligt analysförfarandet (7.3). En milliliter av denna lösning skall innehålla 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) och skall motsvara en milliliter 0,05-molar EDTA-lösning (4.2).

4.4 *Calceinindikator*

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

4.5 *Calconkarboxylsyreindikator*

Lös 400 mg calconkarboxylsyra i 100 ml metanol. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn ändras från rött till blått. Titrering måste utföras tills man får en blå färg helt fri från röda färgtoner.

4.6 *Eriokromsvart-T-indikator*

Lös upp 300 mg eriokromsvart-T i en blandning på 25 ml propanol-1 och 15 ml trietanolamin. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn skiftar från rött till blått och titrering skall pågå tills en blå färg, helt fri från röda nyanser erhålls. Den skiftar färg enbart när magnesium är närvarande. Tillsätt 1 ml av standardlösningen (4.1) om detta behövs.

När både kalcium och magnesium är närvarande, bildar EDTA först ett komplex med kalcium och därefter med magnesium. I så fall bestäms summan av de två elementen samtidigt.

4.7 *Kaliumcyanidlösning*

2 %-ig vattenlösning av KCN. (Pipettera ej med munnen och se 10.7).

4.8 *Lösning av kaliumhydroxid och kaliumcyanid*

Lös 280 g KOH och 66 g KCN i vatten, fyll till en liter och blanda.

4.9 *Buffertlösning pH 10,5*

Lös upp 33 g ammoniumklorid i 200 ml vatten i en 500 ml-mätkolv, tillsätt 250 ml ammoniak (d_{20} = 0,91), fyll vatten till märket och blanda. Kontrollera regelbundet lösningens pH-värde.

4.10 Utspädd saltsyra: en del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten

4.11 Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l

4.12 Saltsyralösning, ca 1 mol/l

4.13 Natriumhydroxidlösning, 5 mol/l

▼B

5. **Utrustning**

5.1 Magnetomrörare eller mekanisk omrörare

5.2 pH-mätare.

6. **Kontrollprov**

Utför en bestämning på delmängder av lösningarna (4.1 och 4.3) så att förhållandet Ca/Mg är ungefär detsamma som hos den lösning som skall analyseras. För detta tar man (a) milliliter av mg-standardlösningen (4.3) och (b-a) milliliter av standardlösningen (4.1). (a) och (b) är det antal milliliter av EDTA-lösningen som används i de båda titreringar som utförs på den lösning som skall analyseras. Detta förfarande är endast korrekt om EDTA-lösningarna är exakt likvärdiga vad beträffar kalcium och magnesium. Om så inte är fallet måste justeringar göras.

7. **Beredning av provlösningen**

Se metod 8.1 och 8.3.

8. **Bestämning**

8.1 *Delmängder som skall tas ut.*

Delmängden skall innehålla mellan 9 och 18 mg magnesium (= 15 till 30 mg mgO) i den mån detta är möjligt.

8.2 *Titrering i närvaro av eriokromsvart-T*

Pipettera en alikvot (8.1) av den lösning som skall analyseras till en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.13) med hjälp av pH-mätaren. Späd ut med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml av buffertlösningen (4.9). Det pH-värde som erhålls måste vara 10,5 (± 0,1). Tillsätt 2 ml av kaliumcyanidlösningen (4.7) och 3 droppar av eriokromsvart-T-indikatorn (4.6). Titrera med EDTA-lösningen (4.2). Rör försiktigt med omröraren (5.1) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Sätt ”b” till antalet milliliter av EDTA-lösningen, 0,05 mol/l.

8.3 *Titrering i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra*

Av den lösning som skall analyseras pipetteras en delmängd som är lika stor som den som erhållits från ovanstående titrering och placeras i en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.13) med hjälp av pH-mätaren. Späd med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 10 ml av KOH/KCN-lösningen (4.8) och indikatorn (4.4 eller 4.5). Rör försiktigt med omröraren (5.1), titrera med EDTA-lösningen (4.2) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Sätt ”b” till antalet milliliter av EDTA-lösningen, 0,05 mol/l.

9. **Redovisning av resultaten**

För de EG-gödselmedel som metoden avser (5 gram gödselmedel i 500 ml extrakt) är procentandelen av gödselmedlet:

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

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

där

a= antalet milliliter 0,05 mol/l EDTA-lösning som används vid titrering i närvaro av kalcein eller calconkarboxylsyra

b= antalet milliliter 0,05 mol/l EDTA-lösning som används vid titrering i närvaro av eriokromsvart-T

M= massan hos det prov som finns i den delmängd som tagits ut (i gram),

T= 0,2016 × mol/l EDTA-lösning/0,05 (se 4.2),

T′= 0,1216 × mol/l EDTA-lösning/0,05 (se 4.2),

▼B

10. **Kommentarer**

10.1 Det stökiometriska förhållandet EDTA/metall i komplexometriska analyser är alltid 1 : 1, oavsett metallens valens och trots att EDTA är kvadrivalent. EDTA-titreringslösningen och standardlösningarna kommer därför att vara molarlösningar och inte normala.

10.2 Komplexometriska indikatorer är ofta känsliga för luft. Lösningen kan förlora färg under titreringen. I så fall måste ytterligare 1 eller 2 droppar av indikatorlösningen tillsättas. Detta gäller framför allt eriokromsvart och calconkarboxylsyra.

10.3 Metallindikatorkomplexen är ofta ganska stabila och det kan därför ta viss tid innan färgen ändras. De sista dropparna av EDTA-lösningen måste därför tillsättas långsamt och en droppe av 0,05-molarlösning av magnesium (4.1) eller kalcium (4.3) tillsätts för att säkerställa att färgskiftning inte redan inträffat. Detta gäller framförallt eriokrommagnesiumkomplexet.

10.4 Indikatorns färgförändring får inte iakttas vertikalt utan skall observeras horisontellt tvärs igenom lösningen, varvid bägaren måste vara väl belyst mot en vit bakgrund. Indikatorns färgskiftning kan lätt iakttas, om man placerar bägaren på en matt glasskiva med svag belysning underifrån (25 watts-lampa).

10.5 Denna analys kräver en viss erfarenhet. Uppgiften innebär bl. a. att iaktta färgskiftningar i standardlösningarna 4.1 och 4.3. Analysbestämningarna bör därför utföras av samma laboratoriekemist.

10.6 Om en EDTA-lösning av garanterad styrka används (t. ex. Titrisol och Normex) så kan detta förenkla kontrollen av ekvivalensen på standardlösningarna 4.1, 4.2 och 4.3.

10.7 De lösningar som innehåller kaliumcyanid får inte hällas ut i avloppet, förrän cyaniden har omvandlats till en oskadlig förening, t.ex. genom oxidation med natriumhypoklorit sedan den först gjorts basisk.

Metod 8.9

Bestämning av sulfater

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av svavel i form av sulfater i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller bestämning av sulfater i extrakt som erhållits med metoden 8.1, 8.2, 8.3 och 8.4.

3. **Princip**

Bestämning av bariumsulfat genom gravimetrisk analys.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra*

En del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

4.2 Bariumkloridlösning $BaCl_2.2H_2O$: 122 gram per liter

4.3 Silvernitratlösning: 5 gram per liter

5. **Utrustning**

5.1 Porslinsdeglar

5.2 Vattenbad

5.3 Torkugn inställd på 105 (± 1) °C

5.4 Elektrisk ugn inställd på 800 (± 50) °C

▼B

6. **Förfarande**

6.1 *Provtagning av lösningen*

Pipettera en delmängd av en av extraktionslösningarna enligt punkt 2, som innehåller mellan 20 och 100 mg S, eller mellan 50 och 250 mg SO_3.

Placera denna delmängd i en bägare av lämplig storlek. Tillsätt 20 ml utspädd saltsyra (4.1). Fyll på vatten till ungefär 300 ml.

6.2 *Beredning av utfällningen*

Koka upp lösningen. Tillsätt droppe för droppe ungefär 20 ml bariumkloridlösning (4.2) under ständig, kraftig omrörning. Koka i några minuter.

Täck över bägaren med ett urglas och låt den stå i ett kokande vattenbad (5.2) i en timme. Låt den sedan stå varmt (ungefär 60 °C) tills vätskan ovanför sedimentet är helt klar. Häll upp den klara lösningen genom ett långsamt filtrerande, askfritt filter. Tvätta fällningen flera gånger med varmt vatten. Fortsätt att tvätta fällningen på filtret tills filtratet är kloridfritt. Detta kan kontrolleras med silvernitratlösning (4.3).

6.3 *Förbränning och vägning av fällningen*

Placera filterpappret och fällningen i en porslinsdegel (5.1) som tidigare vägts med en noggrannhet på 0,1 mg. Torka i ugnen (5.3) och föraska provet vid ca 800 °C i en halvtimme (5.4). Låt svalna i en exsickator och väg med en noggrannhet på 0,1 mg.

7. **Redovisning av resultaten**

Ett mg bariumsulfat motsvarar 0,137 mg S eller 0,343 mg SO_3.

Procenthalten av S i gödselmedlet är:

$$S\ (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3\ (\%) = S(\%) \times 2,5$$

där

w= bariumsulfatfällningens massa i milligram,

v_1= extraktionslösningens volym i milliliter,

v_2= alikvotens volym i milliliter,

m= provets massa i gram.

Metod 8.10

Bestämning av extraherat natrium

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av natrium i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Metoden gäller EG-gödselmedel, för vilka bilaga I föreskriver att förekomst av natrium skall anges.

3. **Princip**

Efter lämplig utspädning av det extrakt som erhålls med metod 8.1 och/eller 8.3 bestäms natriumhalten i lösningen med flamspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyra*

En del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) plus en del vatten.

▼B

4.2 Aluminiumnitrat $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

4.3 Cesiumklorid, CsCl

4.4 Vattenfritt natriumklorid, NaCl

4.5 *Lösning av cesiumklorid och aluminiumnitrat*

Lös i vatten 50 g cesiumklorid (4.3) och 250 g aluminiumnitrat (4.2) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.

4.6 *Ställd natriumlösning på ett mg/ml Na*

Lös i vatten 2,542 g natriumklorid (4.4) i en 1 000 ml-mätkolv. Tillsätt 10 ml saltsyra (4.1). Fyll på vatten till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Spektrometer utrustad för flammetri, inställd på 589,3 nm.

6. **Kalibreringslösningar**

6.1 Placera 10 ml standardlösning (4.6) i en 250 ml-mätkolv. Fyll till märket och blanda. Lösningens koncentration: 40 µg/ml Na

6.2 Placera 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml av den intermediära lösningen (6.1) i 100 ml-mätkolvar. Tillsätt 10 ml av lösningen (4.5). Fyll till märket och blanda. Lösningarnas koncentration: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg/ml Na

7. **Beredning av de lösningar som skall mätas**

Gör utspädningen med beaktande av den förväntade natriumhalten i extraktionslösningen enligt metod 8.1 eller 8.3 (5 g gödselmedel i 500 ml) enligt följande tabell:

Na_2O (%)	Na (%)	Intermediär spädning		Slutlig spädning		Spädningsgrad
		Prov (ml) (v_2)	Spädning till ml (v_3)	Prov (ml) (v_4)	Spädning till 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

Gör den intermediära utspädningen med vatten. För den slutliga utspädningen tillsätts 10 ml av lösningen (4.5) till en 100 ml-mätkolv.

För ett prov på ett gram multipliceras den slutliga utspädningens mängd (v_4) med fem.

8. **Bestämning**

Ställ in spektrometern (5.1) för mätning på våglängd 589,3 nm. Kalibrera instrumentet genom att registera instrumentets reaktion på kalibreringslösningarna (6.2). Justera sedan dess känslighet, så att hela skalan utnyttjas när den mest koncentrerade kalibreringslösningen används. Mät sedan reaktionen på den provlösning som skall analyseras (7). Upprepa detta tre gånger.

9. **Beräkning av resultaten**

Rita upp en kalibreringskurva genom att markera det genomsnittliga utslaget för varje kalibreringslösning, uttryckt i µg per ml på x-axeln. Bestäm ur denna provlösningens natriumkoncentration. Beräkna mängden natrium ur standardlösningarna med hänsyn tagen till spädningsgraderna. Redovisa resultaten som procenthalt av provet.

Procent natriumhalt (Na) i gödselmedel erhålls ur följande ekvationer:

▼B

$$\text{Na}\ (\%) = \text{x}.\frac{v_3}{v_4}\frac{v_1}{v_2}\frac{10^{-2}}{\text{m}}$$

$$\text{Na}_2\text{O}\ (\%) = \text{Na}(\%)\ \times\ 1,348$$

där

x= koncentration av lösningen införd i spektrometern i μg/ml,

v_1= extraktionslösningens volym i milliliter,

v_2= alikvotens volym i milliliter,

v_3= den intermediära spädningens volym i milliliter,

v_4= alikvotens volym i ml av den slutliga spädningen (i 100 milliliter),

m= provets massa i gram.

Metod 9

Mikronäringsämnen i halter upp till 10 %

Metod 9.1

Extraktion av den totala halten av mikronäringsämnen

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera den totala halten av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma den totala halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. **Tillämpningsområde**

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpbart på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

3. **Princip**

Upplösning i kokande utspädd saltsyra.

Anmärkning

Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ beroende på produkten eller gödselmedlets andra beståndsdelar. Särskilt för vissa manganoxider kan den extraherade mängden vara betydligt mindre än den totala mängd mangan som produkten innehåller. Gödselmedelstillverkaren ansvarar för att den deklarerade halten verkligen motsvarar den mängd som extraheras under de förhållanden som metoden anger.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

4.2 Koncentrerad ammoniaklösning (NH_4OH, d = 0,9 g/ml)

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

▼B

Anmärkning

Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Eftersom det ingår kokning i metoden är teflon eller kvartsglas lämpligt att använda. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Provets massa (g)	10	5	2
Ämnets massa i provet	1	0,5–250	100–200
Volymen av extrakt V (ml)	250	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	4	1–500	200–400

Överför provet till en 250 ml-glasbägare.

7.2 *Beredning av lösningen*

Fukta provet med lite vatten om det behövs. Tillsätt försiktigt och i små mängder 10 ml utspädd saltsyralösning (4.1) per gram gödselmedel. Tillsätt ca 50 ml vatten. Täck glasbägaren med ett urglas och blanda. Låt blandningen koka upp på kokplattan och låt den koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Överför kvantitativt till en mätkolv på 250 eller 500 ml (se tabell). Fyll till märket med vatten och blanda väl. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kasta den första mängden. Extraktet skall vara helt klart.

Bestämningen bör göras omedelbart på alikvoter av det klara filtratet. I annat fall bör kärlet täppas till.

Anmärkningar

Extrakt där halten av bor skall bestämmas: Justera pH-värdet till mellan 4 och 6 med koncentrerad ammoniak (4.2).

8. **Bestämning**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en alikvot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

Metod 9.2

Extraktion av vattenlösliga mikronäringsämnen

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera vattenlösliga former av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som

▼B

möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. **Tillämpningsområde**

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpbart på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

3. **Princip**

Mikronäringsämnena extraheras genom att gödselmedlet skakas i vatten vid 20 (± 2) °C.

Anmärkning

Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

5. **Utrustning**

5.1 Roterande skakapparat (35-40 varv i minuten)

5.2 pH-mätare

Anmärkning

Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Teflon eller kvartsglas är lämpligt att använda för denna extraktion. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Provets massa (g)	10	5	2
Ämnets massa i provet	1	0,5–250	100–200
Volymen av extrakt V (ml)	250	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	4	1–500	200–400

Överför provet till en kolv på 250 eller 500 ml (se tabell).

7.2 *Beredning av lösningen*

Tillsätt ca 200 ml vatten i 250 ml-kolven eller 400 ml vatten i 500 ml-kolven.

Tillslut kolven väl med en propp. Skaka den kraftigt för hand för att dispergera provet. Placera därefter kolven i skakapparaten (5.1) och skaka den i 30 minuter.

Fyll till märket med vatten och blanda väl.

▼B

7.3 *Beredning av provlösningen*

Filtrera omedelbart till en ren och torr kolv. Tillslut kolven med en propp. Gör bestämningen direkt efter filtreringen.

Anmärkning

Om filtratet gradvis blir grumligt, gör en ny extraktion enligt 7.1 och 7.2 och i en kolv med volym Ve. Filtrera till en mätkolv volym W som torkats och därefter försetts med 5,00 ml saltsyralösning (4.1). Avbryt filtreringen exakt när ytan är i höjd med märket. Blanda väl.

När detta förfarande följs är extraktets volym

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Detta värde på V skall användas vid bestämningen av halten av spårämnena.

8. **Bestämning**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en alikvot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

Metod 9.3

Borttagande av organiska föreningar från extrakt av gödselmedel

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att ta bort organiska föreningar från extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

Anmärkning

Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

De organiska föreningarna i en alikvot av extraktet oxideras med väteperoxid.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l*

Blanda 1 volymdel saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 20 volymdelar vatten.

4.2 Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2, ρ = 1,11 g/ml), fri från mikronäringsämnen

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **Förfarande**

Häll 25 ml av den lösning som har extraherats med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 i en 100 ml-glasbägare. Om metod 9.2 används, tillsätt 5 ml utspädd saltsyralösning (4.1). Tillsätt sedan 5 ml väteperoxidlösning (4.2). Täck med ett urglas. Låt oxidera i rumstemperatur i ca en timme,

▼B

låt sedan gradvis koka upp och låt koka i en halvtimme. Tillsätt vid behov ytterligare 5 ml väteperoxid till lösningen när den har svalnat. Koka sedan lösningen för att ta bort överskott av väteperoxid. Låt svalna och överför kvantitativt till en 50 ml-mätkolv och fyll upp till märket. Filtrera vid behov.

Denna utspädning skall beaktas vid uttagningen av alikvoter och beräkningen av mikronäringsämnenas procentandel i produkten.

Metod 9.4

Bestämning av mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

(allmänt förfarande)

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av halten av vissa mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

Anpassning av förfarandet till respektive mikronäringsämne finns beskriven i den särskilda metoden för varje spårämne.

Anmärkning

Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

Efter det att extraktet vid behov har behandlats för att minska eller ta bort störande kemiska ämnen, späds det ut så att koncentrationen ligger inom spektrometerns optimala mätområde på en väglängd som är lämplig för det mikronäringsämne som skall bestämmas.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

4.2 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l*

Blanda 1 volymdel saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 20 volymdelar vatten.

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Denna reagens används för bestämning av kobolt, järn, mangan och zink. Den kan beredas på följande två sätt:

a) Lantanoxid upplöst i saltsyra (4.1). Sätt 11,73 g lantanoxid (La_2O_3) till 150 ml vatten i en 1-liters mätkolv och tillsätt 120 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt den lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten och blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l

b) eller med lösningar av lantanklorid, lantansulfat eller lantannitrat. Lös upp 26,7 g lantankloridheptahydrat ($LaCl_3.7H_2O$) eller 31,2 g lantannitrathexahydrat [$La(NO_3)_3.6H_2O$] eller 26,2 g lantansulfatnonahydrat [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] i 150 ml vatten. Tillsätt 85 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt saltet lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten. Blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l.

4.4 *Kalibreringslösningar*

För beredningen av dessa, se varje mikronäringämnes respektive bestämningsmetod.

▼B

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer med strålningskällor som ger karakteristisk strålning för de mikronäringsämnen som skall bestämmas.

Den som använder utrustningen skall ha god kännedom om den och följa tillverkarens instruktioner. Utrustningen skall tillåta att bakgrundskorrigering görs så att sådan kan användas vid behov, särskilt för Co och Zn. De gaser som skall användas är luft och acetylen.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Beredning av extraktlösningar av de mikronäringsämnen som skall bestämmas.*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Späd en alikvot av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1, 9.2 eller 9.3 med vatten och/eller saltsyra (4.1) eller (4.2) så att den slutliga mätlösningen innehåller en koncentration av de ämnen som skall bestämmas som är lämplig för det mätområde som används (7.2) och en saltsyrakoncentration på minst 0,5 mol/l och inte mer än 2,5 mol/l. Det kan behövas en eller flera ytterligare utspädningar.

Häll i en 100 ml-mätkolv en alikvot av den slutliga lösning som har framställts genom att späda extraktet. Låt (a) vara volymen i ml. För bestämning av halten av kobolt, järn, mangan eller zink, tillsätt 10 ml av lantansaltlösningen (4.3). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Detta är den slutliga mätlösningen. Låt D vara utspädningsfaktorn.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Från de arbetskalibreringslösningar som har framställts med hjälp av varje mikronäringsämnes respektive metod bereds i 100 ml-mätkolvar en serie med minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom spektrometerns optimala mätområde. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära den utspädda provlösningens koncentration som möjligt (6.2). Vid bestämning av kobolt, järn, mangan och zink, tillsätt 10 ml av samma lantansaltlösning (4.3) som användes i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

7.3 *Bestämning*

Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden enligt metoden för det aktuella mikronäringsämnet.

Spruta in kalibreringslösningarna (7.2), provlösningen (6.2) och blindlösningen (7.1) i tur och ordning tre gånger. Anteckna varje resultat och spola instrumentet med destillerat vatten mellan varje insprutning.

Rita kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanserna för var och en av kalibreringslösningarna (7.2) längs y-axeln och motsvarande spårämneskoncentrationer i μg/ml längs x-axeln.

Avläs ur kurvan koncentrationen av det aktuella mikronäringsämnet i provlösningen x_s (6.2) och i blindlösningen x_b (7.1). Koncentrationerna uttrycks i μg per ml.

8. **Redovisning av resultaten**

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mikronäringsämnet (E):

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

▼B

$$E\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

E är mängden mikronäringsämne som skall bestämmas, uttryckt som procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i μg/ml,

x_b är blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i μg/ml,

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.5

Spektrometrisk bestämning av borhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av azometin-H

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av bor i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen bor skall deklareras enligt bilaga I i denna förordning.

3. **Princip**

Boratjoner bildar tillsammans med azometin-H-lösning ett gult komplex. Komplexets koncentration bestäms med hjälp av molekylabsorptionsspektrometri vid 410 nm. Störande joner maskeras med EDTA.

4. **Reagens**

4.1 *EDTA-buffertlösning*

Överför följande till en 500 ml-mätkolv som innehåller 300 ml vatten:

— 75 g ammoniumacetat (NH_4OOCCH_3).

— 10 g dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra (Na_2EDTA).

— 40 ml ättiksyra (CH_3COOH d_{20} = 1,05 g/ml).

Fyll till märket med vatten och blanda väl. Lösningens pH-värde, mätt med en glaselektrod, skall vara 4,8 ± 0,1.

4.2 *Azometin-H-lösning*

Överför följande till en 200 ml-mätkolv:

— 10 ml buffertlösning (4.1).

— 400 mg azometin-H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$);

— 2 g askorbinsyra ($C_6H_8O_6$).

— Fyll till märket och blanda väl. Blanda inte till stora mängder av detta reagens eftersom det bara är hållbart några dagar.

▼B

4.3 *Borkalibreringslösningar*

4.3.1 Borstamlösning (100 μg/ml)

Lös 0,5719 g borsyra (H_2BO_3) i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Överför till en plastkolv och förvara i kylskåp.

4.3.2 Borstamlösning (10 μg/ml)

Överför 50 ml stamlösning (4.3.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

5. **Utrustning**

Spektrometer utrustad för molekylabsorption, inställd på en våglängd på 410 nm och försedd med kyvett med 10 mm skikttjocklek.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Beredning av borlösningen*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Späd en alikvot av extraktet (6.1) så att den borkoncentration som anges i 7.2 erhålles. Det kan krävas två utspädningar i följd. Låt D vara utspädningsfaktorn.

6.3 *Beredning av korrektionslösningen*

Om provlösningen (6.2) är färgad, bered en motsvarande korrektionslösning genom att till en plastkolv föra över 5 ml av provlösningen (6.2), 5 ml EDTA-buffertlösning (4.1) och 5 ml vatten och blanda väl.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

För över 0, 5, 10, 15, 20 och 25 ml av arbetskalibreringslösningen (4.3.3) till en serie 100 ml-mätkolvar. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Dessa lösningar innehåller mellan 0 och 2,5 μg/ml bor.

7.3 *Färgutveckling*

För över 5 ml av kalibreringslösningarna (7.2), provlösningarna (6.2) och blindlösningen (7.1) till en serie plastkolvar. Tillsätt 5 ml av EDTA-buffertlösningen (4.1). Tillsätt 5 ml av azomethin-H-lösningen (4.2).

Blanda väl och låt färgen utvecklas i mörker 2,5-3 timmar.

7.4 *Bestämning*

Mät absorbansen hos de lösningar som har framställts enligt 7.3 och vid behov korrektionslösningen (6.3) mot vatten vid en våglängd på 410 nm. Skölj kyvetterna med vatten före varje ny avläsning.

8. **Redovisning av resultaten**

Rita upp kalibreringskurvan med lösningarnas koncentration (7.2) på x-axeln och den absorbans (7.4) som spektrometern anger längs y-axeln.

Avläs ur kalibreringskurvan koncentrationen av bor (B) i blindlösningen (7.1), koncentrationen av bor (B) i provlösningen (6.2) och, om provlösningen är färgad, den korrigerade koncentrationen av lösningen. För att beräkna denna, subtrahera korrektionslösningens absorbans (6.3) från provlösningens absorbans och bestäm den korrigerade koncentrationen av provlösningen. Anteckna provlösningens koncentration (6.2) med eller utan korrigering, $X(x_s)$ och blindlösningens koncentration (x_b).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av bor:

▼B

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

B = mängden bor uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens koncentration (μg/ml) i provlösningen (6.2), med eller utan korrigering,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration (μg/ml),

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2) är alikvoterna och (v1), (v2) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metod 9.6

Bestämning av kobolthalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen kobolt skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kobolthalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 9.4 (4.3).

4.4 *Koboltkalibreringslösning*

4.4.1 Koboltstamlösning (1 000 μg/ml)

Väg in 1 g kobolt med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och värm på en värmeplatta tills koboltet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

▼B

4.4.2 Koboltstamlösning (100 µg/ml)

Överför 10 ml stamlösning (4.4.1) till en 100 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för kobolts karakteristiska strålning (240,7 nm). Bakgrundskorrigering måste kunna göras.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Koboltextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 5 µg/ml kobolt, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml kobolt.

7.3 *Bestämning*

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 240,7 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt:

$$\text{Co \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Co \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Co = mängden kobolt uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i µg/ml,

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D = faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.7

Bestämning av kopparhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen koppar skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kopparhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml) fri från mikronäringsämnen

4.4 *Kopparkalibreringslösning*

4.4.1 Kopparstamlösning (1 000 µg/ml)

Väg in 1 g koppar med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 5 ml väteperoxidlösning (4.3) och värm på en värmeplatta tills kopparen är helt upplöst. Överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2 Koppararbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.4.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för koppars karakteristiska strålning (324,8 nm).

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Kopparextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 9.4 (6.2).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 9.4 (7.1).

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 5 µg/ml koppar, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkol-

▼B

var. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration (6.2) som möjligt. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 μg/ml koppar.

7.3 *Bestämning*

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 324,8 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Cu } \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Cu = mängden koppar uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i μg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i μg/ml,

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.8

Bestämning av järnhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

▼B

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), från mikronäringsämnen

4.4 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 9.4 (4.3).

4.5 *Järnkalibreringslösningar*

4.5.1 Järnstamlösning (1 000 µg/ml)

Väg in 1 g järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.5.2 Järnarbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Järnextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

7.3 *Bestämning*

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

▼B

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

$$Fe\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Fe = mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i μg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i μg/ml,

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.9

Bestämning av halten av mangan i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen mangan skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms manganhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 9.4 (4.3).

4.4 *Mangankalibreringslösning*

4.4.1 Manganstamlösning (1 000 μg/ml)

Väg in 1 g mangan med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyralösning (4.1). Värm på en värmeplatta tills manganet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

▼B

4.4.2 Manganarbetslösning (100 μg/ml)

Späd ut 20 ml stamlösning (4.4.1) med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2) i en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för mangans karakteristiska strålning (279,6 nm).

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Manganextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 5 μg/ml mangan, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 μg/ml mangan.

7.3 *Bestämning*

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 279,6 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Mn är mängden mangan uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i μg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i μg/ml,

V = volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M = massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.10

Bestämning av molybden i extrakt av gödselmedel med hjälp av spektrometri av ett komplex med ammoniumtiocyanat

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen molybden skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Molybden (V) bildar tillsammans med SCN-joner i sur miljö ett komplex $[MoO(SCN)_5]$.

Komplexet extraheras med n-butylacetat. Störande joner, som t. ex. järnjoner blir kvar i vattenfasen. Den orangegula färgen bestäms av molekylabsorptionsspektrometri vid 470 nm.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

4.2 *Kopparlösning (70 mg/l) i 1,5 mol/l saltsyra*

Lös 275 mg kopparsulfat ($CuSO_4.5H_2O$), som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 250 ml 6 mol/l saltsyralösning (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.3 *Askorbinsyrelösning (50 g/l)*

Lös 50 g askorbinsyra ($C_6H_8O_6$) i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Förvara i kylskåp.4.4
n-butylacetat

4.5 *Ammoniumtiocyanatlösning, 0,2 M*

Lös upp 15,224 g NH_4SCN i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket. Blanda väl och förvara i en mörk flaska.

4.6 *Tennkloridlösning (50 g/l) i 2 mol/l saltsyra*

Denna lösning måste vara helt klar och beredas direkt före användningen. Tennkloriden måste vara mycket ren, annars blir lösningen grumlig.

För att bereda 100 ml lösning, lös 5 g ($SnCl_2.2H_2O$) i 35 ml 6 mol/l HCl-lösning (4.1). Tillsätt 10 ml kopparlösning (4.2). Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.7 *Molybdenkalibreringslösningar*

4.7.1 Molybdenstamlösning (500 µg/ml)

Lös 0,920 g ammoniummolybdat $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$, som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med saltsyran och blanda väl.

4.7.2 Intermediär molybdenlösning (25 µg/ml)

Överför 25 ml stamlösning (4.7.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 mol/l saltsyra (4.1) och blanda väl.

4.7.3 Molybdenarbetslösning (2,5 µg/ml)

Överför 10 ml intermediär lösning (4.7.2) till en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 mol/l saltsyra (4.1) och blanda väl.

▼B

5. **Utrustning**

5.1 Molekylabsorptionsspektrometer försedd med kyvetter med 20 mm skikttjocklek. Instrumentet skall vara inställt på en våglängd på 470 nm.

5.2 Separationstrattar på 200 eller 250 ml

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Molybdenextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Späd en alikvot av extraktet (6.1) med 6 mol/l saltsyralösning (4.1) för att få fram en lämplig molybdenkoncentration. Låt D vara utspädningsfaktorn.

Överför en alikvot (a) från extraktlösningen som innehåller 1-12 µg molybden till en separationstratt (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 mol/l saltsyralösning (4.1).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Bered en serie med minst sex kalibreringslösningar med ökande koncentration som motsvarar spektrometerns optimala mätområde.

För området 0-12,5 µg molybden, överför 0, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.7.3) till separationstrattarna (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 mol/l saltsyralösning (4.1). Trattarna innehåller 0, 2,5, 5, 7,5, 10 och 12,5 µg molybden.

7.3 *Framkallning och separation av komplexet*

Tillsätt i varje separationstratt (6.2, 7.1 och 7.2) i tur och ordning följande lösningar:

— 10 ml kopparlösning (4.2).

— 20 ml askorbinsyrelösning (4.3).

Blanda väl och vänta i två eller tre minuter. Tillsätt sedan följande:

— 10 ml n-butylacetat (4.4) med hjälp av en precisionspipett.

— 20 ml tiocyanatlösning (4.5).

Skaka i en minut så att komplexet extraheras i den organiska fasen. Låt separera. När de två faserna har separerats, ta bort hela vattenfasen och kasta den. Tvätta den organiska fasen med:

— 10 ml tennkloridlösning (4.6).

Skaka i en minut. Låt separera. Ta bort hela vattenfasen. Samla upp den organiska fasen i ett provrör; detta gör det möjligt att samla de suspenderade vattendropparna.

7.4 *Bestämning*

Mät absorbansen i de lösningar som har framställts enligt 7.3 vid en våglängd på 470 nm. Använd molybdenkalibreringslösningen med 0 µg/ml (7.2) som referens.

8. **Redovisning av resultaten**

Rita upp kalibreringskurvan med massan av molybden i kalibreringslösningarna (7.2) uttryckt i µg på x-axeln och de absorbanser (7.4) som spektrometern anger längs y-axeln.

Bestäm ur kalibreringskurvan massan av molybden i provlösningen (6.2) och i blindlösningen (7.1). Dessa massor betecknas (x_s) respektive (x_b).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av molybden:

▼B

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Mo } \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Mo är mängden molybden uttryckt i procent av gödselmedlet,

a är volymen av alikvoten från den sista utspädningslösningen (6.2) uttryckt i ml,

x_s är massan av molybden i provlösningen (6.2) uttryckt i μg,

x_b är massan av molybden uttryckt i μg i blindlösningen (7.1) vars volym motsvarar volymen (a) av alikvoten av provlösningen (6.2),

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2) är alikvoterna och (v1), (v2) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Metod 9.11

Bestämning av halten av zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen zink skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 9.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 9.4 (4.2).

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 9.4 (4.3).

▼B

4.4 *Zinkkalibreringslösning*

4.4.1 Zinkstamlösning (1 000 μg/ml)

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinket är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2 Zinkarbetslösning (100 μg/ml)

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigering måste kunna göras.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Zinkextraktlösning*

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 och 5 μg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 μg/ml zink.

7.3 *Bestämning*

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Zn \%} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Zn är mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i μg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i μg/ml,

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

▼B

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 10

Mikronäringsämnen i halter på över 10 %

Metod 10.1

Extraktion av den totala halten av mikronäringsämnen

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera den totala halten av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma den totala halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. **Tillämpningsområde**

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E till denna förordning och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpbart på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av mer än 10 %.

3. **Princip**

Upplösning i kokande utspädd saltsyra.

Anmärkning

Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ beroende på produkten eller gödselmedlets andra beståndsdelar. Särskilt för vissa manganoxider kan den extraherade mängden vara betydligt mindre än den totala mängd mangan som produkten innehåller. Gödselmedelstillverkaren ansvarar för att den deklarerade halten verkligen motsvarar den mängd som extraheras under de förhållanden som metoden anger.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

4.2 Koncentrerad ammoniaklösning (NH_4OH, ρ = 0,9 g/ml)

5. **Utrustning**

5.1 Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur

5.2 *pH-mätare*

Anmärkning

Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Eftersom det ingår kokning i metoden är teflon eller kvartsglas lämpligt att använda. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **Provberedning**

Se metod 1.

▼B

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Tag en mängd gödselmedel som väger 1 eller 2 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	> 10 < 25	≥ 25
Provets massa (g)	2	1
Ämnets massa i provet	> 200 < 500	≥ 250
Volymen av extrakt V (ml)	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	> 400 < 1000	≥ 500

Överför provet till en 250 ml-glasbägare.

7.2 *Beredning av lösningen*

Fukta provet med lite vatten om det behövs. Tillsätt försiktigt och i små mängder 10 ml utspädd saltsyralösning (4.1) per gram gödselmedel. Tillsätt ca 50 ml vatten. Täck glasbägaren med ett urglas och blanda. Låt blandningen koka upp på kokplattan och låt den koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Överför kvantitativt till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kasta den första mängden. Extraktet skall vara helt klart.

Bestämningen bör göras omedelbart på alikvoter av det klara filtratet. I annat fall bör kärlet täppas till.

Anmärkning

Extrakt där halten av bor skall bestämmas: Justera pH-värdet till mellan 4 och 6 med koncentrerad ammoniak (4.2).

8. **Bestämning**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Metoderna 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 och 10.10 kan inte användas för att bestämma ämnen som förekommer i kelaterad eller komplex form. I sådana fall måste metod 10.3 tillämpas före bestämningen.

Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri (metoderna 10.8 och 10.11).

Metod 10.2

Extraktion av vattenlösliga mikronäringsämnen

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera vattenlösliga former av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. **Tillämpningsområde**

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E till denna förordning och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. För-

▼B

farandet är tillämpbart på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av mer än 10 %.

3. **Princip**

Mikronäringsämnena extraheras genom att gödselmedlet skakas i vatten vid 20 (± 2) °C.

Anmärkning

Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

5. **Utrustning**

5.1 *Roterande skakapparat (35-40 varv i minuten)*

Anmärkning

Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Teflon eller kvartsglasär lämpligt att använda för denna extraktion. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **Beredning av provet**

Se metod 1.

7. **Förfarande**

7.1 *Prov*

Tag en mängd gödselmedel som väger 1 eller 2 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	> 10 < 25	≥ 25
Provets massa (g)	2	1
Ämnets massa i provet	> 200 < 500	≥ 250
Volymen av extrakt V (ml)	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Överför provet till en kolv på 500 ml.

7.2 *Beredning av lösningen*

Tillsätt ca 400 ml vatten.

Tillslut kolven väl med en propp. Skaka den kraftigt för hand för att dispergera provet. Placera därefter kolven i skakapparaten (5.1) och skaka den i 30 minuter.

Fyll till märket med vatten och blanda väl.

7.3 *Beredning av provlösningen*

Filtrera omedelbart till en ren och torr kolv. Tillslut kolven med en propp. Gör bestämningen direkt efter filtreringen.

▼B

Anmärkning

Om filtratet gradvis blir grumligt, gör en ny extraktion enligt 7.1 och 7.2 och i en kolv med volym Ve. Filtrera till en mätkolv volym W som torkats och därefter försetts med 5 ml saltsyralösning (4.1). Avbryt filtreringen exakt när ytan är i höjd med märket. Blanda väl.

När detta förfarande följs är extraktets volym

$$V = Ve \times W/(W - 5)$$

Detta värde på V skall användas vid bestämningen av halten av spårämnena.

8. **Bestämning**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Metoderna 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 och 10.10 kan inte användas för att bestämma ämnen som förekommer i kelaterad eller komplex form. I sådana fall måste metod 10.3 tillämpas före bestämningen.

Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri (metoderna 10.8 och 10.11).

Metod 10.3

Borttagande av organiska föreningar från extrakt av gödselmedel

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att ta bort organiska föreningar från extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

Anmärkning

Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

De organiska föreningarna i en alikvot av extraktet oxideras med väteperoxid.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l:*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 20 delar vatten.

4.2 Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), från mikronäringsämnen

5. **Utrustning**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **Förfarande**

Häll 25 ml av den lösning som har extraherats med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 i en 100 ml-glasbägare. Om metod 10.2 används, tillsätt 5 ml utspädd saltsyralösning (4.1). Tillsätt sedan 5 ml väteperoxidlösning (4.2). Täck med ett urglas. Låt oxidera i rumstemperatur i ca en timme, låt sedan gradvis koka upp och låt koka i en halvtimme. Tillsätt vid behov ytterligare 5 ml väteperoxid till lösningen när den har svalnat. Koka sedan lösningen för att ta bort överskott av väteperoxid. Låt svalna och överför kvantitativt till en 50 ml-mätkolv och fyll upp till märket. Filtrera vid behov.

▼B

Denna utspädning skall beaktas vid uttagningen av alikvoter och beräkningen av mikronäringsämnenas procentandel i produkten.

Metod 10.4

Bestämning av mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel genom atomabsorptionsspektometri

(allmänt förfarande)

1. **Räckvidd**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av halten av järn och zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn eller zink skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

Anpassning av förfarandet till respektive mikronäringsämne finns beskriven i den särskilda metoden för varje spårämne.

Anmärkning

Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. **Princip**

Efter det att extraktet vid behov har behandlats för att minska eller ta bort störande kemiska ämnen, späds det ut så att koncentrationen ligger inom spektrometerns optimala mätområde på en väglängd som är lämplig för det mikronäringsämne som skall bestämmas.

4. **Reagens**

4.1 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 del vatten.

4.2 *Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l*

Blanda 1 volymdel saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 20 volymdelar vatten.

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Denna reagens används för bestämning av järn och zink. Den kan beredas på följande två sätt:

a) med lantanoxid upplöst i saltsyra (4.1). Sätt 11,73 g lantanoxid (La_2O_3) till 150 ml vatten i en 1-liters mätkolv och tillsätt 120 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt den lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten och blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l. eller

b) med lösningar av lantanklorid, lantansulfat eller lantannitrat. Lös upp 26,7 g lantankloridheptahydrat ($LaCl_3.7H_2O$) eller 31,2 g lantannitrathexahydrat [$La(NO_3)_3.6H_2O$] eller 26,2 g lantansulfat- nonahydrat [$La_2(SO_4)_3.9H_2O$] i 150 ml vatten. Tillsätt 85 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt saltet lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten. Blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l.

4.4 *Kalibreringslösningar*

För beredningen av dessa, se varje mikronäringämnes respektive bestämningsmetod.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer med strålningskällor som ger karakteristisk strålning för de mikronäringsämnen som skall bestämmas.

▼B

Den som använder utrustningen skall ha god kännedom om den och följa tillverkarens instruktioner. Utrustningen skall tillåta att bakgrundskorrigering görs så att sådan kan användas vid behov (t. ex. för Zn). De gaser som skall användas är luft och acetylen.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Beredning av extraktlösningar av de ämnen som skall bestämmas*

Se metod 10.1 och/eller 10.2 och vid behov 10.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Späd en alikvot av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1, 10.2 eller 10.3 med vatten och/eller saltsyra (4.1) eller (4.2) så att den slutliga mätlösningen innehåller en koncentration av de ämnen som skall bestämmas som är lämplig för det mätområde som används (7.2) och en saltsyrakoncentration på minst 0,5 mol/l och inte mer än 2,5 mol/l. Det kan behövas en eller flera ytterligare utspädningar.

Den slutliga lösningen framställs genom att en alikvot av det utspädda extraktet placeras i en 100-ml-mätkolv. Låt volymen av denna alikvot vara (a) ml. Tillsätt 10 ml av lantansaltlösningen (4.3). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Låt D vara utspädningsfaktorn.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Från de arbetskalibreringslösningar som har framställts med hjälp av varje mikronäringsämnes respektive metod bereds i 100 ml-mätkolvar en serie med minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom spektrometerns optimala mätområde. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära den utspädda provlösningens koncentration som möjligt (6.2). Vid bestämning av järn och zink, tillsätt 10 ml av samma lantansaltlösning (4.3) som användes i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

7.3 *Bestämning*

Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden enligt metoden för det aktuella mikronäringsämnet.

Spruta in kalibreringslösningarna (7.2), provlösningen (6.2) och blindlösningen (7.1) i tur och ordning tre gånger. Anteckna varje resultat och spola instrumentet med destillerat vatten mellan varje insprutning.

Rita kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanserna för var och en av kalibreringslösningarna (7.2) längs y-axeln och motsvarande spårämneskoncentrationer i μg/ml längs x-axeln.

Avläs ur kurvan koncentrationen av det aktuella mikronäringsämnet i provlösningen x_s (6.2) och i blindlösningen x_b (7.1). Koncentrationerna uttrycks i μg per ml.

8. **Redovisning av resultaten**

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mikronäringsämnet (E):

$$E\,\% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$E\,(\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

E är mängden mikronäringsämne som skall bestämmas, uttryckt som procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i μg/ml,

▼B

x_b är blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i μg/ml,

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times . \times . \times . \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 10.5

Spektrometrisk bestämning av borhalten i extrakt med hjälp av acidimetrisk titrering

1. **Räckvidd**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av bor i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen bor skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Boratjoner bildar tillsammans med mannitol ett mannitolborat-komplex genom följande reaktion:

$$C_6H_8(OH)_6 + H_3BO_3C_6H_{15}O_8B + H_2O$$

Komplexet titreras med natriumhydroxidlösning till ett pH på 6,3.

4. **Reagens**

4.1 *Metylröttindikator.*

Lös 0,1 g metylrött ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) i 50 ml etanol (95 %) i en 100 ml-mätkolv. Fyll med vatten till 100 ml. Blanda väl.

4.2 *Utspädd saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Blanda 1 del saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 20 delar vatten.

4.3 *Natriumhydroxidlösning, ca 0,5 mol/l*

Måste vara koldioxidfri. Lös 20 g natriumhydroxid (NaOH) i pastillform i en 1 liters mätkolv som innehåller ca 800 ml kokt vatten. När lösningen har svalnat, fyll till 1 000 ml-märket med kokt vatten och blanda väl.

4.4 *Standardlösing av natriumhydroxid, ca 0,025 mol/l*

Måste vara koldioxidfri. Späd den 0,5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.3) 20 gånger med kokt vatten och blanda väl. Lösningens värde uttryckt i bor (B) skall bestämmas (se punkt 9).

4.5 *Borkalibreringslösning (100 μg/ml)*

Lös 0,5719 g borsyra (H_3BO_3) mätt med en noggrannhet på 0,1 mg, i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Överför till en plastkolv och förvara i kylskåp.

4.6 D-mannitol ($C_6H_{14}O_6$), pulver

4.7 Natriumklorid (NaCl).

▼B

5. **Utrustning**

5.1 pH-mätare med glaselektrod

5.2 Magnetomrörare

5.3 400 ml-bägare med teflonstav

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Beredning av borlösningen*

Se metod 10.1, 10.2 och vid behov 10.3.

7. **Förfarande**

7.1 *Provning*

Placera i en 400 ml-bägare (5.3) en alikvot (a) av extraktet (6.1) innehållande 2 till 4 mg B. Tillsätt 150 ml vatten.

Tillsätt flera droppar av metylröttindikatorlösningen (4.1).

Vid extraktion enligt metod 10.2, tillsätt 0,5 mol/l saltsyra (4.2) tills dess att indikatorlösningen ändrar färg, och tillsätt sedan ytterligare 0,5 mol/l saltsyra (4.2).

Tillsätt 3 g natriumklorid (4.7) och koka upp för att avlägsna koldioxid. Låt svalna. Placera bägaren på magnetomröraren (5.2) och sänk ned de kalibrerade elektroderna för pH-mätning (5.1).

Justera lösningens pH-värde till exakt 6,3, först med 0,5 mol/l natriumhydroxidlösning (4.3) och sedan med 0,025 mol/l lösning (4.4).

Tillsätt 20 g D-mannitol (4.6), lös fullständigt och blanda väl. Titrera med 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) till pH 6,3 (stabilt i minst 1 minut). Låt x_1 vara den nödvändiga volymen.

8. **Blindlösning**

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från och med lösningsberedningen, bortsett från att gödselmedlet inte är medtaget. Låt x_0 vara den nödvändiga volymen.

9. **Halt av bor (B) i natriumhydroxidlösningen (4.4)**

Överför med pipett 20 ml (2,0 mg B) av kalibreringslösningen (4.5) till en 400 ml-bägare och tillsätt flera droppar metylröttindikatorlösning (4.1). Tillsätt 3 g natriumklorid (4.7) och saltsyralösning (4.2) tills dess att indikatorlösningen ändrar färg (4.1).

Fyll med vatten till ca 150 ml och koka försiktigt upp för att avlägsna koldioxid. Låt svalna. Placera bägaren på magnetomröraren (5.2) och sänk ned de kalibrerade elektroderna för pH-mätning (5.1). Justera lösningens pH-värde till exakt 6,3, först med 0,5 mol/l natriumhydroxidlösning (4.3) och sedan med 0,025 mol/l lösning (4.4).

Tillsätt 20 g D-mannitol (4.6), lös fullständigt och blanda väl. Titrera med 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) till pH 6,3 (stabilt i minst 1 minut). Låt V_1 vara den nödvändiga volymen.

Bered en blindlösning på samma sätt, men ersätt 20 ml vatten med kalibreringslösning. Låt V_0 vara den nödvändiga volymen.

Borhalten (F) i mg/ml standardlösning av natriumhydroxid (4.4) är följande:

$$F\ (\mathrm{img/ml}\ ) = 2/(V_1 - V_0)$$

1 ml natriumhydroxidlösning med en molaritet på exakt 0,025 mol/l motsvarar 0,27025 mg B.

10. **Redovisning av resultaten**

Gödselmedlet har följande procentuella halt av bor:

▼B

$$B\ (\%) = \frac{(X_1 - X_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

där

B är mängden bor uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_1 är volymen 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) uttryckt i ml som behövs för provlösningen,

x_0 är volymen 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) uttryckt i ml som behövs för blindlösningen,

F är halten bor (B) i 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) uttryckt i mg/ml,

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.2 eller 10.2,

a är volymen av den alikvot (7.1) som tagits från extraktlösningen (6.1) uttryckt i ml,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram.

Metod 10.6

Bestämning av kobolthalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av gravimetrisk metod med 1-nitroso-2-naftol

1. **Räckvidd**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen kobolt skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Kobolt (III) ger med 1-nitroso-2-naftol en röd fällning Co $(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$. Efter det att den kobolt som finns i extraktet har bringats i kobolt (III)-stadiet fälls kobolten ut i ett ättiksyramedium genom en lösning av 1-nitroso-2-naftol. Efter filtrering tvättas fällningen, torkas tills vikten är konstant och vägs sedan som Co $(C_{10}H_6ONO)_3 \cdot 2H_2O$.

4. **Reagens**

4.1 Väteperoxidlösning (H_2O_2 d_{20} = 1,11 g/ml) 30 %

4.2 *Natriumhydroxidlösning, ca 2 mol/l*

Lös upp 8 g natriumhydroxid i pelletform i 100 ml vatten.

4.3 *Utspädd saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Blanda 1 volymdel saltsyra (d_{20} = 1,18 g/ml) med 1 volymdel vatten.

4.4 Ättiksyra (99,7 % CH_3CO_2) (d_{20} = 1,05 g/ml)

4.5 *Ättiksyralösning (1 : 2), ca 6 mol/l*

Blanda 1 del ättiksyra (4.4) med 2 delar vatten.

4.6 Lösning av 1-nitroso-2-naftol i ättiksyra: Lös 4 g 1-nitroso-2-naftol i 100 ml ättiksyra (4.4). Tillsätt 100 ml ljummet vatten. Blanda väl. Filtrera genast. Den framställda lösningen måste användas omedelbart

5. **Utrustning**

5.1 Filterdegel P 16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 eller 50 ml

5.2 Torkugn vid 130 (± 2) °C

▼B

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Beredning av koboltlösningen*

Se metod 10.1 eller 10.2.

6.2 *Beredning av den lösning som skall analyseras*

Placera en alikvot av extraktet innehållande högst 20 mg Co i en 400 ml-bägare. Om extraktet framställs i enlighet med metod 10.2, tillsätt 5 droppar saltsyra (4.3). Tillsätt ca 10 ml väteperoxidlösning (4.1). Låt oxidationsmedlet verka i kallt tillstånd i 15 minuter, och fyll sedan med vatten till ca 100 ml. Täck bägaren med ett urglas. Koka upp lösningen och låt den koka i 10 minuter. Låt svalna. Gör lösningen basisk med natriumhydroxidlösning (4.2) som tillsätts droppvis tills svart kobolthydroxid börjar fällas ut.

7. **Förfarande**

Tillsätt 10 ml ättiksyra (4.4) och fyll med vatten till ca 200 ml. Hetta upp till kokpunkten. Tillsätt droppvis med hjälp av byrett 20 ml av 1-nitroso-2-naftol-lösningen (4.6) under ständig omrörning. Avsluta med kraftig omrörning för att få fällningen att koagulera.

Filtrera genom en filterdegel (5.1) som väg i förväg, utan att degeln täpps igen. För att undvika detta, se till att det är vätska kvar ovanför fällningen under hela filtreringen.

Skölj bägaren med utspädd ättiksyra (4.5) för att avlägsna all fällning, skölj fällningen på filtret med utspädd ättiksyra (4.5) och sedan tre gånger med hett vatten.

Torka i torkugn (5.2) vid 130 °C ± 2 °C tills vikten är konstant.

8. **Redovisning av resultaten**

1 mg Co $(C_{10}H_6ONO)_3.2H_2O$ fällning motsvarar 0,096381 mg Co.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt (Co):

$$\text{Co}\ (\%) = \text{X} \times 0,0096381 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

där

X är massan av fällningen uttryckt i mg,

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

a är volymen av den alikvot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml,

D är utspädningsfaktorn för denna alikvot,

M är massan av provet uttryckt i gram.

Metod 10.7

Bestämning av kopparhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av titreranalys

1. **Räckvidd**

I detta dokument beskrivs förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen koppar skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Kopparjoner reduceras i ett surt medium med kaliumjodid:

▼B

$$2Cu^{++} + 4I^{-} \rightarrow 2CuI + I_2$$

Det jod som därigenom frigörs titreras med en standardlösning av tiosulfat med stärkelse som indikator enligt följande:

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

4. **Reagens**

4.1 Salpetersyra (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml)

4.2 Urea [$(NH_2)_2$ C = 0]

4.3 *Ammoniumvätedifluorid (NH_4HF_2), lösning 10 % massa/volym*

Förvara lösningen i ett plastkärl.

4.4 *Ammoniumhydroxidlösning (1 + 1)*

Blanda 1 volymdel ammoniak (NH_4OH, d_{20}: 0,9 g/ml) med 1 volymdel vatten.

4.5 *Standardlösning av natriumtiosulfat*

Lös 7,812 g natriumtiosulfatpentahydrat ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) i vatten i en 1-liters mätkolv. Denna lösning måste beredas på så sätt att 1 ml = 2 mg Cu. För stabilisering, tillsätt flera droppar kloroform. Lösningen måste förvaras i en glasbehållare och skyddas från direkt ljus.4.6
Kaliumjodid (KI).

4.7 *Kaliumtiocyanat (KSCN) lösning (25 % massa/volym)*

Förvara lösningen i en plastflaska.

4.8 *Stärkelselösning (ca 0,5 %)*

Placera 2,5 g stärkelse i en 600 ml-bägare. Tillsätt ca 500 ml vatten. Koka under omrörning. Kyl till rumstemperatur. Lösningen har kort hållbarhet. Hållbarheten kan förlängas genom tillsats av ca 10 mg kvicksilverjodid.

5. **Beredning av provlösningen**

Beredning av kopparlösningen.

Se metod 10.1 och 10.2.

6. **Förfarande**

6.1 *Beredning av titreringslösningen*

Placera en alikvot av lösningen innehållande minst 20 till 40 mg Cu i en 500 ml-Erlenmeyerkolv.

Avlägsna överflödigt syre genom en kort kokning. Fyll med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml salpetersyra (4.1), koka upp och låt koka i ca en halv minut.

Tag bort Erlenmeyerkolven från värmeplattan, tillsätt ca 3 g urea (4.2) och fortsätt kokningen i ca en halv minut.

Tag bort från värmeplattan och tillsätt 200 ml kallt vatten. Vid behov, kyl innehållet i Erlenmeyerkolven till rumstemperatur.

Tillsätt ammoniumhydroxidlösning (4.4) litet i taget tills lösningen blir blå. Tillsätt ytterligare 1 ml.

Tillsätt 50 ml ammoniumvätedifluoridlösning (4.3) och blanda.

Tillsätt 10 g kaliumjodid (4.6) och lös detta.

6.2 *Titrering av lösningen*

Placera Erlenmeyerkolven på en magnetomrörare. Sänk ned staven i Erlenmeyerkolven och ställ in omröraren på önskad hastighet.

Tillsätt med hjälp av en byrett standardlösning av natriumtiosulfat (4.5) tills den bruna färgen hos det jod som frigörs från lösningen minskar.

▼B

Tillsätt 10 ml stärkelselösning (4.8).

Fortsätt titreringen med natriumtiosulfatlösning (4.5) tills den violetta färgen nästan har försvunnit.

Tillsätt 20 ml kaliumtiocyanatlösning (4.7) och fortsätt titreringen tills den blåvioletta färgen har försvunnit helt.

Notera mängden använd tiosulfatlösning.

7. **Redovisning av resultaten**

1 ml standardlösning av natriumtiosulfat (4.5) motsvarar 2 mg Cu.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

$$\text{Cu}\ (\%) = \text{X}\frac{\text{V}}{\text{a} \times \text{M} \times 5}$$

där

X är volymen av den natriumtiosulfatlösning som använts uttryckt i ml,

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

a är volymen av alikvoten i ml,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram.

Metod 10.8

Bestämning av järnhalten i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 10.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 10.4 (4.2).

4.3 Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2, d_{20} = 1,11 g/ml), från mikronäringsämnen

4.4 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 10.4 (4.3).

4.5 *Järnkalibreringslösning*

4.5.1 Järnstamlösning (1 000 μg/ml)

Väg in 1 g ren järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

▼B

4.5.2 Järnarbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 10.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Järnextraktlösning*

Se metod 10.1 och/eller 10.2 och vid behov 10.3.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 10.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning.

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 10.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 10.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

7.3 *Bestämning*

Se metod 10.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 10.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$\text{Fe}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Fe är mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml,

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i µg/ml,

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a1), (a2), (a3),.,.,., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),.,.,., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

▼B

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 10.9

Bestämning av halten av mangan i extrakt av gödselmedel med hjälp av titrering

1. **Räckvidd**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen mangan skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Om extraktet innehåller kloridjoner avlägsnas dessa genom att extraktet kokas tillsammans med svavelsyra. Manganet oxideras med natriumvismutat i ett salpetersyramedium. Det permanganat som bildas reduceras med ett överskott av järnsulfat. Detta överskott titreras med en kaliumpermanganatlösning.

4. **Reagens**

4.1 Koncentrerad svavelsyra (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml)

4.2 *Svavelsyra, ca 9 mol/l*

Blanda försiktigt 1 del koncentrerad svavelsyra (4.1) med 1 del vatten.

4.3 *Salpetersyra, 6 mol/l*

Blanda 3 volymdelar salpetersyra (HNO_3, d_{20} = 1,40 g/ml) med 4 volymdelar vatten.

4.4 *Salpetersyra, 0,3 mol/l*

Blanda 1 volymdel 6 mol/l salptersyra med 19 volymdelar vatten.

4.5 Natriumvismutat ($NaBiO_3$) (85 %)

4.6 Kiselgur

4.7 Ortofosforsyra, 15 mol/l (H_3PO_4, ρ = 1,71 g/ml)

4.8 *Järnsulfatlösning, 0,15 mol/l*

Lös upp 41,6 g järnsulfatheptahydrat ($FeSO_4.7H_2O$) i en mätkolv på 1 liter.

Tillsätt 25 ml koncentrerad svavelsyra (4.1) och 25 ml fosforsyra (4.7). Fyll till 1 000 ml-märket. Blanda.

4.9 *Kaliumpermanganatlösning, 0,020 mol/l*

Väg in 3,160 g kaliumpermanganat ($KMnO_4$) med en noggrannhet på 0,1 mg. Lös upp i vatten och fyll till 1 000 ml-märket.

4.10 *Ställd silvernitratlösning, 0,1 mol/l*

Lös upp 1,7 g silvernitrat ($AgNO_3$) i vatten och fyll till 100 ml-märket.

5. **Utrustning**

5.1 Filterdegel P 16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 50 ml, monterad på en filtrerkolv på 500 ml.

5.2 Magnetomrörare

▼B

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Manganextraktlösning*

Se metod 10.1 och 10.2. Om man är osäker på förekomsten av kloridjoner utförs ett prov på lösningen med en droppe av silvernitratlösningen (4.10).

6.2 Om det inte förekommer några kloridjoner placeras en alikvot av extraktet innehållande 10-20 mg mangan i en avlång 400 ml-bägare. Justera volymen till ca 25 ml, antingen genom evaporation eller tillsats av vatten. Tillsätt 2 ml koncentrerad svavelsyra (4.1).

6.3 *Om det förekommer kloridjoner är det nödvändigt att avlägsna dem på följande sätt*

Placera en alikvot av extraktet innehållande 10-20 mg mangan i en avlång 400 ml-glasbägare. Tillsätt 5 ml 9 mol/l svavelsyra (4.2). I ett dragskåp kokas detta på en värmeplatta tills det att ymnig vit rök frigörs. Fortsätt koka tills volymen reducerats till ca 2 ml (ett tunt sirapsaktigt lager i botten av glasbägaren). Låt svalna till rumstemperatur.

Tillsätt försiktigt 25 ml vatten och prova återigen förekomsten av klorid med en droppe av silvernitratlösningen (4.10). Om det fortfarande finns klorider upprepas proceduren efter tillsats av 5 ml 9 mol/l svavelsyra (4.2).

7. **Förfarande**

Tillsätt 25 ml 6 mol/l salpetersyra (4.3) och 2,5 g natriumvismutat (4.5) till provlösningen i 400 ml-bägaren. Låt röra om ordentligt i tre minuter på magnetomröraren. (5.2).

Tillsätt 50 ml 0,3 mol/l salpetersyra (4.4) och rör igen. Sugfiltrera (5.1) genom filterdegel belagd med kiselgur (4.6). Tvätta filterdegeln upprepade gånger med 0,3 mol/l salpetersyra (4.4) tills ett färglöst filtrat erhålls.

Flytta över filtratet och tvättlösningen till en 500 ml-glasbägare. Blanda och tillsätt 25 ml 0,15mol/l järnsulfatlösning (4.8). Om filtratet blir gult efter tillsatsen av järnsulfat tillsätts 3 ml 15 mol/l ortofosforsyra (4.7).

Titrera med hjälp av en byrett överskottet av järnsulfat med 0,02 mol/l kaliumpermangantlösning (4.9) tills blandningen håller en stadigt rosa färg under en minut. Gör ett blindprov under samma betingelser, bortsett från att provet utelämnas.

Anmärkning

Den oxiderade lösningen får inte komma i kontakt med gummi.

8. **Redovisning av resultaten**

1 ml 0,02 mol/l kaliumpermanganatlösning motsvarar 1,099 mg mangan (Mn).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$\text{Mn}\ (\%) = (x_b - x_s)\ \times\ 0,1099\ \times \frac{V}{a\ \times\ M}$$

där

x_b är volymen av den permanganat som använts vid blindprovet uttryckt i ml,

x_s är volymen av den permanganat som använts vid provet uttryckt i ml,

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

a är volymen av den alikvot som tagits från extraktet uttryckt i ml,

M är provets massa i gram.

▼B

Metod 10.10

Bestämning av molybden i extrakt av gödselmedel med hjälp av gravimetrisk metod med 8-hydroxykinolin

1. **Räckvidd**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen molybden skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Molybdenhalten bestäms av utfällning som molybdenyloximat under vissa förutsättningar.

4. **Reagens**

4.1 *Svavelsyralösning, ca 1 mol/l.*

Häll försiktigt 55 ml svavelsyra (H_2SO_4, d_{20} = 1,84 g/ml) i en mätkolv på 1 liter som innehåller 800 ml vatten. Blanda. Fyll till 1 000 ml-märket när vätskan svalnat. Blanda.

4.2 *Utspädd ammoniaklösning (1 : 3)*

Blanda 1 volymdel koncentrerad ammoniumhydroxid (NH_4OH, d_{20} = 0,9 g/ml) med 3 volymdelar vatten.

4.3 *Utspädd ättiksyralösning (1 : 3)*

Blanda 1 volymdel koncentrerad ättiksyralösning (99,7 % CH_3COOH, d_{20} = 1,049 g/ml) med 3 delar vatten.

4.4 *Lösning av dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra (EDTA)*

Lös upp 5 g Na_2EDTA i vatten i en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket och blanda.

4.5 *Buffertlösning*

Lös upp 15 ml koncentrerad ättiksyra och 30 g ammoniumacetat i vatten i en mätkolv på 100 ml. Fyll till 100 ml-märket.

4.6 *7-hydroxykinolin(oxin)lösning*

Lös upp 3 g 8-hydroxkinolin i 5 ml koncentrerad ättiksyra i en mätkolv på 100 ml. Tillsätt 80 ml vatten. Tillsätt ammoniumlösningen (4.2) droppe för droppe tills lösningen blir grumlig, och då ättiksyra (4.3) tillsätts tills lösningen blir klar igen.

Fyll med vatten till 100 ml.

5. **Utrustning**

5.1 Filterdegel P16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 ml.

5.2 pH-mätare med glaselektrod

5.3 Torkugn vid 130-135 °C

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 Beredning av molybdenlösningen. Se metod 10.1 och 10.2

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av provlösningen*

Placera en alikvot på 25-100 mg Mo i en 250 ml-bägare. Fyll med vatten till 50 ml.

Justera lösningens pH-värde till 5 genom att tillsätta svavelsyralösning (4.1) droppe för droppe. Tillsätt 15 ml EDTA-lösning (4.4) och sedan 5 ml buffertlösning (4.5). Fyll med vatten till ca 80 ml.

▼B

7.2 *Framställning och tvättning av fällningen*

Framställning av fällningen

Värm lösningen svagt. Tillsätt oxinlösningen (4.6) under oavbruten omrörning. Fortsätt med utfällningen tills all uppkomst av fällning upphört. Tillsätt ytterligare reagens tills supernatanten blir lätt gulfärgad. 20 ml är normalt sett tillräckligt. Fortsätt att värma fällningen svagt under två till tre minuter.

Filtrering och tvättning

Filtrera genom filterdegel (5.1). Skölj flera gånger med varmt vatten i 20 ml-mängder. Sköljvattnet skall gradvis bli ofärgat vilket visar att oxinet försvunnit.

7.3 *Vägning av fällningen*

Torka fällningen vid 130-135 °C tills vikten är konstant (minst en timme).

Låt den svalna i en torkugn och väg den.

8. **Redovisning av resultaten**

1 mg molybdenyloximat, $MoO_2(C_9H_6ON)_2$, motsvarar 0,2305 mg Mo.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av molybden:

$$\text{Mo}\ (\%) = \text{X} \times 0,02305 \times \frac{\text{V} \times \text{D}}{\text{a} \times \text{M}}$$

där

X är massan av molybdenyloximatfällningen uttryckt i mg,

V är volymen av extraktlösning i enlighet med metod 10.1 och 10.2 uttryckt i ml,

a är volymen av den alikvot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml,

D är utspädningsfaktorn för denna alikvot,

M är massan av provet uttryckt i gram.

Metod 10.11

Bestämning av halten av zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri

1. **Räckvidd**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel.

2. **Tillämpningsområde**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen zink skall deklareras enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **Princip**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **Reagens**

4.1 *Saltsyralösning, ca 6 mol/l*

Se metod 10.4 (4.1).

4.2 *Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l*

Se metod 10.4 (4.2).

▼B

4.3 *Lantansaltlösningar (10 g La per liter)*

Se metod 10.4 (4.3).

4.4 *Zinkkalibreringslösning*

4.4.1 Zinkstamlösning (1 000 µg/ml)

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinket är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2 Zinkarbetslösning (100 µg/ml)

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning till märket och blanda omsorgsfullt.

5. **Utrustning**

Atomabsorptionsspetrometer.

Se metod 10.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigering måste kunna göras.

6. **Beredning av provlösningen**

6.1 *Zinkextraktlösning*

Se metod 10.1 och/eller 10.2.

6.2 *Beredning av provlösningen*

Se metod 10.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. **Förfarande**

7.1 *Beredning av blindlösning*

Se metod 10.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2 *Beredning av kalibreringslösningar*

Se metod 10.4 (7.2). För ett optimalt mätområde på 0 och 5 µg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda omsorgsfullt.

Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml zink.

7.3 *Bestämning*

Se metod 10.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

8. **Redovisning av resultaten**

Se metod 10.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

$$\text{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D]/(M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$\text{Zn}\ (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D]/(M \times 10^4)$$

där

Zn är mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet,

x_s är provlösningens koncentration uttryckt i µg/ml,

▼B

x_b är blindlösningens koncentration uttryckt i µg/ml,

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml,

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2,

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram.

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3), …, (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3), …, (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \ldots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

▼B

BILAGA V

A. **FÖRTECKNING ÖVER DOKUMENT SOM TILLVERKARE ELLER DERAS FÖRETRÄDARE SKALL KONSULTERA VID UTARBETANDET AV ETT TEKNISKT UNDERLAG FÖR EN NY GÖDSELMEDELSTYP, SOM DE ÖNSKAR FÅ UPPTAGNA I BILAGA I TILL DENNA FÖRORDNING**

1. Vägledning för utarbetning av det tekniska underlaget till ansökan om att använda beteckningen ”EG-GÖDSELMEDEL” på ett gödselmedel.

   Europeiska gemenskapernas officiella tidning C 138, 20.5.1994, s. 4.

2. Kommissionens direktiv 91/155/EEG av den 5 mars 1991 om införandet och den närmare utformningen av ett särskilt informationssystem avseende farliga preparat (beredningar) i enlighet med artikel 10 i direktiv 88/379/EEG.

   Europeiska gemenskapernas officiella tidning L 76, 22.3.1991, s. 35.

3. Kommissionens direktiv 93/112/EG av den 10 december 1993 om ändring av kommissionens direktiv 91/155/EEG om införandet och den närmare utformningen av ett särskilt informationssystem avseende farliga preparat (beredningar) i enlighet med artikel 10 i direktiv 88/379/EEG.

   Europeiska gemenskapernas officiella tidning L 314, 16.12.1993, s. 38.

B. **NORMER FÖR ACKREDITERING AV LABORATORIER SOM ÄR BEHÖRIGA ATT TILLHANDAHÅLLA DE TJÄNSTER SOM BEHÖVS FÖR ATT KONTROLLERA EG-GÖDSELMEDLENS ÖVERENSSTÄMMELSE MED KRAVEN I DENNA FÖRORDNING OCH DESS BILAGOR**

1. Norm gällande för laboratorierna:

   EN ISO/IEC 17025, generella krav för provnings- och kalibreringslaboratoriernas kompetens.

2. Norm gällande för ackrediteringsorganen:

   EN 45003, ackrediteringssystem för kalibrerings- och provningslaboratorier, generella krav rörande verksamhet och erkännande.