

31977L0535

22.8.1977

IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

L 213/1

**ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI****tat-22 ta' Ġunju, 1977,****dwar l-approssimazzjoni tal-ligijiet ta' l-Istati Membri dwar metodi tal-kampjunar u ta' l-analizi tal-fertilizzanti**

(77/535/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunidrat it-Trattat li jstabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 76/116/KEE tat-18 ta' Diċembru, 1975, dwar l-approssimazzjoni tal-ligijiet ta' l-Istati Membri dwar il-fertilizzanti<sup>(1)</sup> u partikolarment l-Artikolu 9(2) tagħha,

Billi dik id-Direttiva tipprovdi għal kontrolli uffiċjali għall-fertilizzanti tal-KEE bil-għan li jithares dak li hu meħtieġ skond id-disposizzjonijiet tal-Komunità dwar il-kwalità u l-għamla tal-fertilizzanti;

Billi l-miżuri referuti f'din id-Direttiva huma skond l-Opinjoni tal-Kumitat dwar l-Adattament għal Progress Tekniku tad-Direttivi għat-Tneħhija ta' Kontrolli Tekniċi għall-Kummerċ tal-Fertilizzanti,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

*Artikolu 1*

L-Istati Membri għandhom jiehdu l-miżuri meħtieġa sabiex jaraw li l-kampjuni u l-analizi għall-kontroll uffiċjali tal-fertilizzanti tal-KEE skond l-Artikolu 8(1) u (2) tad-Direttiva tal-

Kunsill 76/116/KEE tat-18 ta' Diċembru, 1975, isiru skond il-metodi msemmija fl-Anness ta' din id-Direttiva,

*Artikolu 2*

1. L-Istati Membri għandhom, sa mhux aktar tard mid-19 ta' Diċembru, 1977, idahhlu fis-seħh il-ligijiet, ir-regolamenti jew id-disposizzjonijiet amministrattivi meħtieġa li jkunu jaqblu ma' din id-Direttiva. Huma għandhom javżaw mill-ewwel b'dan lill-Kummissjoni.

2. L-Istati Membri għandhom jaraw li t-testi tad-disposizzjonijiet tal-ligijiet nazzjonali li huma jadottaw fil-qasam kopert b'din id-Direttiva jkunu mghoddija lill-Kummissjoni.

*Artikolu 3*

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, it-22 ta' Ġunju, 1977.

*Għall-Kummissjoni*

Etienne DAVIGNON

*Membru tal-Kummissjoni*

(<sup>1</sup>) ĠU L 24, tat-30.1.1976, pğ. 21.

## ANNEX I

**METODU DWAR KAMPJUNI GHALL-KONTROLL TA' FERTILIZZANTI**

## DAHLA

Il-metodu kif jittiehed l-kampjun tajeb huwa diffiċli u jenhtieg reqqa kbira. Il-htiega li jkun hemm l-kampjun li jkun rappreżentattiv bizzejjed sabiex fertilizzanti ssirilhom prova uffiċjali hija, għalhekk, importanti hafna.

Il-metodu muri hawn taht dwar kif jittiehed l-kampjun għandu jithaddem bl-ikbar eżattezza minn speċjalisti b'esperjenza tal-proċedura ta' kif jittiehdu kampjuni konvenzjonali.

## 1. GHAN U SKOP

Kampjuni li huma intiżi għall-kontroll tal-fertilizzanti, dwar il-kwalità u l-għamla, għandhom jittiehdu skond il-metodi murija hawn taht. Kampjuni miksuba b'dan il-metodu għandhom jitqiesu bħala rappreżentattivi tal-porzjonijiet li minnhom jittehdilhom l-kampjun.

## 2. UFFIĊJALI LI JIEHDU KAMPJUN

Il-kampjuni għandhom jittiehdu minn uffiċjali speċjalisti awtorizzati għal dak il-ghan mill-Istati Membri.

## 3. DEFINIZZJONIJIET

Porzjon li jittehdilha l-kampjun: Kwantità ta' prodott li tagħmel unità, u li jkollha karatteristiċi meqjusa bħala uniformi.

Kampjun inkriminali: Kwantità mehuda minn parti tal-porzjon li jittehdilha l-l-kampjun.

Kampjun aggregat: Għadd aggregat ta' kampjuni inkriminali mehuda mill-istess porzjon li jittehdilha l-l-kampjun.

Kampjun imnaqas: Parti rappreżentattiva tal-l-kampjun aggregat, mehud minn dak ta' l-aħhar permezz ta' tnaqqis.

Kampjun finali: Parti rappreżentattiva tal-l-kampjun imnaqqas.

## 4. APPARAT

4.1. L-apparat użat sabiex jittiehed il-kampjun għandu jkun ta' materjal li ma jkunx jista' jolqot il-karatteristiċi tal-prodotti li tagħhom jittiehed il-kampjun. Dan l-apparat jista' jkun approvat uffiċjalment mill-Istati Membri.

4.2. **Apparat rakkomandat sabiex jiehu kampjuni tal-fertilizzanti solidi**

4.2.1. *Kampjuni mehuda bl-idejn*

4.2.1.1. Pala b'qiegħ ċatt bi għub vertikali.

4.2.1.2. Lanza li tiehu l-kampjun b'qasma twila jew taqsimiet. Il-qisien tal-landa li tiehu l-kampjun għandhom ikunu jixirqu lill-karatteristiċi tal-porzjon li tkun ser jittehdilha l-kampjun (fond tar-reċipjent, qisien tal-ixkora, eċċ.) u lid-daqs tal-frac tal-fertilizzant.

4.2.2. *Kampjun mehud b'metodu mekkanizzat*

Apparat mekkaniku approvat jista' jintuża sabiex jittiehdu kampjuni tal-fertilizzanti li jkunu imċaqila.

- 4.2.3. *Diviżorju*
- Apparat maħsub sabiex jaqsam il-kampjun f'partijiet indaqs jista' jintuża sabiex jittieħdu kampjuni inkrimentali u sabiex jithejjew kampjuni mnaqsa u finali.
5. HTIĠIET KWANTITATTIVI
- 5.1. **Porzjon li jitteħdilha l-kampjun**
- Il-qies tal-porzjon li jitteħdilha l-kampjun għandu jkun tali li kull parti tagħha tkun tista' titteħdilha l-kampjun.
- 5.2. **Kampjuni inkrimentali**
- 5.2.1. *Fertilizzanti sfuži* *Numru minimu ta' kampjuni inkrimentali*
- 5.2.1.1. Il-porzjonijiet tal-kampjun li ma jeċċedux 2.5 tunnellatai *Sebgha.*
- 5.2.1.2. IL-porzjonijiet tal-kampjuni li jeċċedu 2.5 tunnellati u sa 80 tunnellata  $\sqrt{20 \pm \text{id-drabi tan-numru tat-tunnellati li jiffurmaw il-porzjon tal-kampjun. (1)}}$
- 5.2.1.3. Porzjonijiet tal-kampjuni li jeċċedu 80 tunnellata 40
- 5.2.2. *Fertilizzanti fil-pakketti* *Numru minimu tal-pakketti għall-kampjunar (2)*
- 5.2.2.1. **Pakketti ta' aktar minn 1 kg:**
- 5.2.2.1.1. Porzjonijiet tal-kampjun ta' anqas minn hames pakketti Il-pakketti kollha
- 5.2.2.1.2. Porzjonijiet tal-kampjuni ta' minn hamsa sa 16-il pakkett Erba'
- 5.2.2.1.3. Porzjonijiet tal-kampjuni ta' minn 17 sa 400 pakkett  $\sqrt{\text{in-numru tal-pakketti li jiffurmaw il-porzjon tal-kampjun (1)}}$
- 5.2.2.1.4. Porzjonijiet tal-kampjuni li jeċċedu l-400 pakkett 20
- 5.2.2.2. **Pakketti li ma jeċċedux 1 kg:** Erba'.
- 5.3. **Kampjun aggregat**
- Kampjun aggregat wiehed għal kull porzjon tal-kampjun ikun meħtieġ. Il-piż totali tal-kampjuni inkrimentali li jiffurmaw il-kampjun aggregat m'għandux ikun anqas minn dawn li ġejjin:
- 5.3.1. *Fertilizzanti sfuži* 4 kg
- 5.3.2. *Fertilizzanti fil-pakketti*
- 5.3.2.1. Pakketti ta' mhux aktar minn 1 kg: 4 kg
- 5.3.2.2. Pakketti li ma jeċċedux 1 kg: il-piż tal-kontenuti ta' erba' pakketti originali
- 5.4. **Kampjuni finali**
- Il-kampjun aggregat jagħti l-kampjuni finali mat-tnaqqis meta dan ikun meħtieġ. L-analizi ta' mill-anqas kampjun finali wiehed huwa meħtieġ. Il-piż tal-kampjun għall-analizi m'għandux ikun anqas minn 50 g.

(1) Meta n-numru akkwistat ikun frazzjoni, dan għandu jkun imqarreb lejn in-numru shih segwenti.

(2) Għall-pakketti li l-kontenuti tagħhom ma jeċċedux 1 kg, kampjun inkrimentali għandu jkun il-kontenuti ta' pakkett wiehed originali.

6. STRUZZJONIJET SABIEX JITTIEHDU, JITHEJJEW U JKUNU PPAKKJATI L-KAMPJUNI
- 6.1. **Ġenerali**
- Il-kampjuni għandhom jittiehdu u jithejjew malajr kemm jista' jkun possibbli, b'dawk il-prekawzjonijiet meħtieġa li jassiguraw li l-kampjuni jibqgħu rappreżentattivi tal-fertilizzant li jkun ittiehed il-kampjun. L-istrumenti, kif ukoll uċuħ u r-riċipjenti intiżi sabiex fihom jitqiegħdu l-kampjuni għandhom ikun nodfa u xotti.
- 6.2. **Kampjuni inkriminali**
- Kampjuni inkriminali għandhom jittiehdu kif jinżertaw għall-porzjon kollu li jittehdilu l-kampjun u għandhom ikunu bejn wiehed u iehor ta' qies indaq.
- 6.2.1. *Fertilizzanti likwidi*
- Għandu jkun hemm qasma fittizja tal-porzjon li jittehdilu f'għadd ta' partijiet bejn wiehed u iehor indaq. Għadd ta' partijiet li jkunu jaqblu ma' l-għadd ta' kampjuni inkriminali meħtieġa skond 5.2 għandhom jintgħażlu kif jinżertaw u għandu jittiehed mill-inqas l-kampjun wiehed minn kull waħda ta' dawn il-partijiet. Jekk il-htigiet ta' 5.1. ma jkunux jistgħu jitharsu meta jkunu qed jittiehdu l-kampjuni tal-fertilizzanti bil-kwantità, il-kampjuni għandhom jittiehdu meta l-porzjon li jittehdilu l-kampjun ikun imcaqlaq (mgħobbija jew żbarkata). F'dan il-każ kampjuni għandhom jittiehdu fuq hjiel tal-partijiet magħzula kif jinżertaw u kif imfissrin hawn fuq waqt li dawn ikunu mcaqilqa.
- 6.2.2. *Fertilizzanti ppakkjati*
- Wara li jkunu ntgħażlu l-għadd tal-pakketti meħtieġa sabiex jittehdilhom il-kampjun kif imsemmi fi 5.2, parti tal-kontenut ta' kull pakkett għandha titneħħa. Meta jkun meħtieġ, il-kampjuni għandhom jittiehdu wara li l-pakketti jibattlu kull wiehed għal rasu.
- 6.3. **Thejjija tal-kampjuni aggregati**
- Il-kampjuni inkriminali għandhom jithalltu sabiex jagħmlu l-kampjun aggregat.
- 6.4. **Thejjija tal-kampjun finali**
- Il-materjal fil-kampjun aggregat għandu jkun imħallat sewwa<sup>(1)</sup>.
- Jekk ikun meħtieġ, il-kampjun aggregat għandu l-ewwel ikun imnaqas mill-inqas għal 2 kg (il-kampjun imnaqas) jew billi jintuza apparat diviżorju mekkaniku jew bil-metodu tal-qsim f'erba' biċċiet indaq.
- Għandhom imbagħad jithejjew mill-inqas tliet kampjuni finali, ta' bejn wiehed u iehor l-istess daqs u skond il-htigiet kwantitattivi ta' 5.4. Kull kampjun għandu jitqiegħed f'reċipjent xieraq mingħajr arja. Għandhom jittiehdu l-prekawzjonijiet kollha sabiex ma jkunx hemm bdil fil-karatteristiċi tal-kampjun.
7. IPPAKKJAR TAL-KAMPJUNI FINALI
- Ir-riċipjenti jew il-pakketti għandhom ikunu ssiġillati u b'tikketta mwahhla (it-tikketta kollha għandha tiddaħhal fis-siġill) b'metodu li ma jkunux jistgħu jinfethu mingħajr ma jithassar s-siġill.
8. REĠISTRU TAL-KAMPJUNI
- Għandu jinżamm reġistru ta' kull kampjun meħud, li kull porzjon li jittehdilu l-kampjun ikun jista' tingħaraf mingħajr dubju.
9. DESTINAZZJONI TAL-KAMPJUNI
- Għal kull porzjon tal-kampjun, għall-inqas il-kampjun finali wiehed għandu jintbagħat malajr kemm jista' jkun jittiehed fl-laboratorju analitiku awtorizzat, flimkien mat-tagħrif meħtieġ għall-analista.

(<sup>1</sup>) Jekk ikun hemm ċapep dawn għandhom jifarku (jekk ikun meħtieġ billi jinħarġu u jintraddu lura lill-kampjun).

## ANNEX II

## METODI GHALL-ANALIŻI TAL-FERTILIZZATI

## Indiċi

OSSERVAZZJONIJIET ĠENERALI .....	7
1. PREPARAZZJONI TAL-KAMPJUN .....	7
2. NITROĠENU .....	9
2.1. Determinazzjoni tal-nitroġenu ammonjakali .....	9
2.2. Determinazzjoni tan-nitroġenu nitriku u ammonjakali .....	19
2.2.1. Skond Ulsch .....	19
2.2.2. Skond Arnd .....	21
2.2.3. Skond Devarada .....	23
2.3. Determinazzjoni totali tan-nitroġenu .....	28
2.3.1. Fis-sijanamid tal-kalcju, nitrat liberu .....	28
2.3.2. Fis-sijanamid tal-kalcju li jkun fih in-nitrati .....	30
2.3.3. Fil-urea .....	33
2.4. Determinazzjoni tan-nitroġenu tas-sijanamid .....	35
2.5. Determinazzjoni ta' biuret fil-urea .....	38
2.6. Determinazzjoni ta' l-għamliet differenti tan-nitroġenu fl-istes kampjun .....	41
2.6.1. Fil-fertilizzanti li jkun fihom in-nitroġenu bħala urea nitrika ammonjakali u s-sijanamid tan-nitroġenu .....	41
2.6.2. Fil-fertilizzanti li jkun fihom in-nitroġenu esklussivament bħala nitriku ammonjakali u n-nitroġenu tal-urea .....	55
3. FOSFRU .....	62
3.1. Estrazzjoni .....	62
3.1.1. Bl-aċidi minerali .....	62
3.1.2. Bil-aċidu formiku ta' 2 % .....	63
3.1.3. Bl-aċidu ċitriku ta' 2 % .....	64
3.1.4. Biċ-ċitrat ta' l-ammonju newtrali .....	65
3.1.5. Biċ-ċitrat ta' l-ammonju alkalini .....	68
3.1.5.1. Skond Petermann fi 65° .....	68
3.1.5.2. Skond Petermann fit-temperatura ambjentali .....	70
3.1.5.3. Skond Joulie .....	71
3.1.6. Bl-ilma .....	73
3.2. Determinazzjoni tal-fosfru estratt .....	74
4. PUTASSA .....	77
4.1. Determinazzjoni tal-putasa li tinhall fl-ilma .....	77

---

5.	MANJEŻJA .....	81
5.1.	Determinazzjoni tal-manjeżja li tinhall fl-ilma .....	81
6.	KLORIN .....	85
6.1.	Determinazzjoni tal-kloridi fin-nuqqas ta' materja organika .....	85
7.	FINEZZA TAT-THIN .....	88
7.1.	Determinazzjoni tal-finezza bil-metodu tat-thin fix-xott .....	88
7.2.	Determinazzjoni tal-finezza tat-thin ta' fosfati naturali rotob .....	89

## OSSERVAZZJONIJIET ĠENERALI

### Apparat tal-laboratorju

Fid-deskrizzjoni tal-metodi, l-ghodda ġenerali tal-laboratorju ma kinitx imsemmija sewwa, hlief għall-qisien ta' kunjetti (garafini) u pipetti. L-apparat tal-laboratorju għandu dejjem jinzamm nadif sewwa, l-aktar meta jkun jridu jiġu determinati kwantitajiet żgħar ta' elementi.

### Provi tal-kontroll

Qabel ma ssir analiżi ikun meħtieġ li jkun assigurat li l-apparat kollu jaħdem tajjeb u li t-teknika analitika ssir sewwa, billi jintużaw skond kif jixraq komposti kimiċi ta' għamla magħrufa (e.g. sulfat ta' l-ammonja, fosfat tal-monopotassju, eċċ.). B'danakollu r-riżultati minn fertilizzanti analizzati jistgħu juru għamla kimika hażina jekk it-teknika analitika ma tkunx giet imharsa bl-akbar reqqa. Minn naħa l-oħra xi għadd ta' determinazzjonijiet huma empiriċi u relattivi għal prodotti ta' għamla kimika kumplessa. Huwa rakkomandat li meta jkun hemm, laboratorji għandhom jużaw fertilizzanti ta' referenza *standard* ta' għamla mfissra sewwa.

#### Metodu 1

### THEJJJA TAL-KAMPJUN GHALL-ANALIŻI

#### 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għat-thejjja tal-kampjun għall-analiżi, meħud mill-kampjun finali.

#### 2. PRINĊIPJU

It-thejjja tal-kampjun miġjub fil-laboratorju hija magħmula minn sensiela ta' operazzjonijiet, is-soltu permezz ta' għarbil, thin u tahlit, magħmula b'metodu li:

- minn naħa l-wahda, l-iċken ammont li jkun intiżen u mqieghed skond il-metodi ta' l-analiżi huwa rappreżentattiv tal-kampjun tal-laboratorju,
- minn naħa l-oħra, meta l-fertilizzant ikun daqshekk ta' kwalità tajba li ma jkunx jista' jinbidel bit-thejjja, tant li s-solubilità tiegħu fir-reagenti ta' l-estrazzjoni differenti tintlaqat sewwa.

#### 3. APPARAT

Kampjun diviżorju (jista' jintgħazel)

Għarbiela b'toqob ta' 0.2 u 0.5 mm.

Kunjetti ta' 250-ml, bit-tapp.

Lida tal-porċellana u mehrież jew mithna.

#### 4. GHAŻLA TAT-TRATTAMENT UŻAT

Nota preliminari

Jekk il-prodott ikun adattat, tista' tinzamm biss parti rappreżentattiva tal-kampjun finali.

##### 4.1. **Il-Kampjuni finali li m'għandhomx jintahn**

Nitrat tal-kalċju, nitrat tal-kalċju manjesju, nitrat tas-soda, nitrat taċ-Ċili, sjanamid tal-kalċju, sjanamid tal-kalċju nitroġenu, sulfat ta' l-ammonja, nitrati ta' l-ammonja 'l fuq minn 30 % N, urea, kagazza bażika, fosfat naturali magħmul li jinhall ftit, fosfat tad-dikalċju separat mis-soluzzjoni u mingħajr ilma, fosfat kalċinat, fosfat tal-kalċju ta' l-aluminju, fosfat rokk artab mithun.

##### 4.2. **Kampjuni finali li jkollhom jinqas u li parti minnhom ikollha tintahan**

Dawn huma prodotti li dwarhom ċerti determinazzjonijiet isiru mingħajr ma jkun sar thin qabel (per eżempju, kemm ikun fin it-thin) u konklużjonijiet oħrajn wara t-thin. Huma magħdudin fertilizzanti komposti kollha li jkollhom dawn l-ingredjenti tal-fosfat: kagazza bażika, fosfat tal-kalċju ta' l-aluminju, fosfat tal-kalċju, fosfat rokk artab mithun u fosfat naturali magħmul li jinhall ftit. Għal dak il-ghan, aqşam il-kampjun finali f'żewġ partijiet, li, kemm jista' jkun, ikunu l-istess, permezz ta' l-apparat diviżorju jew ferba' biċċiet indaqs.

##### 4.3. **Kampjuni finali li determinazzjonijiet kollha dwarhom isiru fuq prodott mithun**

Parti rappreżentattiva biss tal-kampjun tista' tintahan. Dawn huma l-fertilizzanti l-oħrajn kollha fuq il-lista li ma jinstabux taht 4.1 u 4.2.

#### 5. METODU

Il-parti tal-kampjun finali msemmija taht 4.2 u 4.3 għandha tintahan malajr b'għarbiel b'toqob ta' 0.5 mm. Dak li jibqa' għandu jintahan ohxon sabiex jinkiseb prodott li fiha ikun hemm biċċiet irraq mill-inqas, u mbagħad jintahan. It-thin għandu jsir f'kondizzjonijiet li fihom is-sustanza ma tissahhanx iżzejjed. L-operazzjoni terġa' ssir għal kemm drabi jkun meħtieġ, sakemm ma jibqa' xejn, u għandha ssir malajr kemm jista' jkun sabiex ma jkunx hemm xi żieda jew telf ta' kostitventi (ilma, ammonja). Il-prodott kollu mithun u mgharbul għandu jitqiegħed fi flixkun b'għonq dejjaq nadif li jingħalaq b'tapp.

Qabel ma jintiżen għall-analiżi, il-kampjun kollu għandu jithawwad sewwa.

#### 6. KAŻI SPEĊJALI

##### (a) **Fertilizzanti li jkollhom tahlita ta' għadd ta' kategoriji ta' kristalli**

F'dan il-każ, sikwit ikun hemm separazzjoni. Għalhekk huwa assolutament meħtieġ li l-kampjun jifarrak u jgħaddi minn għarbiel b'toqob ta' 0 200 mm. Per eżempju: tahlit tal-fosfat ta' l-ammonja u tan-nitrat tal-potassju. It-thin tal-kampjun finali kollu huwa rakkomandat fil-każ ta' dawn il-prodotti.

##### (b) **Dak li jibqa' żejjed u jkun diffiċli li jintahan u ma jkollux sustanzi fertilizzanti**

Iżen dak li jibqa' żejjed u qis il-kobor tiegħu meta tikkalkula r-rizultat finali.

##### (c) **Prodotti li jiddekomponu meta jissahhnu**

It-thin għandu jsir b'metodu li ma jithalliex li ssir is-shana. Ikun aħjar jekk f'dan il-każ jintuża mehrież sabiex isir it-thin. Per eżempju: fertilizzanti komposti li jkollhom sjanamid tal-kalċju u tal-urea.

##### (d) **Prodotti li jkunu nidja aktar mis-soltu jew li jsuru pasta bit-thin**

Biex żgur ikun hemm omoġenità, għandu jintgħażel għarbiel li jkollu l-iżgħar toqob tajbin sabiex jtkissru l-għoqod bl-idejn jew bil-lida. Dan jista' jgħodd għal tahlitiet li xi ingredjenti tagħhom ikollhom l-ilma tal-kristallizzazzjoni.



## Metodi 2

## NITROĠENU

## Metodu 2.1

## DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU AMMONJAKU

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu ammonjaku.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Fertilizzanti nitroġeni kollha, maghduda fertilizzanti komposti, li jkollhom nitroġenu biss jew fil-forma ta' melh ta' l-ammonju jew melh ta' l-ammonju flimkien man-nitrati.

Dan ma jghoddx għal fertilizzanti li jkollhom l-urea, sijanamida jew komposti nitroġeni organiċi oħrajn.

## 3. PRINĊIPJU

Il-bdil ta' ammonja b'sodju idrossidu żejjed; distillazzjoni; il-qies ta' dak li thalli l-ammonja f'ċertu volum ta' l-aċidu tal-kubrit *standard* u d-dożar ta' l-aċidu żejjed b'tahlita *standard* ta' sodju jew ta' l-idrossidu tal-potassju.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn dijossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu idrokloriku miżjud: volum wiehed ta' HCl ( $d = 1.18$ ) flimkien ma' volum wiehed ta' ilma.

4.2. Aċidu sulfuriku: 0.1 N

4.3. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N

} għall-varjant a.

4.4. Aċidu sulfuriku: 0.2 N

4.5. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.2 N

} għall-varjant b. (ara n-Nota 2)

4.6. Aċidu sulfuriku: 0.5 N

4.7. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N

} għall-varjant c. (ara n-Nota 2)

4.8. Liga ta' Devarda għal analiżi.

Miġjuba fi trab biex 90 % sa 100 % minnha tghaddi minn għarbiel b'toqob anqas minn 0.25 mm kwadri, 50 % sa 75 % minnha tghaddi minn għarbiel b'toqob ta' anqas minn 0.075 mm kwadri.

Flixken ippakkjati minn qabel li jkollhom mhux aktar minn 100 g huma rakkomandati.

4.9. Soluzzjonijiet indikaturi

- 4.9.1. Indikatur imhallat.
- Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml f'soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N u ġib sa litru wiehed bl-ilma.
- Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.
- Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.
- Dan l-indikatur ikun lewn vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Uża 0.5 ml (10 qatriet) ta' din is-soluzzjoni ndikatriċi.
- 4.9.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil aħmar.
- Holl 0.1 g ta' metil aħmar f'50 ml ta' 95 % alkoħol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur jista' jintuża (minn erba' sa hames qatriet) minflok dak ta' qabel.
- 4.10. Hbub tal-haffiefa ta' kontra l-hotba, maħsula faċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.
- 4.11. Sulfat ta' l-ammonju għal analiżi.
5. APPARAT
- 5.1. Apparat ta' distillazzjoni li jkun magħmul minn kunjett u qiegh tond li jesa' bizzejjed u mqabbad ma' kondensatur permezz ta' bexxiexa.
- Nota 1
- It-tipi differenti ta' apparat approvati u rakkomandati għal din id-determinazzjoni qed ikunu riprodotti u juru l-karatteristiċi tal-konstruzzjoni, fil-Figuri 1, 2, 3 u 4.
- 5.2. Pipetti ta' 10, 20, 25, 50, 100 u 200 ml.
- 5.3. Kunjett bil-qisien sa 500-ml.
- 5.4. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1.
7. METODU TA' L-ANALIŻI
- 7.1. **Thejjja tas-soluzzjoni**
- Aghmel prova ta' tahlil tal-kampjun fl-ilma f'temperatura normali u fi proporzjon ta' 2 % (W/V). Iżen sa 0.001 g, skond l-indikazzjonijiet fit-Tabella 1, kwantità ta' 5 jew 7 jew 10 g tal-kampjun imhejji u qieghed f'kunjett bil-qisien sa 500-ml. Skond ir-riżultat tal-prova tat-tahlil tal-kampjun, kompli kif ġej:
- (a) *Prodotti li jinħallu għal kollox fl-ilma*
- Żid il-kunjett bi kwantità ta' ilma meħtieġ sabiex iholl il-kampjun; Ċekċek, u meta jkun inhall kollu, ġib sal-volum u hallat sewwa.
- (b) *Prodotti li ma jinħallux kollha fl-ilma*
- Żid il-kunjett b'50 ml ilma u mbagħad b'20 ml ta' aċidu idrokloriku (4.1). Ċekċek Halli joqgħod sakemm l-evoluzzjoni tad-dijossidu karboniku tkun waqfet. Żid 400 ml ilma u xxejkja għal nofs siegħa biċ-ċekċieka ċirkulari (5.4). Ġib sal-volum bl-ilma, hallat u saffi b'filtru xott għal go recipjent xott.

**7.2. Analizi tas-soluzzjoni**

Skond il-varjanti magħżul, qieghed fil-kunjett riċevitur kwantità bil-qies ta' aċidu sulfuriku *standard* kif turi t-Tabella 1. Żid daqs xieraq tas-soluzzjoni indikatrici magħżula (4.9.1. jew 4.9.2.) u, jekk ikun mehtieg, ilma sabiex jinkiseb volum ta' mill-inqas 50 ml. It-tarf tat-tubu ta' l-estensjoni tal-kondensatur għandu jkun taht wiċċ is-soluzzjoni.

Għaddi permezz ta' pipetta ta' preċiżjoni, skond id-dettalji mogħtija fit-tabella, porzjon alikwot<sup>(1)</sup> ta' soluzzjoni ċara, fil-kunjett tad-distillazzjoni ta' l-apparat. Żid l-ilma sabiex ikun hemm volum ta' madwar 350 ml, u għadd ta' frak ta' haffiefa sabiex tikkontrolla t-togħlija.

Għaqqad l-apparat ta' distillazzjoni, u waqt li toqghod attent sabiex ma jkunx hemm telf ta' ammonja, żid il-kontenut tal-kunjett tad-distillazzjoni b'10 ml soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju konċentrat (4.8) jew b'20 ml tar-ri-aġent fil-kazijiet meta intuża 20 ml ta' aċidu idrokloriku (4.1) sabiex jinħall il-kampjun prova. Sahhan bil-metodu il-kunjett, sabiex tara li ma jkunx hemm togħlija qawwija. Meta tibda t-togħlija, iddistilla bir-rata ta' madwar 100 ml f'10- jew 15-il minuta; il-volum kollu tad-distillat għandu jkun madwar 250 ml<sup>(2)</sup>. Meta ma jkunx hemm aktar ammonja li probabbli tista' tiżviluppa, nizzel il-kunjett riċevitur b'metodu li t-tarf ta' l-estensjoni tal-kondensatur tkun 'il fuq mill-wiċċ tal-likwidu.

Aghmel prova tad-distillat li jirrizulta permezz ta' ri-aġent xieraq sabiex tiżgura li l-ammonja kollha tkun giet distillata għal kollox. Ahsel l-estensjoni tal-kondensatur bi ftiit ilma u ddoża l-aċidu li jkun baqa' bis-soluzzjoni *standard* ta' sodju jew idrossidu tal-potassju indikata għall-varjanti li jkun għe użat (ara n-Nota 2).

Nota 2

Jistgħu jintużaw soluzzjonijiet *standard* ta' qawwa differenti għal dożar ta' wara, iżda l-volumi użati għall-iddożar m'għandhomx jaqbzux, sakemm jista' jkun, minn 40 sa 45 ml.

**7.3. Mingħajr il-kampjun**

Aghmel prova mingħajr l-kampjun taht l-istess kondizzjonijiet u semmih fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

**7.4. Prova ta' kontrol**

Qabel ma jsiru analizi, ara li l-apparat ikun qed jahdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu, billi tuża parti alikwot ta' soluzzjoni ta' sulfat ta' l-ammonju (4.11) magħmula friska li jkun fiha l-kwantità massima tan-nitroġenu indikat għall-varjanti magħżul.

**8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT**

Uri r-riżultat ta' l-analizi bħala l-percentwali tan-nitroġenu ammonijaku fil-fertilizzant kif miġjub għal analizi.

**9. L-ANNESSI**

Kif muri fin-Nota 1 f'5.1 "Apparat", il-Figuri 1, 2, 3 u 4 jirreferu għal karatteristiċi ta' kostruzzjoni tat-tipi differenti ta' apparat użat f'dan id-dokument.

(1) Il-kwantità tan-nitroġenu ammonijaku li jkun hemm fil-parti alikwot mehuda skond it-Tabella 1 għandha tkun ta' madwar:

- 0.05 g għal varjanti a,
- 0.10 g għal-varjanti b,
- 0.20 g għal varjanti c.

(2) Il-kondensatur għandu jkun regolat b'metodu li jkun assigurat li l-kondensat jgħaddi l-hin kollu. Id-distillazzjoni għandha tiehu minn 30 sa 40 minuta.

Tabella 1

**Determinazzjoni tan-nitroġenu amonjakali u ta' l-amonjakali u tan-nitroġenu nitriku fil-fertilizzanti****Tabella ta' l-użin, trattib u kalkolazzjoni li għandha tkun imwettqa għal kull wiehed mill-varjanti a, b u c tal-metodu***Varjant a*

Kwantità massima approssimattiva ta' nitroġenu li għandha tkun distillata: 50 mg.

Aċidu sulfuriku 0.1 N li għandu jkun imqiegħed fil-garafina riċeventi: 50 ml.

Titrazzjoni b'lura mal-NaOH jew mal-KOH 0.1 N.

Dikjarazzjoni (% N)	Ammont li għandu jkun miżun (g)	Trattib (ml)	Soluzzjoni tal-kampjun li għandha tkun distillata (ml)	Espressjoni tar-riżultat (%) (% N = (50 - A) F)
0 - 5	10	500	50	$(50 - A) \times 0.14$
5 - 10	10	500	25	$(50 - A) \times 0.28$
10 - 15	7	500	25	$(50 - A) \times 0.40$
15 - 20	5	500	25	$(50 - A) \times 0.56$
20 - 40	7	500	10	$(50 - A) \times 1.00$

*Varjant b*

Kwantità massima approssimattiva ta' nitroġenu li għandha tkun distillata: 100 mg.

Aċidu sulfuriku 0.2 N li għandu jkun imqiegħed fil-garafina riċeventi: 50 ml.

Titrazzjoni b'lura mal-NaOH jew mal-KOH 0.2 N.

Dikjarazzjoni (% N)	Ammont li għandu jkun miżun (g)	Trattib (ml)	Soluzzjoni tal-kampjun li għandha tkun distillata (ml)	Espressjoni tar-riżultat (%) (% N = (50 - A) F)
0 - 5	10	500	100	$(50 - A) \times 0.14$
5 - 10	10	500	50	$(50 - A) \times 0.28$
10 - 15	7	500	50	$(50 - A) \times 0.40$
15 - 20	5	500	50	$(50 - A) \times 0.56$
20 - 40	7	500	20	$(50 - A) \times 1.00$

*Varjant c*

Kwantità massima approssimattiva ta' nitroġenu li għandha tkun distillata: 200 mg.

Aċidu sulfuriku 0.5 N li għandu jkun imqiegħed fil-garafina riċeventi: 35 ml.

Titrazzjoni b'lura mal-NaOH jew mal-KOH 0.15 N.

Dikjarazzjoni (% N)	Ammont li għandu jkun miżun (g)	Trattib (ml)	Soluzzjoni tal-kampjun li għandha tkun distillata (ml)	Espressjoni tar-riżultat (%) (% N = (50 - A) F)
0 - 5	10	500	200	$(35 - A) \times 0.175$
5 - 10	10	500	100	$(35 - A) \times 0.350$
10 - 15	7	500	100	$(35 - A) \times 0.500$
15 - 20	5	500	100	$(35 - A) \times 0.700$
20 - 40	7	500	50	$(35 - A) \times 1.400$

<sup>(1)</sup> Għall-iskopijiet tal-formola għall-espressjoni tar-riżultat:50 jew 35 = mililitri ta' soluzzjoni *standard* ta' l-aċidu sulfuriku li għandha titqiegħed fil-garafina riċeventi;

A = mililitri tas-sodju jew ta' l-odrossidu tal-putassa użati għat-titrazzjoni b'lura;

F = fattur li jinkludi l-ammont miżun., it-trattib, il-parti ta' l-alikwot tas-soluzzjoni tal-kampjun li għandha tkun distillata u l-ekwivalent volumetrik.

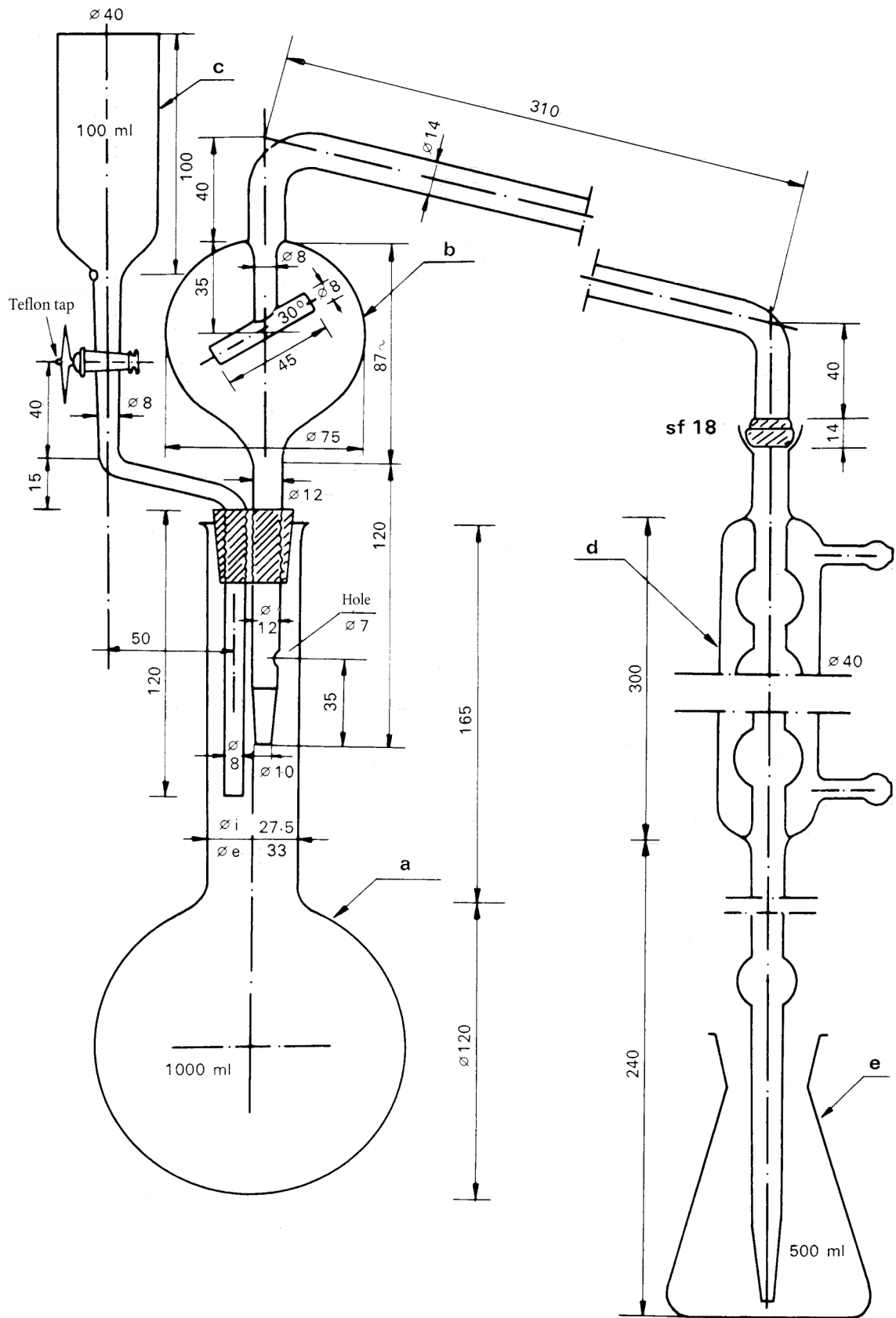


Figura 1

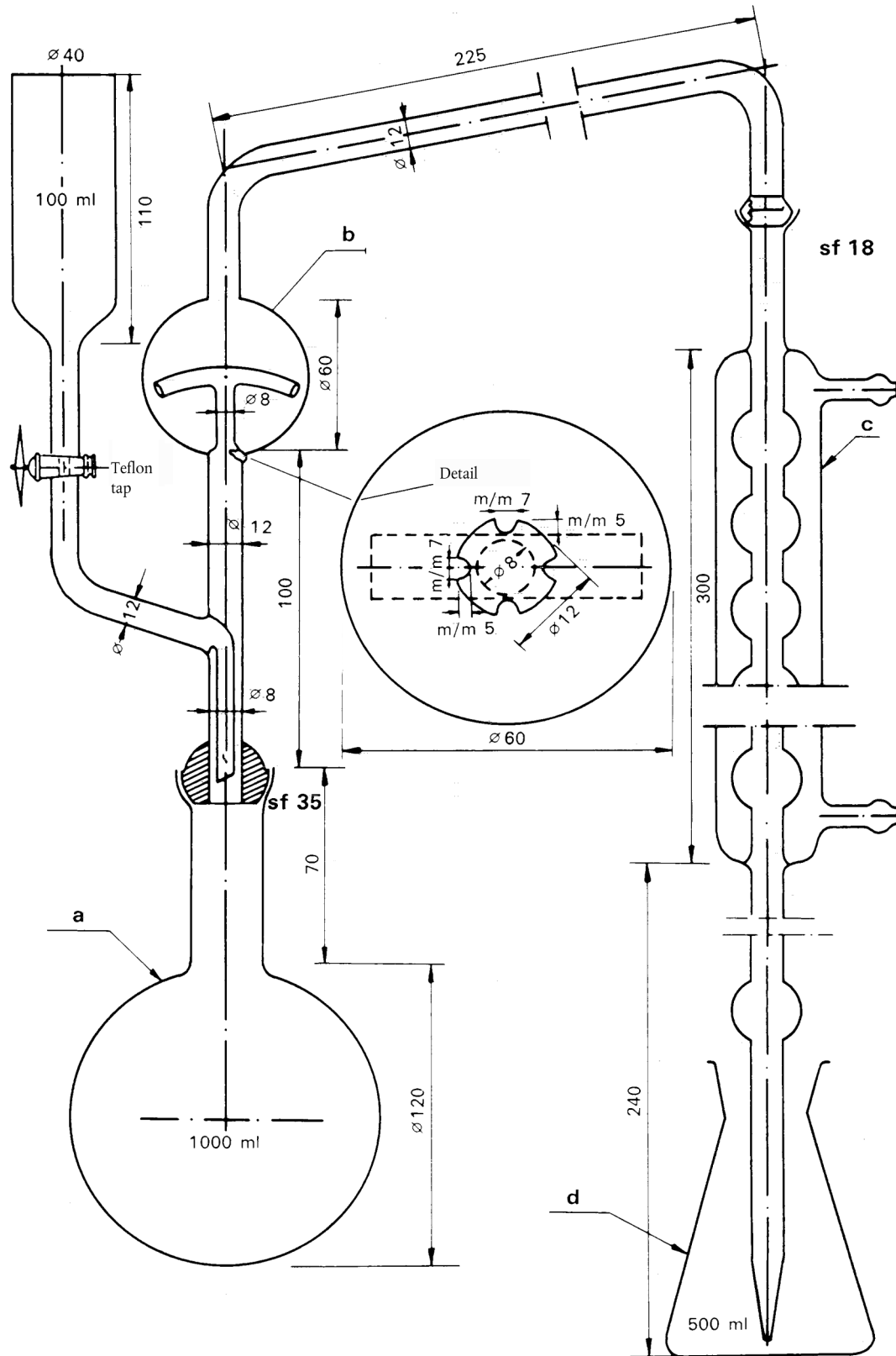


Figura 2

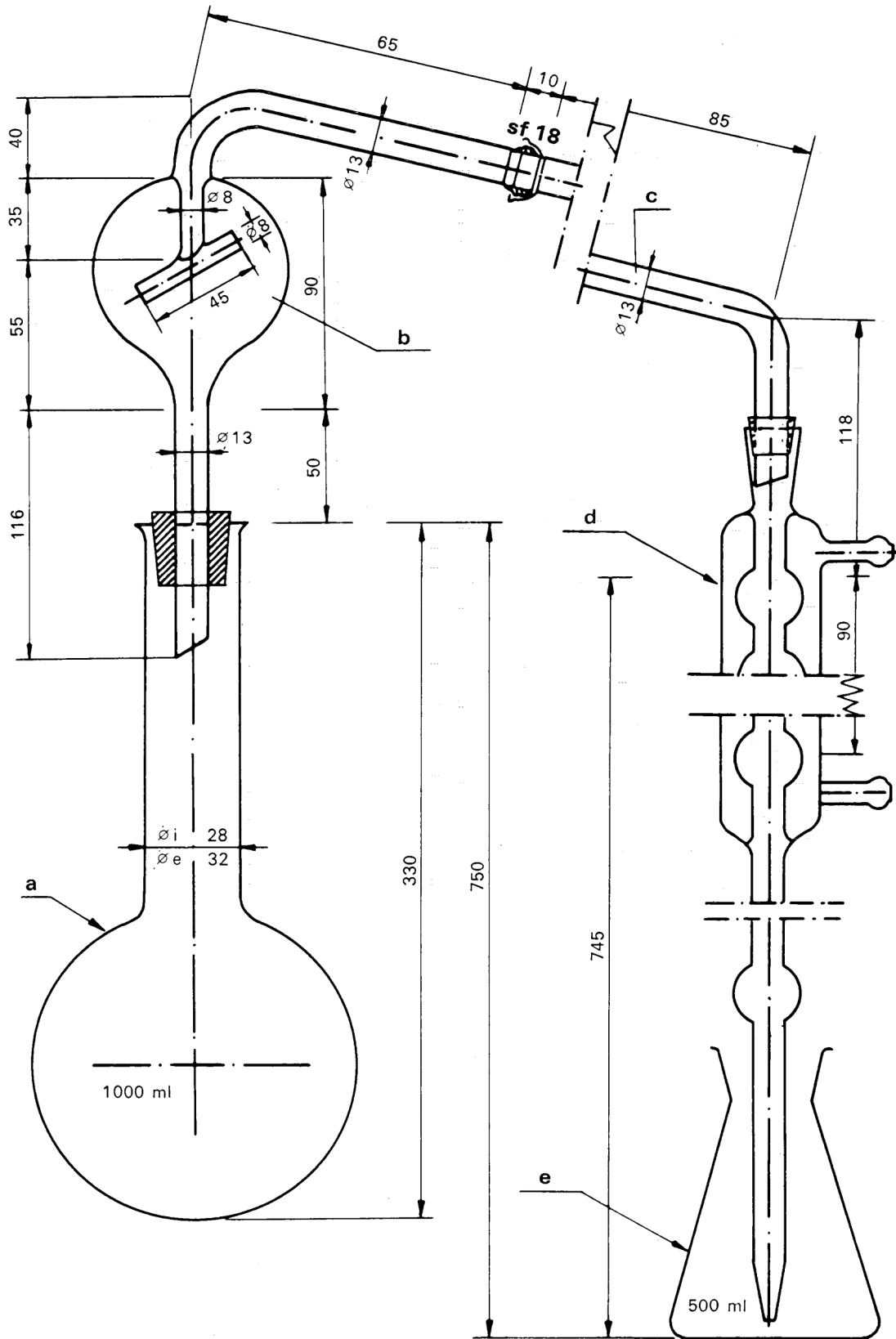


Figura 3

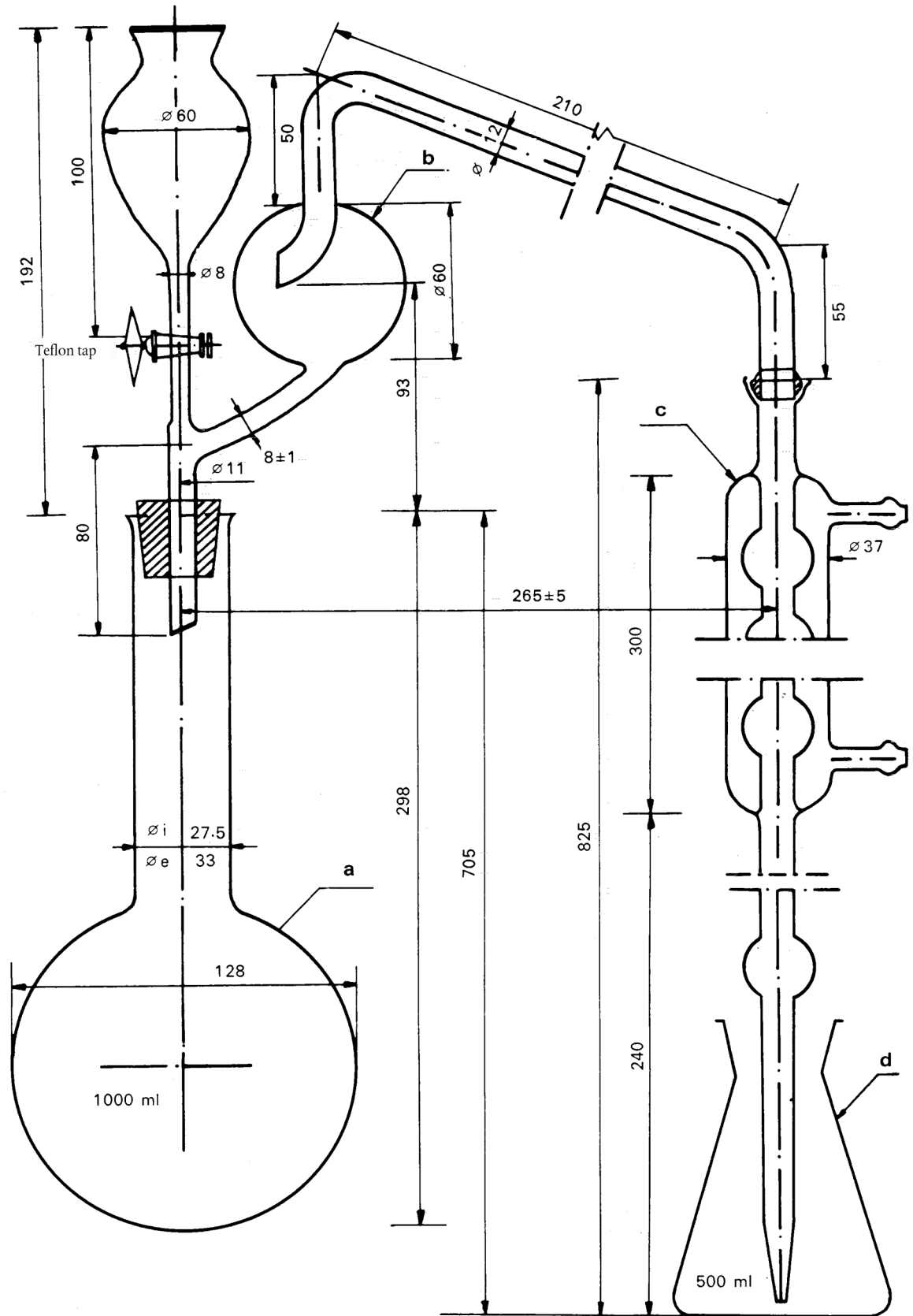


Figura 4



**Gwida ghal Figuri 1, 2, 3 u 4***Figura 1*

- (a) kunjett b'qiegħ tond u għonq twil li jesa' 1 000 ml.
- (b) tubu distillatur b'bexxiexa, imqabbad mal-kondensatur b'rabta sferika (Nru 18) (minflok ir-rabta sferika sabiex titqabbad mal-kondensatur tista' tintuża gomma apposta bħala kuntatt).
- (c) Għaddi minn lembut b'vit tat-teflon sabiex iżżid l-idrossidu tas-sodju (minflok il-vit jista' wkoll ikun hemm kuntatt tal-gomma b'holqa).
- (d) Kondensatur b'sitt bozoz b'rabta sferika (Nru 18) fid-dahla, u mqabbad fit-tarf ma' tubu ta' estensjoni tal-ħġieg permezz ta' kuntatt żgħir tal-gomma (meta l-kuntatt mat-tubu distillatur isir permezz ta' tubu tal-gomma, minflok ir-rabta sferika jista' jintuża tapp ta' bittija tajjeb tal-gomma).
- (e) Kunjett ta' 500-ml sabiex fih jinġabar id-distillat.

L-apparat huwa magħmul minn ħġieg borosilikat.

*Figura 2*

- (a) Kunjett bil-qiegħ tond u għonq qasir jesa' 1 000 ml b'rabta sferika (Nru 35).
- (b) tubu distillatur b'bexxiexa, mġhammar b'rabta sferika (Nru 35) fid-dahla u rabta sferika (Nru 18) fit-tarf, imqabbad fuq naħa ma' lembut b'vit tat-teflon sabiex jiżdied l-idrossidu tas-sodju.
- (c) Kondensatur b'sitt bozoz b'rabta sferika (Nru 18) fid-dahla u mqabbad fit-tarf ma' tubu ta' estensjoni tal-ħġieg permezz ta' kuntatt żgħir tal-gomma.
- (e) Kunjett ta' 500-ml sabiex fih jinġabar id-distillat.

L-apparat huwa magħmul minn ħġieg borosilikat.

*Figura 3*

- (a) Kunjett b'qiegħ tond u għonq twil jesa' 750 jew 1 000 ml b'fetha qisha qanpiena.
- (b) Tubu distillatur b'bexxiexa u rabta sferika (Nru 18) fil-hruġ.
- (c) tubu b'forma ta' minkeb b'rabta sferika (Nru 18) fid-dahla, u kon tal-qtar (il-kuntatt mad-distillatur jista' jsir permezz ta' tubu tal-gomma minflok b'rabta sferika).
- (d) kondensatur b'sitt bozoz imqabbad fit-tarf ma' tubu tal-ħġieg ta' estensjoni permezz ta' kuntatt żgħir tal-gomma.
- (e) Kunjett ta' 500-ml sabiex fih jinġabar id-distillat.

L-apparat huwa magħmul minn ħġieg borosilikat.

*Figura 4*

- (a) Kunjett b'qiegħ tond u għonq twil jesa' 1 000 ml b'fetha qisha qanpiena.
  - (b) Tubu distillatur b'bexxiexa u rabta sferika (Nru 18) fil-hruġ, imqabbad fuq naħa ma' lembut b'vit tat-teflon sabiex jiżdied l-idrossidu tas-sodju (tapp ta' bittija tajjeb tal-gomma minflok ir-rabta sferika; minflok il-vit jista' jintuża kuntatt tal-gomma b'holqa apposta).
  - (d) Kondensatur b'sitt bozoz b'rabta sferika (Nru 18) fid-dahla, imqabbad fil-hruġ b'kuntatt tal-gomma ma' tubu tal-ħġieġ ta' estensjoni (meta l-kuntatt mat-tubu distillatur isir permezz ta' tubu tal-gomma, minflok ir-rabta sferika jista' jintuża tapp ta' bittija tajjeb tal-gomma).
  - (d) Kunjett ta' 500-ml sabiex fih jinġabar id-distillat.
- L-apparat huwa magħmul minn ħġieġ borosilikat.

## Metodu 2.2

## DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU NITRIKU U AMMONIJAKU

## Metodu 2.2.1

## DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU NITRIKU U AMMONIJAKU SKOND ULSCH

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' nitrat u nitroġenu ammonijaku b'riduzzjoni skond Ulsch.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-fertilizzanti nitroġeni kollha, magħduda fertilizzanti komposti, li jkun fihom nitroġenu fil-forma nitrika biss, jew fil-forma ammonijaka u nitrika.

## 3. PRINĊIPJU

Ir-riduzzjoni ta' nitrati u nitriti għal ammonja b'hadid metalliku f'sustanza aċiduża, u bdil ta' l-ammonja li tkun hekk ifformat biż-żieda ta' idrossidu tas-sodju żejjed; distillazzjoni ta' l-ammonja, u determinazzjoni ta' dak li thalli l-ammonja f'volum magħruf ta' soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku. Dożar ta' l-aċidu sulfuriku permezz ta' soluzzjoni *standard* ta' sodju jew idrossidu tal-potassju.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn dijossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu idrokloriku miżjud:volum wiehed ta' HCl ( $d = 1.18$ ) u volum wiehed ta' ilma.

4.2. Aċidu sulfuriku: 0.1 N.

4.3. Soluzzjoni ta' sodju jew idrossidu tal-potassju, hieles minn karbonat: 0.1 N.

4.4. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku, madwar 30 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (W/V), hieles minn ammonia.

4.5. Trab tal-hadid ridott fl-idroġenu (il-kwantità indikata ta' hadid għandha tkun tista' titnaqqas mill-inqas 0.05 g tan-nitroġenu nitriku).

4.6. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 30 % NaOH ( $d = 1.33$ ), hieles minn ammonja.

4.7. Soluzzjonijiet indikaturi

4.7.1. Indikatur imħallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml f'soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N u ġib sa litru bl-ilma.

Soluzzjoni B:Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina.Uża 0.5 ml (10 qatriet).

- 4.7.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil ahmar.
- Holl 0.1 g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % alkohol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u saffi jekk ikun meħtieġ.
- Dan l-indikatur jista' jintuża (minn erba' sa hames qatriet) minflok dak ta' qabel.
- 4.8. Hbub tal-haffiefa ta' kontra l-hotba, maħsul in f'acidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.
- 4.9. Nitrat tal-putassa għal analiżi.
5. APPARAT
- Ara l-Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1 "Thejjja tal-kampjun".
7. Metodu ta' analiżi
- 7.1. **Thejjja tas-soluzzjoni**
- Ara l-Metodu 2.1 "Determinazzjoni ta' ammoniacal nitrogen".
- 7.2. **Proċedura**
- Qiegħed fil-kunjett riċevitur kwantità b'qies eżatt ta' acidu sulfuriku *standard* kif muri fit-Tabella 1 ta' Metodu 2.1. (varjanti a) u žid il-kwantità xierqa ta' soluzzjoni indikatriċi 4.7.1 jew 4.7.2. It-tarf tat-tubu ta' estensjoni tal-kondensatur għandu jkun taħt wiċċ l-acidu *standard* fil-kunjett riċevitur.
- Billi tuża pipetta, għaddi parti alikwot tas-soluzzjoni ċara kif muri fit-Tabella 1 ta' Metodu 2.1. (varjanti a) u qiegħda fil-kunjett distillatur ta' l-apparat. Žid 350 ml ilma, 20 ml ta' 30 % soluzzjoni ta' acidu sulfuriku (4.4), hawwad u žid 5 g ta' hadid ridott (4.5). Aħsel l-ghonq tal-kunjett b'għadd ta' millilitri ta' ilma, u qiegħed fl-ghonq tal-kunjett lembut žgħir b'sieq twila. Sahhan f'banjumarija jagħli għal siegħa u mbaġħad aħsel is-sieq tal-lembut bi f'it millilitri ta' ilma.
- Waqt li toqgħod attent li ma jkunx hemm telf ta' ammonja, žid mal-kontenut tal-kunjett distillatur 50 ml ta' idrossidu tas-sodju konċentrat (4.6), jew fil-każijiet meta 20 ml ta' acidu idrokloriku (1 + 1) (4.1) ikun intuża sabiex iħoll il-kampjun, žid soluzzjoni ta' 60 ml idrossidu tas-sodju konċentrat (4.6). Għaqqad l-apparat distillatur. Iddistilla l-ammonja skond il-proċedura murija fil-Metodu 2.1.
- 7.3. **Prova mingħajr il-kampjun**
- Aghmel prova mingħajr l-kampjun (halli barra l-kampjun) taħt l-istess kondizzjonijiet u aghmel semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.
- 7.4. **Prova tal-kontroll**
- Qabel analiżi, ara li l-apparat ikun qed jaħdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu billi tintuża parti alikwot ta' soluzzjoni magħmula friska ta' nitrat tas-sodju (4.9) li jkun fiha minn 0.045 sa 0.050 g tan-nitroġenu.
8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT
- Uri r-riżultat ta' analiżi bħala percentwali tan-nitroġenu nitriku jew nitroġenu ammonijaku u nitriku flimkien li jkunu fil-fertilizzant kif miġjub għal analiżi.

## Metodu 2.2.2

## DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU NITRIKU U AMMONIJAKU SKOND ARND

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu nitriku u ammonijaku mnaqq-sin skond Arnd (modifikata għal kull varjanti a, b u ċ).

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Ara l-Metodu 2.2.1.

## 3. PRINĊIPJU

Riduzzjoni ta' nitrati u nitriti għal ammonia f'soluzzjoni newtrali li fiha l-ilma permezz ta' liga tal-hadid magħmula minn 60 % Cu u 40 % Mg (liga ta' Arnd) meta jkun hemm kloro tal-manjesju.

Distillazzjoni ta' l-ammonja, u determinazzjoni ta' dak li thalli f'volum magħruf ta' soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku *standard*. Dożar ta' l-aċidu sulfuriku permezz ta' soluzzjoni *standard* ta' sodju jew idrossidu tal-potassju.

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn diossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu idrokloriku miżjud: volum wiehed ta' HCl ( $d = 1.18$ ) ma' volum wiehed ta' ilma.

4.2. Aċidu sulfuriku: 0.1 N

4.3. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N

} għall-varjant a.

4.4. Aċidu sulfuriku: 0.2 N

4.5. Nātrija vai kālġa hidrosida sġidums, karbonātus nesaturošs: 0.2 N

} għall-varjant b. (ara n-Nota 2)

4.6. Aċidu sulfuriku: 0.5 N

4.7. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N

} għall-varjant c. (ara n-Nota 2)

4.8. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju: madwar 2 N.

4.9. Liga ta' Arnd għal analiżi: miġjuba fi trab sabiex tgħaddi minn għarbiel b'toqob anqas minn 1 mm kwadri.

4.10. Soluzzjoni 20 % ta' klorat tal-manjesju.

Holl 200 g ta' klorat tal-manjesju ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) f'madwar 600 sa 700 ml ilma f'kunjett ta' litru b'qiegħ ċatt. Biex ma jkunx hemm ragħwa, žid 15 g sulfat tal-manjesju ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ).

Wara li jinħall żid 2 g ossidu tal-manjesju u fitit hġub kontra l-hotob ta' ġebla ħaffiefa, u kkonċentra s-sospensjoni għal 200 ml bit-toghlija, b'hekk jitneħħa kull sinjal ta' ammonja mir-ri-aġenti. Kessah, u ġib il-volum għal litru wiehed u ffiltra.

4.11. Soluzzjonijiet indikaturi.

4.11.1. Indikatur imħallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N u ġib sa litru wiehed bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' acidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Uża 0.5 ml (10 qatriet).

4.11.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil aħmar.

Holl 0.1 g ta' metil aħmar f'50 ml ta' 95 % alkohol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur jista' jintuża (minn erba' sa hames qatriet) minflok dak ta' qabel.

4.11.3. Soluzzjoni indikatriċi ta' Kongo aħmar.

Holl 3 g ta' Kongo aħmar f'litru wiehed ta' ilma shun u ffiltra jekk ikun meħtieġ wara li jiksah. Dan l-indikatur jista' jintuża, minflok it-tnejn l-oħra msemmija hawn fuq, għan-newtralizzazzjoni ta' estratti ta' acidu qabel id-distillizzazzjoni, bl-użu ta' 0.5 ml għal kull 100 ml ta' likwiku li jkun ser jiġi newtralizzat.

4.12. Hġub tal-ħaffiefa ta' kontra l-hotba, maħsula f'acidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.

4.13. Nitrat tas-sodju għal analiżi.

5. APPARAT

Ara l-Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".

6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

7. METODU TA' ANALIŻI

7.1. **Thejjija tas-soluzzjoni għal analiżi.**

Ara Metodu l-2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".

7.2. **Analiżi tas-soluzzjoni**

Skond x'ikun il-varjanti magħżul, qiegħed fil-kunjett riċevitur il-kwantità mkejla bil-qies ta' acidu sulfuriku *standard* kif muri fit-Tabella 1 ta' Metodu 2.1. Żid il-kwantità xierqa tas-soluzzjoni indikatriċi magħżula (4.11.1 jew 4.11.2) u fl-aħħar ilma bizzejjed sabiex ikun hemm volum ta' mill-inqas 50 ml. It-tarf tat-tubu ta' estensjoni tal-kondensatur għandu jkun taht wiċċ is-soluzzjoni.

Billi tuża pipetta ta' preċiżjoni, hu, skond it-Tabella 1, alikwot bizzejjed tas-soluzzjoni ċara. Qieghda fil-kunjett distillatur.

Żid ilma bizzejjed sabiex ikun hemm volum ta' madwar 350 ml (ara Nota 1), 10 g ta' liga ta' Arnd (4.9), soluzzjoni ta' 50 ml ta' klorat tal-manjesju u f'itit frak ta' haġġefa (4.12). Qabbaq malajr il-kunjett ma' l-apparat distillatur. Saħhan bil-metodu għal madwar 30 minuta. Imbagħad żid is-sħana sabiex tiddistilla l-ammonja. Kompli bid-distillazzjoni għal madwar siegħa. Wara dan, dak li jkun baqqa' fil-kunjett għandu jkollu konsistenza ta' ġulepp. Meta d-distillazzjoni tkun waqfet, iddoża l-kwantità ta' aċidu zejjed fil-kunjett riċevitur skond il-proċedura fil-Metodu 2.1.

#### Nota 1

Meta s-soluzzjoni tal-kampjun tkun aċidu (żieda ta' 20 ml ta' HCl (1 + 1) (4.1) sabiex tholl il-kampjun) il-parti alikwot mehuda għal analiżi tiġi newtralizzata b'dan il-metodu: fil-kunjett distillatur li jkollu l-parti alikwot li tkun ġiet mehuda, żid madwar 250 ml ta' ilma, il-kwantità meħtieġa ta' wiehed mill-indikaturi (4.11.1, 4.11.2, 4.11.3) u haħwad sewwa.

Innewtralizzza b'soluzzjoni ta' 2 N idrossidu tas-sodju (4.8) u erġa' għamilha aċiduża b'qatra ta' aċidu idrokloriku (1 + 1) (4.1). Wara kompli kif muri f'7.2 (it-tieni linja).

#### 7.3. Prova mingħajr il-kampjun

Aghmel prova mingħajr il-kampjun taħt l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

#### 7.4. Prova ta' kontroll

Qabel analiżi, ara li l-apparat ikun qed jaħdem sewwa u li tkun applikata t-teknika t-tajba billi tintuża soluzzjoni ta' nitrat tas-sodju (4.13) mhejjija friska li jkollha minn 0 050 sa 0 150 g tan-nitroġenu nitriku skond il-varjanti magħżul.

#### 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Ara l-Metodu 2.2.1.

#### Metodu 2.2.3

#### DETERMINAZZJONI TA' NITROĠENU NITRIKU U AMMONIJAKU SKOND DEVARDA

#### 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu nitriku u ammonijaku b'riduzzjoni skond Devarda (modifikata għal kull wiehed mill-varjanti a, b u c).

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Ara Metodu 2.2.1.

## 3. PRINĊIPJU

Riduzzjoni ta' nitrati u nitriti għal ammonja f'soluzzjoni alkalina qawwija permezz ta' liga tal-hadid magħmula minn 45 % Al, 5 % Zn u 50 % Cu (liga ta' Devarda). Distillazzjoni ta' l-ammonja u determinazzjoni ta' dak li thalli f'volum magħruf ta' aċidu sulfuriku *standard*; dożar ta' aċidu sulfuriku żejjed permezz ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn diossidu karbonimu u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu idrokloriku miżjud:volum wiehed ta' HCl ( $d = 1.18$ ) ma' volum wiehed ta' ilma.

4.2. Aċidu sulfuriku: 0.1 N

4.3. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N

} għall-varjant a.

4.4. Aċidu sulfuriku: 0.2 N

4.5. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.2 N

} għall-varjant b. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.1)

4.6. Aċidu sulfuriku: 0.5 N

4.7. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N

} għall-varjant c. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.2)

4.8. Liga ta' Devarda għal analiżi.

Miġjuba fi trab sabiex 90 % sa 100 % minnha tghaddi minn għarbiel b'toqob anqas minn 0.25 mm kwadri, 50 % sa 75 % minnha tghaddi minn għarbiel b'toqob ta' anqas minn 0.075 mm kwadri.

Fliexken ippakkjati minn qabel li jkollhom mhux aktar minn 100 g huma rakkomandati.

4.9. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 30 % NaOH ( $d = 1.33$ ), hieles minn ammonja.

4.10. Soluzzjonijiet indikaturi.

4.10.1. Indikatur imhallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil ahmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' 0.1 N idrossidu tas-sodju u ġib sa litru bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Uża 0.5 ml (10 qatriet).



- 4.10.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil aħmar.
- Holl 0.1 g ta' metil aħmar f'50 ml ta' 95 % alkohol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun meħtieġ.
- Dan l-indikatur (minn erba' sa hames qatriet) jista' jintuża minflok dak ta' qabel.
- 4.11. Alkohol, 95 sa 96 %.
- 4.12. Nitrat tas-sodju għal analiżi.
5. APPARAT
- Ara l-Metodu 2.1.
- 5.1. Apparat distillatur magħmul minn kunjett b'qiegħ tond li jkun jesa' bizzejjed, imqabbd ma' kondensatur b'tubu distillatur b'bexxiexa, mghammar ukoll b'nassa-buzzieqa fuq il-kunjett riċevitur sabiex ma jkunx hemm telf ta' ammonja.
- Qed jinġieb it-tip ta' apparat approvat għal din id-determinazzjoni, li juri l-karatteristiċi ta' kostruzzjoni, fil-Figura 5.
- 5.2. Pipetti ta' 10, 20, 25, 50, 100 u 200 ml.
- 5.3. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.
- 5.4. Ċekċieka ċirkulari (minn 35 sa 40 dawra kull minuta).
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1.
7. PROCĒDURA
- 7.1. **Thejjja tas-soluzzjoni għal analiżi**
- Ara l-Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".
- 7.2. **Analiżi tas-soluzzjoni**
- Il-kwantità tan-nitroġenu nitriku li jkun hemm fil-parti alikwot tas-soluzzjoni m'għandhiex tkun aktar mill-kwantità massima murija fit-Tabella 1.
- Skond il-varjanti magħżul, qiegħed fil-kunjett riċevitur kwantità mkejla eżatt ta' aċidu sulfuriku *standard* kif muri fit-Tabella 1. Żid il-kwantità xierqa tas-soluzzjoni indikatriċi magħżula (4.10.1. jew 4.10.2.) u, fl-aħħar, ilma bizzejjed sabiex ikun hemm volum ta' 50 ml. It-tarf tat-tubu ta'estensjoni tal-kondensatur għandu jkun taħt wiċċ is-soluzzjoni. Imla n-nassa-buzzieqa bl-ilma distillat.
- Waqt li tuża pipetta ta' preċiżjoni, hu parti alikwot kif muri fit-Tabella 1 ta' Metodu 2.1. Qiegħda fil-kunjett distillatur.
- Żid ilma bizzejjed fil-kunjett distillatur sabiex ikun hemm volum ta' 250 sa 300 ml, 5 ml alkohol (4.11) u 4 g liga Devarda (4.8). (Ara n-Nota 2).
- Waqt li tiehu l-prekawzjonijiet meħtieġa sabiex ma jkunx hemm telf ta' ammonja, żid il-kunjett b'madwar 30 ml ta' soluzzjoni ta' 30 % idrossidu tas-sodju u fl-aħħar, fil-każ ta' kampjuni ta' aċidu li jinhallu, kwantità oħra bizzejjed sabiex tinnewtralizza l-kwantità ta' aċidu idrokloriku (4.1) li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda għall-analiżi. Qabbd il-kunjett distillatur ma' l-apparat, u ara li l-kuntatt ikun sod. Ċekċek sewwa l-kunjett sabiex jithallat dak li jkun fih.

Saħħan bil-metodu, sabiex l-idroġenu li johroġ jitnaqqas sewwa f'hin ta' madwar nofs siegħa u l-likwidu jibda jagħli. Kompli bid-distillazzjoni, billi zzid is-shana sabiex għall-inqas 200 ml likwidu jiddistilla f'hin ta' madwar 30 minuta (ittawwalx id-distillazzjoni aktar minn 45 minuta).

Meta d-distillazzjoni tkun saret, nehhi l-kuntatt tal-kunjett riċevitur minn ma' l-apparat, aħsel sewwa t-tubu ta' estensjoni u n-nassa-buzzieqa, waqt li jingabru t-tlahliliet fil-kunjett tad-dożar. Iddoża dak li jibqa' żejjed skond il-proċedura fil-Metodu 2.1.

Nota 2

Waqt li jkun hemm melh tal-kalċju bħalma huma nitrat tal-kalċju u nitrat ta' l-ammonju tal-kalċju, ikun meħtieġ li jżded, qabel id-distillazzjoni għal kull gramma ta' l-kampjun li jkun hemm fl-alikwot, 0.700 g fosfat tas-sodju ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) sabiex ma jkunx hemm il-formazzjoni ta'  $\text{Ca(OH)}_2$ .

7.3. **Prova mingħajr il-kampjun**

Aghmel prova mingħajr l-kampjun taht l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-rizultat finali.

7.4. **Prova tal-kontrol**

Qabel ma tagħmel l-analiżi, ara li l-apparat ikun qed jaħdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu billi tintuża parti alikwot ta' soluzzjoni magħmula friska ta' nitrat tas-sodju (4.12) li jkun fiha, skond il-varjanti magħżul, minn 0.50 sa 0.150 g ta' nitrogen.

8. **ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT**

Ara l-Metodu 2.2.1.

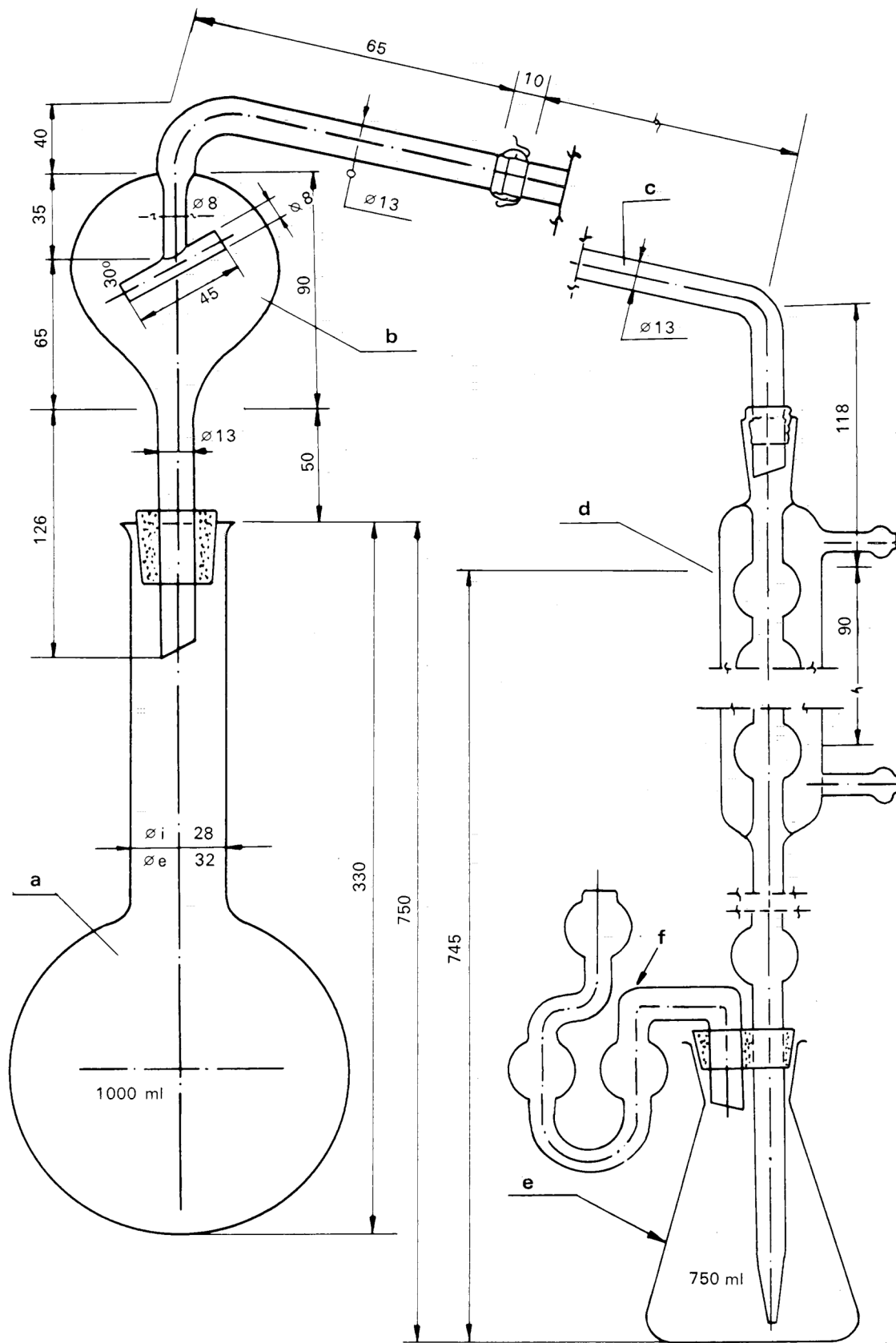


Figura 5

**Tifsir tal-Figura 5**

- (a) Kunjett b'qiegħ tond, għonq twil u fetha qisha qanpiena li jesa' 750-ml (1 000 ml).
- (b) Tubu distillatur b'bexxiexa u rabta sferika (Nru 18) fil-hruġ.
- (c) Tubu qisu minkeb b'rabta sferika fid-dahla, u kon tal-qtar fil-hruġ (kuntatt tal-gomma tajjeb jista' jintuza minflok ir-rabta sferika).
- (d) Kondensatur b'sitt bozoz b'tubu ta' estensjoni mrikkeb fuq tapp tal-gomma jzomm nassa-buzzieqa.
- (e) Kunjett riċevitur sa 750-ml.
- (f) Nassa-buzzieqa sabiex ma jkunx hemm telf ta' ammonja.

L-apparat huwa magħmul minn hġieg borosilikat.

*Metodi 2.3*

## DETERMINAZZJONI TA' NITROĠENU TOTALI

*Metodu 2.3.1*

## DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU TOTALI FIS-SIJANAMID TAL-KALĠJU HIELES MIN-NITRAT

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu totali fsijanamid tal-kalċju hieles minn nitrat.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Għal sijanamid tal-kalċju (hieles minn nitrate) biss.

## 3. PRINĊIPJU

Skond diġestjoni Kjeldahl, in-nitroġenu ammonijaku li jkun gie ffurmat jehodlu postu l-idrossidu tas-sodju, miġbur u stmat f'soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn diossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu sulfuriku miżjud ( $d = 1.54$ ): volum wiehed ta' aċidu sulfuriku ( $d = 1.84$ ) ma' volum wiehed ta' l-ilma.

4.2. Sulfat tal-potassju għal analiżi.

4.3. Ossidu tar-ram (CuO): 0.3 sa 0.4 g għal kull stima, jew kwantità li tkun daqs dik ta' sulfat pentaidrat, minn 0.95 sa 1.25 g għal kull stima.

- 4.4. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 30 % NaOH (d = 1.33), hieles minn ammonja.
- 4.5. Aċidu sulfuriku: 0.1 N
- 4.6. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N
- 4.7. Aċidu sulfuriku: 0.2 N
- 4.8. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.2 N
- 4.9. Aċidu sulfuriku: 0.5 N
- 4.10. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N
- 4.11. Soluzzjonijiet indikaturi
- 4.11.1. Indikatur imhallat.
- Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil ahmar f'37 ml ta'soluzzjoni ta' 0.1 N idrossidu tas-sodju u ġib sa litru wiehed bl-ilma.
- Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.
- Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.
- Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Uża 0.5 ml (10 qatriet).
- 4.11.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil ahmar.
- Holl 0.1g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % alkohol u ġib sa 100 ml bl-ilma. Iffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur (minn erba' sa hames qatriet) jista' jintuż minflok dak ta' qabel.
- 4.12. Hbub tal-haffiefa ta' kontra l-hotba, maħsula f'aċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.
- 4.13. Tioċjanat tal-potassju għal analiżi.
5. APPARAT
- 5.1. Apparat distillatur, ara Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".
- 5.2. Kunjett Kjeldahl b'għonq twil li jesa' sewwa.
- 5.3. Pipetti ta' 50, 100 u 200 ml.
- 5.4. Kunjett bil-qisien ta' 250-ml.
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCĊEDURA

7.1. **Thejjija tas-soluzzjoni**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 1 g tal-kampjun u qiegħed fil-kunjett Kjeldahl Żid 50 ml ta' aċidu sulfuriku miżjud (4.1), 10 sa 15 g ta' sulfat tal-potassju (4.2), u l-katalista indikat (4.3). Sahħan bil-metodu sabiex tneħhi l-ilma, għalli bil-metodu għal saġhtejn, halli sakemm jiksah, u žid bl-ilma, minn 100 sa 150 ml. Erġa' kessah, għaddi kwantitattivament is-soluzzjoni f'kunnett bil-qisien ta' 250-ml, ġib il-volum bl-ilma, Ċekček, u ffiltra permezz ta' filtru xott għal go kunjett xott.

7.2. **Analizi tas-soluzzjoni**

Permezz ta' pipetta, għaddi, skond il-varjanti magħżul (ara Metodu 2.1), 50, 100 jew 200 ml tas-soluzzjoni hekk miksuba, u ddistilla l-ammonja kif muri fil-metodu 2.1, waqt li zzid soluzzjoni (4.4) ta' NaOH bizzejjed sabiex tiżgura li jibqa' żejjed sewwa.

7.3. **Prova mingħajr il-kampjun**

Aghmel prova mingħajr l-kampjun (halli barra l-kampjun) taht l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

7.4. **Prova tal-kontroll**

Qabel ma ssir l-analizi, ara li l-apparat ikun qed jahdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu, billi tuża parti alikwot ta' soluzzjoni ta' tioċjanat tal-potassju (4.13), b'hekk tqarreb mal-konċentrazzjoni tan-nitroġenu fil-kampjun.

## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Uri r-riżultat ta' l-analizi bhala l-perċentwali tan-nitroġenu (N) li jkun fil-fertilizzant kif miġjub għal analizi.

Varjanti a:  $\% N = (50 - A) \times 0.7$ .

Varjanti b:  $\% N = (50 - A) \times 0.7$ .

Varjanti c:  $\% N = (35 - A) \times 0.875$ .

*Metodu 2.3.2**DETERMINAZZJONI TAN-NITROĠENU TOTALI FIS-SIJANAMID TAL-KALĊJU LI JKUN FIH IN-NITRATI*

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu totali f'sijanamid tal-kalċju.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-metodu huwa applikabbli għal sijanamid tal-kalċju li jkun fih nitrati.

## 3. PRINĊIPJU

L-applikazzjoni diretta tal-metodu ta' Kjeldahl ma tistax issir għal sijanamidi tal-kalċju li jkollhom nitrati. Minhabba dan, in-nitroġenu nitrat jirriduci għal ammonja ma' hadid metalliku u klorat tal-landa qabel id-diġestjoni Kjeldahl.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn dijossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

4.1. Aċidu sulfuriku (d = 184).

4.2. Trab tal-hadid ridott fl-idroġenu.

4.3. Sulfat tal-potassju, miġjub fi trab fin, għal analiżi.

4.4. Aċidu sulfuriku: 0.1 N

4.5. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N

} għall-varjant a. (ara l-metodu 2.1)

4.6. Aċidu sulfuriku: 0.2 N

4.7. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.2 N

} għall-varjant b. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.1)

4.8. Aċidu sulfuriku: 0.5 N

4.9. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N

} għall-varjant c. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.1)

4.10. Soluzzjonijiet indikaturi

4.10.1. Indikatur imhallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil ahmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' 0.1 N idrossidu tas-sodju u ġib sa litru wiehed bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Hu 0.5 ml (10 qatriet) ta' din is-soluzzjoni indikatriċi.

4.10.2. Indikatur metil ahmar.

Holl 0.1 g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % alkohol u ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur (erba' sa ħames qatriet) jista' jintuż minflok dak ta' qabel.

4.11. Soluzzjoni ta' klorat tal-landa.

Holl 120 g ta'  $\text{SnCl}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  f'400 ml ta' aċidu idroklorat konċentrat (d = 1.18) u ġib sa litru wiehed bl-ilma. Is-soluzzjoni għandha tkun ċara għal kollox u mhejjija mmedjatament qabel ma' tintuża. Huwa essenzjali li tara li l-qawwa li tirriduci tal-klorat tal-landa tkun sewwa.

## Nota

Holl 0.5 g ta'  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  f'2 ml ta' aċidu idroklorat konċentrat ( $d = 1.18$ ) u ġib sa 50 ml bl-ilma. Imbagħad żid 5 g ta' melh Rochelle (tartrat tas-sodju tal-potassju) u kwantità bizzejjed ta' sodju bikarbonat għal analiżi għas-soluzzjoni sabiex turi reazzjoni alkalina għal prova tal-karta tat-tornasol.

Iddoża b'soluzzjoni ta' 0.1 N jodju meta jkun hemm soluzzjoni ta' lamtu bħala indikatur.

Soluzzjoni ta' 1 ml ta' 0.1 jodju tkun taqbel ma' 0.01128 g ta'  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Għall-inqas 80 % tal-landa li jkun hemm fis-soluzzjoni hekk imhejjija għandha tkun fil-forma bivalenti. Għad-dożar, għandhom jintużaw mill-inqas 35 ml ta' soluzzjoni 0.1 N jodju.

4.12. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju li jkun fiha madwar 30 % NaOH ( $d = 1.33$ ), hielsa minn ammonja.

4.13. Soluzzjoni ta' nitrat-ammonijaku.

Iżen 2.5 g ta' nitrat tal-potassju għal analiżi u 10.16 g ta' sulfat ta' l-ammonju għal analiżi u qegħidhom f'kunjett bil-qisien ta' 250-ml. Holl fl-ilma u ġib sa 250 ml.1 ml ta' din is-soluzzjoni jkun fiha 0.01 g tan-nitroġenu.

4.14. Hbub tal-haffiefa kontra-l-hotba, maħsula faċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.

5. APPARAT

Ara Metodu 2.3.1.

6. THEJJIIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

7. PROCEDURA

7.1. **Thejjija tas-soluzzjoni**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 1 g tal-kampjun u qiegħed fil-kunjett Kjeldahl Żid 0.5 g ta' trab tal-hadid (4.2) u 50 ml tas-soluzzjoni tal-klorat tal-landa (4.11), hawwad u halli toqgħod għal nofs siegħa. Waqt li tkun toqgħod, erga' hawwadha wara 10 u 20 minuta. Imbagħad żid 10 g ta' sulfat tal-potassju (4.3) u 30 ml ta' aċidu sulfuriku (4.1). Ghalli u kompli bil-proċess għal siegħa wara li jibdew jidhru dħaħen bojod. Halli sakemm jiksah u żidu b'100 sa 150 ml ta' ilma. Ghaddi s-sospensjoni kwantitattivament għal go kunjett bil-qisien ta' 250-ml, kessah u ġib il-volum bl-ilma, hawwad u ffiltra permezz ta' filtru xott għal go reċipjent xott. Minflok ma mbagħad tghaddi s-sospensjoni minn go sifun sabiex tapplika l-varjanti a, b jew c, użati fil-metodu 2.1, in-nitroġenu ammonijaku f'din is-soluzzjoni jista' wkoll ikun distillat direttament, wara żjieda ta' idrossidu tas-sodju bizzejjed sabiex ikun assigurat li jibqa' hafna.

7.2. **Analiżi tas-soluzzjoni**

Permezz ta' pipetta, għaddi, skond il-varjanti a, b jew c, użati fil-metodu 2.1, 50, 100 jew 200 ml tas-soluzzjoni hekk miksuba. Iddistilla l-ammonja skond il-proċess muri fil-metodu 2.1, waqt li tara li zzid fil-kunjett distillatur soluzzjoni bizzejjed ta' idrossidu tas-sodju (4.12) sabiex ikun assigurat li jibqa' hafna żejjed.



7.3. **Prova minghajr il-kampjun**

Aghmel prova minghajr l-kampjun (halli barra l-kampjun) taht l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

7.4. **Prova tal-kontroll**

Qabel ma taghmel l-analizi, ara li l-apparat ikun qed jahdem sewwa u li tkun uzata l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu b'soluzzjoni *standard* li jkun fiha kwantitajiet tan-nitroġenu ammonijaku u nitriku mqabbla mal-kwantitajiet ta' sjanamid u nitroġenu nitriku li jkun fiċ-sjanamid tal-kalċju nitriku.

Għal dan il-ghan qieghed 20 ml tas-soluzzjoni *standard* (4.13) f'kunjett Kjeldahl.

Aghmel l-analizi skond il-metodu muri f'7.1 u 7.2.

## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Ir-riżultat ta' l-analizi għandu jintwera bhala l-percentwali tan-nitroġenu (N) totali li jkun fil-fertilizzant kif miġjub għal analizi.

Varjanti a: % N = (50 - A) " 0.7.

Varjanti b: % N = (50 - A) " 0.7.

Varjanti c: % N = (35 - A) " 0.875.

*Metodu 2.3.3**DETERMINAZZJONI TA' NITROĠENU TOTALI FL-UREA*

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu totali fl-urea.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu huwa applikat biss għal fertilizzanti ta' l-urea hielsa min-nitrat.

## 3. PRINĊIPJU

L-urea tinbidel kwantitattivament f'ammonja bit-toghlija meta jkun hemm l-aċidu sulfuriku. L-ammonja hekk miksuba tiġi distillata b'mezz alkalini, u d-distillat jingabar faċidu sulfuriku *standard* żejjed. L-aċidu żejjed jiġi ddożat permezz ta' soluzzjoni alkalina *standard*.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn diossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

## 4.1. Aċidu sulfuriku, konċentrat (d = 1.84).

- 4.2. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 30 % NaOH (d = 1.33), hielsa minn ammonja.
- 4.3. Aċidu sulfuriku: 0.1 N
- 4.4. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.1 N
- 4.5. Aċidu sulfuriku: 0.2 N
- 4.6. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.2 N
- 4.7. Aċidu sulfuriku: 0.5 N
- 4.8. Sodju jew soluzzjoni ta' l-idrossidu tal-putassa hielsa mill-karbonat: 0.5 N

} għall-varjant a. (ara l-metodu 2.1)

} għall-varjant b. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.1)

} għall-varjant c. (ara n-Nota 2, il-metodu 2.1)

4.9. Soluzzjonijiet indikaturi

4.9.1. Indikatur imħallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' 0.1 N idrossidu tas-sodju u ġib sa litru wiehed bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni ta' alkalini. Uża 0.5 ml (10 qatriet).

4.9.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil aħmar.

Holl 0.1 g ta' metil aħmar f'50 ml ta' 95 % alkoħol u ġib sa 100 ml bl-ilma. Iffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur (erba' sa ħames qatriet) jista' jintuż minflok dak ta' qabel.

4.10. Hbub tal-haffiefa ta' kontra l-hotba, maħsula f'aċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.

4.11. Urea, għall-analiżi.

5. APPARAT

5.1. Apparat distillatur, ara Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".

5.2. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

5.3. Pipetti ta' 25, 50 u 100 ml.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCÉDURA

7.1. **Thejjija tas-soluzzjoni**

Iżen, sa l-eqreb 0.0001 g, 2.5 g tal-kampjun imhejji, qiegħdu f'kunjett Kjeldahl ta' 300-ml u ghamlu niedi b'20 ml l-ilma. Hawwad f'20 ml ta' aċidu sulfuriku koncentrat (4.1) u zid ftit žibeg tal-ħgiegħ sabiex ma jkunx hemm hotob. Biex ma jkunx hemm tixrid, qiegħed lembut tal-ħgiegħ b'sieq twila f'għonq il-flixxun. Sahħan, bil-metodu għall-ewwel, imbagħad zid is-šana sakemm jibdeu jidhru dhahen (30 sa 40 minuta).

Kessaħ u zid b'100 sa 150 ml ilma. Kwantitattivament għaddi għal go kunjett volumetrik u ta' 500-ml, waqt li twarrab dak li jibqa' fil-qiegħ. Halli sakemm jiksah sa temperatura tal-kamra. Ġib il-volum bl-ilma, hawwad u, jekk ikun meħtiegħ, iffiltra permezz ta' filtru xott għal go reċipjent xott.

7.2. **Analizi tas-soluzzjoni**

B'pipetta ta' preċiżjoni, għaddi 25, 50 jew 100 ml tas-soluzzjoni hekk miksuba għal go kunjett distillatur, skond il-varjanti magħżul (ara Metodu 2.1). Iddistilla l-ammonja kif muri fil-metodu 2.1, billi zzid NaOH ( $d = 1.33$ ) (4.2) bizzejjed go l-kunjett distillatur sabiex tiżgura li jibqa' żejjed sewwa.

7.3. **Prova mingħajr il-kampjun**

Aghmel prova mingħajr l-kampjun (halli barra l-kampjun) taht l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

7.4. **Prova tal-kontrol**

Qabel ma tagħmel l-analizi, ara li l-apparat ikun qed jahdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu, billi tuża parti alikwot ta' soluzzjoni magħmula friska ta' l-urea (4.11).

## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Uri r-riżultat bhala l-perċentwali tan-nitroġenu (N) li jkun fil-fertilizzant kif miġjub għal analizi.

Varjanti a:  $\% N = (50 - A) \times 1.12$ .

Varjanti b:  $\% N = (50 - A) \times 1.12$ .

Varjanti c:  $\% N = (35 - A) \times 1.40$ .

*Metodu 2.4*

## DETERMINAZZJONI TA' NITROĠENU SIJANAMID

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni tan-nitroġenu sijanamid.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Taħlitiet ta' kalċju sijanamid u kalċju sijanamid/nitriku.

## 3. PRINĊIPJU

Nitroġenu cjanamid jiġi pprecipitat bhala kumpless tal-fidda u stmat fil-precipitat bil-metodu ta' Kjeldahl.

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn dijossidu karboniku u minn komposti nitroġeni kollha.

## 4.1. Aċidu aċetiku glaċjali

4.2. Soluzzjoni ta' ammonja li jkun fiha 10 % ta' gass ta' l-ammonja bl-użin ( $d = 0.96$ ).

## 4.3. Soluzzjoni ammonijaka tal-fidda, skond Tollens.

Hallat soluzzjoni ta' 500 ml ta' 10 % nitrat tal-fidda ( $\text{AgNO}_3$ ) fl-ilma ma' 500 ml ta' 10 % ammonja (4.2).

Tqigħedx, mingħajr hteġa, fid-dawl, shana jew arja. Is-soluzzjoni s-soltu zzomm għal snin. Sakemm is-soluzzjoni tibqa' ċara, ir-reagent ikun ta' kwalità tajba.

4.4. Aċidu sulfuriku konċentrat ( $d = 1.84$ ).

## 4.5. Sulfat tal-potassju għal analiżi.

4.6. Ossidu tar-ram ( $\text{CuO}$ ), 0.3 sa 0.4 g għal kull stima, jew kwantità li tkun daqs dik ta' sulfat tar-ram pentaidrat, minn 0.95 sa 1.25 g għal kull stima.4.7. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 30 %  $\text{NaOH}$  ( $d = 1.33$ ), hielsa minn l-ammonja.

## 4.8. Aċidu sulfuriku: 0.1 N.

## 4.9. Soluzzjoni ta' sodju jew idrossiku tal-potassju: 0.1 N.

## 4.10. Soluzzjonijiet indikaturi

## 4.10.1. Indikatur imhallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' 0.1 N idrossidu tas-sodju u ġib sa litru wiehed bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni ta' alkalini. Uża 0.5 ml (10 qatriet).

4.10.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil ahmar.

Holl 0.1. g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % alkoħol u ġib sa 100 ml bl-ilma. Iffiltra jekk ikun meħtieġ. Dan l-indikatur (erba' sa hames qatriet) jista' jintuż minflok dak ta' qabel.

4.11. Hbub tal-haffiefa ta' kontra l-hotba, maħsula faċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.

4.12. Tioċjanat tal-potassju għall-analizi.

5. APPARAT

5.1. Apparat distillatur, ara l-Metodu 2.1 "Determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku".

5.2. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml (e.g. Stohmann).

5.3. Kunjett Kjeldahl b'għonq twil li jesa' mhux hażin (300 sa 500 ml).

5.4. Pipetta ta' 50-ml.

5.5. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

7. PROCEDURA

7.1. **Prekawzjoni tas-sigurtà**

Meta tkun qed tintuża fidda ammonijaka għandu jintlibes nuċċali ta' sigurtà. Malli tiffirma ruhha membrana fuq wiċċ il-likwidu, jista' jkun hemm splużjoni minhabba l-aġitazzjoni u huwa essenzjali li wiehed jiehu joqgħod attent hafna.

7.2. **Thejjja tas-soluzzjoni għall-analizi**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 2.5 g tal-kampjun u qiegħed f'mehrież tal-ħġieġ. Ithan il-kampjun għal tliet darbiet bl-ilma, waqt li tferra' l-ilma wara kull tahna f'kunjett Stohmann bil-qisien ta' 500-ml. Ghaddi kwantitattivament il-kampjun f'kunjett Stohmann bil-qisien ta' 500-ml, waqt li tahsel il-mehrież, il-lida u l-lenbut bl-ilma. Ġib bl-ilma sa bejn wiehed u iehor 400 ml. Żid 15 ml aċidu aċetiku (4.1). Ċekċek fuq iċ-Ċekċieka ċirkulari (5.5) għal satghejn.

Ġib sa 500 ml bl-ilma, hallat u ffiltra.

L-analizi għandha ssir malajr kemm jista' jkun.

7.3. **Analizi tas-soluzzjoni**

Għaddi 50 ml tal-filtrat f'bekk ta' 250-ml.

Żid soluzzjoni ta' ammonja (4.2) sakemm issir ftit alkalina u žid nitrat tal-fidda ammonijaku sħun (4.3) sabiex tippreċipita l-kumpless tal-fidda isfar taċ-sijanamid.

Halli matul il-lejl, iffiltra u ahsel il-precipitat b'ilma kiesaħ sakemm ikun għal kollox hieles minn ammonja.

Qiegħed il-filtru u l-precipitat, li jkun għadu niedi, f'kunjett Kjeldahl, žid 10 sa 15 g ta' sulfat tal-potassju (4.5), il-katalista fil-porzjon muri, imbagħad 50 ml ta' ilma u 25 ml ta' acidu sulfuriku koncentrat (4.4).

Saħħan il-kunjett, waqt li ċċekċekh bil-metodu sakemm dak li jkun hemm fih jiftaħ jagħli. Žid is-sħana, għalli sakemm dak li jkun hemm fil-kunjett jitlef il-kulur jew isir aħdar ċar.

Kompli għalli għal siegħa, imbagħad halli sakemm jiksah.

Għaddi l-likwidu kwantitattivament mill-kunjett Kjeldahl għal ġo l-kunjett distillatur, žid f'it h'hub tal-haffiefa kontra l-hotba (4.11) u ġib bl-ilma sa volum totali ta' bejn wieħed u iehor 350 ml. Hallat u halli jiksah.

Iddistilla l-ammonja skond Metodu 2.1, varjanti a, billi zzid soluzzjoni ta' NaOH (4.7) bizzejjed sabiex tiżgura li jibqa' żejjed sewwa.

#### 7.4. **Prova mingħajr il-kampjun**

Aghmel prova mingħajr il-kampjun (halli barra l-kampjun) taht l-istess kondizzjonijiet u semmi dan fil-kalkulazzjoni tar-riżultat finali.

#### 7.5. **Prova tal-kontrol**

Qabel ma ssir l-analizi, ara li l-apparat ikun qed jaħdem sewwa u li tkun qed tuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu, billi tuża parti alikwot ta' soluzzjoni ta' tioċjanat tal-potassju (4.12), li tkun taqbel ma' 0.05 g tan-nitroġenu.

#### 8. **ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT**

Uri r-riżultat bhala l-perċentwali ta' nitroġenu sjanamid li jkun fil-fertilizzant kif miġjub għal analizi.

$$\% N = (50 - A) \times 0.56.$$

#### *Metodu 2.5*

#### DETERMINAZZJONI SPEKTROFOTOMETRIKA TA' BJURET FL-UREA1. SCOPE

##### 1. **SKOP**

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' bjuret fl-urea.

##### 2. **QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI**

Il-metodu huwa applikat biss għall-urea.

##### 3. **PRINĊIPJU**

Bil-mezz ta' alkalini, meta jkun hemm tartrat tas-sodju tal-potassju, bjuret u ram bivalenti jagħmlu kompost ta' kupru vjola. Id-densità ottika tas-soluzzjoni tittejjel ftul ta' madwar 546 nm (nanuarlogġ).

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat, hieles minn dijossidu karboniku u ammonja. Il-kwalità ta' dan l-ilma hija partikolarment importanti f'din id-determinazzjoni.

## 4.1. Metanol

## 4.2. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku, madwar 0.1 N.

## 4.3. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju, madwar 0.1 N.

## 4.4. Soluzzjoni alkalina ta' tartrat tas-sodju tal-potassju.

Holl f'kunjett bil-qisien ta' litru 40 g ta' idrossidu tas-sodju f'500 ml ta' ilma u halli jiksaħ. Żid 50 g ta' tartrat tas-sodju tal-potassju ( $\text{NaKC4H4O6.4H}_2\text{O}$ ). Ġib sal-marka. Halli joqghod 24 siegħa qabel jintuża.

## 4.5. Soluzzjoni ta' sulfat tar-ram.

Holl f'kunjett bil-qisien ta' litru 15 g ta' sulfat tar-ram ( $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ ) f'500 ml ta' l-ilma. Ġib sal-marka.

4.6. Soluzzjoni ta' bjuret *standard* mhejjija friska.

Holl f'kunjett bil-qisien ta' 250-ml 0.250 g ta' bjuret pur<sup>(1)</sup> fl-ilma. Ġib sa 250 ml. 1 ml ta' din is-soluzzjoni jkun fih 0.001 g ta' bjuret.

## 4.7. Soluzzjoni indikatriċi.

Holl f'kunjett bil-qisien ta' 100-ml, 0.1 g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % etanol u ġib sa 100 ml bl-ilma. Iffiltra jekk ma tinhallx kollha.

## 5. APPARAT

5.1. Spektrofotoloġġ jew fotoaroloġġ b'filtri ta' sensitività u preċiżjoni li bihom jista' jsir kejl ta' inqas minn 0.5 % li jkollhom jergħu jingiebu<sup>(2)</sup>.

## 5.2. Kunjetti bil-qisien ta' 100, 250 u 1 000 ml.

## 5.3. Pipetti bil-qisien ta' 2, 5, 10, 20, 25 u 50 ml jew buretta ta' 25 ml, bil-qisien sa 0.05 ml.

## 5.4. Bekk ta' 250-ml.

## 6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCÉDURA

7.1. **Thejjja tal-kurva *standard***

Għaddi 0, 2, 5, 10, 20, 25 u 50 ml ta' soluzzjoni ta' alikwoti ta' bjuret *standard* (4.6) f'għadd ta' seba' kunjetti bil-qisien ta' 100-ml. Ġib il-volumi għal madwar 50 ml bl-ilma, żid qatra ta' indikatur (4.7) u nnewtralizza, jekk ikun meħtieġ, b'aċidu sulfuriku 0.1 N (4.2). Hawwad f'soluzzjoni ta' 20 ml ta' tartrat ta' l-alkalin (4.4) imbagħad f'soluzzjoni ta' 20 ml ta' sulfat tar-ram (4.5).

<sup>(1)</sup> Bjuret jista' jissaffa minn qabel billi jinhasel b'soluzzjoni ammonijaka (10 %), imbagħad b'aċetun u xxuttat go vakwu.

<sup>(2)</sup> Ara punt 9 "APPENDIĊI".

Nota

Dawn is-soluzzjonijiet għandhom jitkejlu b'żewġ buretti ta' preċiżjoni jew anzi ahjar b'pipetti.

Ġib sa 100 ml b'ilma distillat, hawwad u halli joqghod għal hmistax-il minuta fi  $30 \pm 2 \pm C$ .

B'soluzzjoni ta' bjuret "O" bhala referenza, kejjel l-assorbiment ta' kull soluzzjoni f'tul ta' madwar 546 nm billi jintużaw ċelloli ta' hxuna adattata.

Immarka l-kurva ta' kalibrazzjoni, billi tuża l-assorbimenti bhala l-ordinati u l-kwantitajiet ta' bjuret li jkunu jaqblu, f'milligrammi, bhala l-abseissae.

## 7.2. Thejjija tas-soluzzjoni li għandha tkun analizzata

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 10 g tal-kampjun imhejji; holl f'madwar 150 ml ta' ilma f'kunjett bil-qisien ta' 250-ml, u ġib sal-marka. Iffiltra jekk ikun meħtieġ.

Rimarka 1

Jekk il-kampjun għal analiżi jkun fih aktar minn 0 015 g tan-nitroġenu ammonijaku, hollu, f'bekk ta' 250-ml, f'50 ml ta' alkohol (4.1). Naqqas b'evaporazzjoni sa volum ta' madwar 25 ml. Għaddi kwantitattivament għal ġo kunjett bil-qisien ta' 250-ml. Ġib sal-marka bl-ilma. Iffiltra, jekk ikun meħtieġ, permezz ta' filtru skanalat xott għal ġo recipjent xott.

Rimarka 2

Tnehhija ta' l-opalexxenza; jekk ikun hemm xi kollojde jistgħu jinjalghu diffikultajiet waqt l-iffiltrar. Is-soluzzjoni maħsuba għal analiżi tkun f'każ bhala dak imhejjija kif ser jingħad: holl il-kampjun għal analiżi f'150 ml ilma, žid 2 ml ta' 1 N acidu idrokloriku, u ffiltra s-soluzzjoni b'żewġ filtri ċatti rqaq hafna għal ġo kunjett bil-qisien ta' 250-ml. Aħsel il-filtri bl-ilma u ġib sal-volum. Kompli bil-proċess skond il-metodu msemmi fi 7.3 "Determinazzjoni"

## 7.3. Determinazzjoni

Skond il-kontenut smat ta' bjuret, għaddi 25 jew 50 ml mis-soluzzjoni msemmija f'7.2 b'pipetta, qiegħed din il-kwantità f'kunjett bil-qisien ta' 100-ml u nnewtralizza, jekk ikun meħtieġ, b'reaġent 0.1 N (4.2 jew 4.3) skond kif mitlub, billi tuża metil aħmar bhala indikatur u žid, bl-istess eżattezza bhala dik użata meta kienet immarkata l-kurva *standardizzata*, 20 ml tas-soluzzjoni alkalina ta' tartrat tas-sodju tal-potassju (4.4) u 20 ml tas-soluzzjoni tar-ram (4.5). Ġib sa volum, hallat sewwa u halli toqghod għal 15-il minuta fi  $30 \pm 2 \pm C$ .

Imbagħad għamel il-qisien fotometriċi u qis il-kwantità ta' bjuret li tkun fl-urea.



## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Meta "C" huwa l-piż, f'milligrammi, ta' bjuret, aqra mill-graff ta' *standardizzazzjoni*, "V" il-volum ta' l-alikwot:

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

## 9. APPENDIĊI

'Jo' tkun id-densità tal-merżuq tar-raġġi monokromatiċi (ta' tul-tal-mewġ determinat) qabel ma jghaddu minn massa trasparenti, u 'J' tkun id-densità ta' dan il-merżuq wara li jkun għadda, allura:

$$\text{— fattur tat-trasmissjoni: } T = \frac{J}{J_0}$$

$$\text{— opacità: } O = \frac{J_0}{J}$$

$$\text{— densità ottika: } E = \log O$$

$$\text{— densità ottika għal kull silta ottika } k = \frac{E}{s}$$

$$\text{— ta' densità ottika speċifika } K = \frac{E}{c \times s}$$

meta:

s = ħxuna tas-saff f'centimetri.

c = konċentrazzjoni f'milligrammi kull litru.

k = fattur speċifiku għal kull sustanza fir-regola ta' Lambert-Beer.

## Metodu 2.6

## DETERMINAZZJONI TA' FOROM DIFFERENTI TAN-NITROĠENU FL-ISTESS KAMPJUN

## Metodu 2.6.1

## DETERMINAZZJONI TA' FOROM DIFFERENTI TA' NITROĠENU FL-ISTESS KAMPJUN FFERTILIZZANTI LI JKUN FIIHOM NITROĠENU BĦALA NITROĠENU NITRIKU, AMMONIJAKU, TA' L-UREA U SIJANAMID

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' kull forma tan-nitroġenu meta jkun hemm kull forma oħra.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Kull fertilizzant msemmi fid-Direttiva 76/116/KEE li jkun fih nitroġenu f'forom diversi.

## 3. PRINĊIPJU

## 3.1. Nitroġenu li jinħall u li ma jinħallx kollu

Skond il-lista ta' fertizzanti *standard* (L-Anness I tad-Direttiva 76/116/KEE), din id-determinazzjoni hija applikabbli għal prodotti li jkun fihom kalċju sijanamid.

- 3.1.1. Meta ma jkunx hemm nitrati, il-kampjun prova ikun mineralizzat b'digestjoni Kjeldahl diretta.
- 3.1.2. Meta jkun hemm nitrati, il-kampjun prova jkun mineralizzat b'digestjoni Kjeldahl wara riduzzjoni bl-ghajnuna ta' hadid metalliku u klorat tal-landa.
- Fiz-żewġ każi, l-ammonja tkun determinata skond il-Metodu 2.1.
- Nota
- Jekk analiżi turi li jkun hemm nitroġenu li ma jinhallx ta' aktar minn 0.5, wiehed jikkonkludi li l-fertilizzant ikollu fih forom oħra tan-nitroġenu insolubbli mhux maghduda fil-lista fid-Direttiva 76/116/KEE.
- 3.2. **Forom tan-nitroġenu li jinhallu**
- Dawn li ġejjin ikunu determinati permezz ta' alikwoti differenti mehuda mill-istess soluzzjoni tal-kampjun:
- 3.2.1. Nitroġenu li jinhall kollu:
- 3.2.1.1. meta ma jkunx hemm nitrati, b'digestjoni Kjeldahl diretta,
- 3.2.1.2. meta jkun hemm nitrati, b'digestjoni Kjeldahl fuq parti alikwot mehuda mis-soluzzjoni wara riduzzjoni skond Ulsch, billi l-ammonja tkun determinata fiz-żewġ każijiet, kif muri fil-Metodu 2.1;
- 3.2.2. Nitroġenu li jinhall kollu hlief għal nitroġenu nitrat b'digestjoni Kjeldahl wara li jitnehha b'mezz ta' acidu tan-nitroġenu nitrat b'sulfat li fih il-hadid, bl-ammonja jkun determinat kif muri fil-metodu 2.1;
- 3.2.3. nitroġenu nitrat b'differenza:
- 3.2.3.1. meta ma jkunx hemm kalċju sjanamid, bejn 3.2.1.2 u 3.2.2 jew bejn nitroġenu li jinhall kollu (3.2.1.2) u l-ghadd tan-nitroġenu ammonijaku u nitroġenu organiku ta' l-urea (3.2.4 + 3.2.5),
- 3.2.3.2. meta jkun hemm kalċju sjanamid, bejn 3.2.1.2 u 3.2.2 jew bejn 3.2.1.2 u l-ghadd ta' 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6;
- 3.2.4. nitroġenu ammonijaku:
- 3.2.4.1. biss meta jkun hemm nitroġenu ammonijaku u nitroġenu ammonijaku flimkien ma' nitrat, billi jkun applikat il-Metodu 1,
- 3.2.4.2. meta jkun hemm nitroġenu ta' l-urea u/jew nitroġenu sjanamid b'distillazzjoni kiesha wara li tkun maghmula ftit alkalina, bl-ammonja li tkun qed tinxtorob f'soluzzjoni *standard* ta' acidu sulfuriku u tkun determinata kif muri fil-metodu 2.1;
- 3.2.5. nitroġenu ta' l-urea:
- 3.2.5.1. b'konverzjoni, billi tintuza urease, f'ammonja li tkun iddożata b'soluzzjoni *standard* ta' acidu idrokloriku,
- jew
- 3.2.5.2. bi gravimetrija bi ksantidrol: il-bjuret ko-precipitat jista' jintghadd, bl-inqas żball, b'nitroġenu ta' l-urea, bil-kontenut tagħha jibqa' aktarx baxx f'valur assolut f'fertilizzanti komposti,
- jew

3.2.5.3. b'differenza skond it-tabella li ġejja:

Każ	Nitroġenu nitrat	Nitroġenu ammon-jakali	Nitroġenu sijanamid	Differenza
1	Assenti	Preżenti	Preżenti	(3.2.1.1) – (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Preżenti	Preżenti	Preżenti	(3.2.2) - (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Assenti	Preżenti	Assenti	(3.2.1.1) - (3.2.4.2)
4	Preżentu	Preżenti	Assenti	(3.2.2) - (3.2.4.2)

3.2.6. nitroġenu sijanamid, bi preċipitazzjoni bhala kompost ta' fidda, waqt li n-nitroġenu jkun ikkalkolat fil-preċipitat bil-metodu Kjeldahl.

#### 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

4.1. Sulfat tal-potassju għal analiżi.

4.2. Trab tal-hadid ridott bl-idroġenu (il-kwantità ndikata ta' hadid għandha tkun tista' tirriduci mill-inqas 50 mg tan-nitroġenu nitrat).

4.3. Tioċjanat tal-potassju għal analiżi.

4.4. Nitrat tal-potassju għal analiżi.

4.5. Sulfat ta' l-ammonja għal analiżi.

4.6. Urea għal analiżi.

4.7. Aċidu sulfuriku 1 miżjud: 1 bil-volum.

4.8. Soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku: 0.2 N.

4.9. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju konċentrat. Soluzzjoni bl-ilma ta' madwar 30 % (W/V) ta' NaOH, hielsa minn ammonja.

4.10. Soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju: 0.2 N, hielsa minn karbonati.

4.11. Soluzzjoni tal-klorat tal-landa.

Holl 120 g ta'  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  f'400 ml ta' aċidu idrokloriku konċentrat ( $d = 1.18$ ) u ġib sa litru wiehed bl-ilma. Is-soluzzjoni għandha tkun ċara għal kollox u mhejjija mill-ewwel qabel ma tintuza.

#### Nota

Huwa essenzjali li tara li l-qawwa li tirriduci tal-klorat tal-landa tkun sewwa: holl 0.5 g ta'  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  f'2 ml ta' aċidu idrokloriku konċentrat ( $d = 1.18$ ) u ġib sa litru wiehed bl-ilma. Imbagħad žid 5 g ta' melh Rochelle (tartrat tas-sodju tal-potassju), imbagħad kwantità bizzejjed ta' bicarbonat tas-sodju sabiex is-soluzzjoni tkun alkalina skond il-karta tat-tornasol.

Ildoża b'soluzzjoni ta' 0.1 N jodju flimkien ma' soluzzjoni ta' lamtu bhala indikatriċi.

Soluzzjoni ta' 1 ml ta' 0.1 N jodju taqbel ma' 0.01128 g ta'  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Għall-inqas 80 % tal-landa li jkun hemm fis-soluzzjoni hekk imhejjja għandha tkun fil-forma bivalenti. Għad-dożar għandha għalhekk tintuża mill-inqas 35 ml ta' soluzzjoni 0.1 N jodju.

- 4.12. Aċidu sulfuriku ( $d = 1.84$ ).
- 4.13. Aċidu idrokloriku miżjud: 1: 1 bil-volum.
- 4.14. Aċidu aċetiku: 96 sa 100 %.
- 4.15. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku li jkun fiha madwar 30 % ta'  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (W/V).
- 4.16. Sulfat tal-hadid: kristallin,  $\text{Fe SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .
- 4.17. Soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku: 0.1 N.
- 4.18. Alkohol oktil.
- 4.19. soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' karbonat tal-potassju.
- 4.20. Soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju: 0. 1 N (ħielsa minn karbonati).
- 4.21. Soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' idrossidu tal-barju.
- 4.22. Soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju: f'10 % (W/V).
- 4.23. Aċidu idrokloriku: 2 N.
- 4.24. Soluzzjoni *standard* ta' aċidu idrokloriku: 0.1 N.
- 4.25. Soluzzjoni ta' urease.

Issospendi 0.5 g ta' urease attiv f'100 ml ta' ilma distillat. Billi tuża aċidu idrokloriku 0.1 N (4.24), wassal il-pH sa 5.4, imkejjel b'arlogg pH.

- 4.26. Ksantidrol.

Soluzzjoni ta' 5 % f'alkoħol jew metanol (4.31) (tużax prodotti li jhallu proporzjon kbir ta' materjal li ma jinħallx). Is-soluzzjoni tista' tinzamm għal tliet xhur fi flixkun magħluq tajjeb b'tapp, lil hinn mid-dawl.

- 4.27. Ossidu tar-ram ( $\text{CuO}$ ): 0.3 sa 0.4 għal kull stima jew kwantità li tkun daqs dik ta' pentaidrat ta' sulfat tar-ram ta' 0.95 sa 1.25 kull stima.
- 4.28. Hbub ta' kontra l-hotba maħsula faċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.
- 4.29. Soluzzjonijiet indikaturi
- 4.29.1. Soluzzjoni ta' l-indikatur imħallat.

Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'soluzzjoni ta' 37 ml ta' idrossidu tas-sodju 0. 1N u ġib sa litru wiehed bl-ilma.

Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.

Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.

Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni ta' alkalin. Uża 0.5 ml (10 qatriet) ta' din is-soluzzjoni indikatriċi.

- 4.29.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil ahmar.
- Holl 0.1 g ta' metil ahmar f'50 ml ta' 95 % alkohol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun mehtieg. Dan l-indikatur (erba' sa hames qatriet) jista' jintuza minflok dak ta' qabel.
- 4.30. Karti indikaturi
- Tornasol, bromufenol blu (jew karti ohra sensitivi għal pH 6 to 8).
- 4.31. Alkoħol jew metanol: soluzzjoni 95 %
5. APPARAT
- 5.1. Apparat distillatur.
- Ara l-Metodu 2.1.
- 5.2. Apparat għall-istima tan-nitroġenu ammonijaku skond teknika analitika 7.2.5.3 (ara l-Figura 6).
- L-apparat huwa magħmul minn reċipjent b'forma speċjali b'għonq tal-ħgieg matt, b'għonq fil-ġenb, b'tubu li jgħaqqad b'bexxiexa u tubu wieqaf dritt sabiex tidhol l-arja. It-tubi jistgħu jitqabdu mar-reċipjent permezz ta' tapp tal-gomma komuni mtaqqab. Huwa importanti li t-trufijiet tat-tubi li minnhom tidhol l-arja jitqiegħdu f'forma tajba, minhabba li l-bżieqaq tal-gass għandhom jitqassmu eżatt fis-soluzzjonijiet kollha li jkunu fir-reċipjent u l-oġġett li jassorbixxi. L-ahjar arrangament huwa magħmul minn biċċiet żgħar forma ta' faqqiegh b'dijametru estern ta' 20 mm u sitt iftuħ ta' 1 mm madwar il-periferija.
- 5.3. Apparat għall-istima tan-nitroġenu ta' l-urea skond it-teknika urease (7.2.6.1).
- Dan huwa magħmul minn kunjett Erlenmeyer ta' 300 ml, b'lenbut ta' separazzjoni u oġġett żgħir li jassorbixxi.
- 5.4. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).
- 5.5. Arlogg pH.
- 5.6. Forn aġġustabbli.
- 5.7. Oġġetti tal-ħgieg:
- pipetti ta' 2, 5, 10, 20, 25, 50 u 100 ml,
  - kunjetti Kjeldahl b'għonq twil ta' 300 u 500 ml,
  - kunjetti bil-qisien ta' 100, 250, 500 u 1 000 ml.
  - griġjoli tal-ħgieg siliku, b'por dijametru ta' 5 sa 15,
  - mhrieža.
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1.

## 7. TEKNIKA ANALITIKA

## 7.1. Nitroġenu li jinħall u li ma jinħallx kollu

## 7.1.1. Meta ma jkunx hemm nitrati

## 7.1.1.1. Diġestjoni

Iżen, b'eżattezza sa 0.0001 g, kwantità tal-kampjun li jkun fih mhux iktar minn 100 mg tan-nitroġenu. Qiegħda f'kunjett ta' l-apparat distillatur (5.). Żid 10 sa 15 g ta' sulfat tal-potassju (4.1), il-katalista (4.27), u f'it h'ub ta' kontra l-hotba (4.28). Imbagħad żid 50 ml ta' aċidu sulfuriku miżjud (4.7), u hallat sewwa. L-ewwel saħħan bil-metodu waqt li thallat kultant, sakemm ir-raġħwa ma tibqax tifforma. Imbagħad saħħan sabiex il-likwidu jagħli regolarment u hallieha tagħli għal siegħa wara li s-soluzzjoni tkun iċċarat, waqt li tara li jehilx materjal organiku mal-ġnub tal-kunjett. Halli sakemm tiksah. Żid b'attenzjoni madwar 350 ml ta' ilma waqt it-tahlita. Ara li kemm jista' jkun kollox ikun inħall. Halli sakemm tiksah u qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur (5.1).

## 7.1.1.2. Distillazzjoni ta' l-ammonja

Għaddi b'pipetta ta' preċizzjoni, għal ġo r-riċipjent ta' l-apparat, 50 ml ta' soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku 0.2 N (4.8). Żid l-indikatur (4.29.1 or 4.29.2). Ara li l-ponta tal-kondensatur tkun għall-inqas 1 cm taht il-livell tas-soluzzjoni.

Waqt li tieħu l-prekawzjonijiet meħtieġa sabiex ma jkunx hemm telf ta' ammonja, żid b'attenzjoni fil-kunjett distillatur soluzzjoni konċentrata bizzjejjed ta' idrossidu tas-sodju (4.9) sabiex il-likwidu jsir alkalini qawwi (120 ml generalment huma bizzjejjed; ara jekk hux sewwa billi zzid f'it qtar ta' fenolftalin. Meta d-distillazzjoni tintemm għandu jkun ċar li s-soluzzjoni fil-kunjett baqgħet alkalina). Qiegħed is-shana tal-kunjett b'metodu li jiddistilla 150 ml f'nofs siegħa. Aghmel prova b'karta indikatriċi (4.30) li d-distillazzjoni tkun intemmet. Jekk ma tkunx, iddistilla 50 ml oħra u tenni l-prova sakemm id-distillat supplementari jirreaġixxi b'metodu newtrali għall-karta indikatriċi (4.30). Imbagħad nizzel ir-riċipjent, iddistilla f'it millilitri u laħlah il-ponta tal-kondensatur. Iddoża l-aċidu żejjed b'soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tal-potassju jew tas-sodju 0.2 N (4.10) sakemm l-indikatur jibdel il-kulur.

## 7.1.1.3. Test mingħajr il-kampjun

Aghmel prova mingħajr l-kampjun f'kondizzjonijiet identiċi u kkunsidrah meta tikkalkula r-rizultat finali.

## 7.1.1.4. Espressjoni tar-rizultat

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

meta:

a = ml tas-soluzzjoni *standard* ta' l-idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata mingħajr il-kampjun, magħmula permezz ta' pipetti għal ġo r-riċipjent ta' l-apparat (5.1), 50 ml ta' soluzzjoni *standard* ta' aċidu sulfuriku 0.2 N (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata għall-analizi

M = piż tal-kampjun prova, fi grammi.

## 7.1.2. Meta jkun hemm nitrati

## 7.1.2.1. Kampjun prova

Iżen, b'eżattezza sa 0.0001 g, kwantità tal-kampjun li jkun fih mhux aktar minn 40 mg tan-nitroġenu nitriku.

7.1.2.2. **Riduzzjoni tan-nitrat**

Hallat il-kampjun prova f'mehriez żgħir b'50 ml ilma. Ghaddi bl-inqas ammont ta' ilma distillat għal go kunjett Kjeldahl ta' 500-ml. Żid 5 g ta' hadid ridott (4.2) u 50 ml ta' soluzzjoni ta' klorat tal-landa (4.11). Ċekċek u halli toqghod għal nofs siegħa. Waqt tkun qed toqghod, erga' hawwad wara 10 u 20 minuta.

7.1.2.3. **Digestjoni Kjeldahl**

Żid 30 ml ta' acidu sulfuriku (4.12), 5 g ta' sulfat tal-potassju (4.1), u kwantità ndikata ta' katalista (4.27) u f'it h'ub ta' kontra l-hotba (4.28). Sahhan bil-metodu bil-kunjett f'it imġenneb. Żid is-shana bil-metodu u xxejkja s-soluzzjoni sikwit sabiex izzomm it-tahlita sospiza: il-lkwidu jiddallam u mbagħad jiċċara bil-formazzjoni ta' sospensjoni ta' sulfat tal-hadid anidru lewn isfar fl-ahdar. Imbagħad kompli saħhan għal siegħa wara li jkollok soluzzjoni ċara, u hallieha ttektek. Halli tiksah. B'attenzjoni qiegħed dak li jkun hemm fil-kunjett go f'it ilma u žid f'it f'it 100 ml ilma. Hallat u għaddi dak li jkun hemm fil-kunjett għal go kunjett bil-qisien ta' 500-ml. Gib il-volum bl-ilma. Hallat. Iffiltra b'filtru xott għal go reċipjent xott.

7.1.2.4. **Analizi tas-soluzzjoni**

Għaddi permezz ta' pipetta, għal go l-kunjett ta' l-apparat ta' distillazzjoni (5.1), alikwot li jkollu mhux aktar minn 100 mg tan-nitroġenu. Żid b'madwar 350 ml ilma distillat, žid f'it h'ub ta' kontra l-hotba (4.28), qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur u kompli l-istima kif muri f'7.1.1.2.

7.1.2.5. **Prova mingħajr l-kampjun**

Ara 7.1.1.3.

7.1.2.6. **Espressjoni tar-riżultat**

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

Meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata mingħajr l-kampjun, magħmula billi permezz ta' pipetti tghaddi għal go r-reċipjent ta' l-apparat (5.1) 50 ml ta' soluzzjoni *standard* ta' acidu sulfuriku 0.2 N (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda f'7.1.2.4.

7.2. **Forom tan-nitroġenu li jinħall**7.2.1. **Thejjija tas-soluzzjoni li għandha tkun analizzata**

Iżen, b'eżattezza sa 1 mg, 10 g tal-kampjun u qiegħdu f'kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

7.2.1.1. **Fil-każ ta' fertilizzanti li ma jkunx filhom nitroġenu sjanamid**

Żid il-kunjett b'50 ml ilma u mbagħad b'20 ml ta' acidu idrokloriku miżjud (4.13). Ċekċek u halli joqghod sakemm l-evoluzzjoni tad-dijossidu karboniku tieqaf. Imbagħad žid 400 ml ilma u xxejkja għal nofs siegħa bix-Ċekċieka ċirkulari (5.4). Gib għal volum bl-ilma, hallat u ffiltra b'filtru xott għal go reċipjent xott.

### 7.2.1.2. Fil-każ ta' fertilizzanti li jkun fihom nitroġenu sjanamid

Żid il-kunjett b'400 ml ta' ilma u ftit qtar ta' metil aħmar (4.29.2). Jekk ikun meħtieġ aghmel is-soluzzjoni aċiduża billi tuża aċidu aċetiku (4.14). Żid 15 ml aċidu aċetiku (4.14). Ċekċek fiċ-ċekċieka ċirkulari għal satghejn (5.4).. Jekk ikun meħtieġ, erga' aghmel is-soluzzjoni aċiduża matul l-operazzjoni, billi tuża aċidu aċetiku (4.14). Ġib sal-volum bl-ilma, hallat, iffiltra mill-ewwel minn filtru xott għal go reċipjent xott u aghmel istma mill-ewwel in-nitroġenu sjanamid.

Fiz-żewġ każijiet, istma d-diversi forum li jinhallu fl-istess jum li fih tkun saret is-soluzzjoni, billi tibda bin-nitroġenu sjanamid u nitroġenu ta' l-urea jekk ikunu hemm.

### 7.2.2. Nitroġenu li jinħall kollu

#### 7.2.2.1. Meta ma jkunx hemm nitrat

Għaddi b'pipetta għal go kunjett Kjeldahl ta' 300-ml alikwot tal-filtrat (7.2.1.1 or 7.2.1.2), li jkun fih mhux iktar minn 100 mg nitroġenu. Żid 15 ml ta' aċidu sulfuriku konċentrat (4.12), 0.4 g ta' ossidu tar-ram jew 1.25 g ta' sulfat tar-ram (4.27) u ftit hġub ta' kontra l-hotba (4.28). L-ewwel saħħan bil-metodu sabiex tibda' d-diġestjoni u mbagħad b'temperatura oghla sakemm il-likwidu ma jibqgħalux kulur jew isir f'it qisu aħdar u jibdew jidhru ċar dhahen bojod. Wara li tiksah, għaddi kwantitattivament is-soluzzjoni għal go-kunjett distillatur, zidha għal madwar 500 ml ilma, u zid f'it hġub ta' kontra l-hotba (4.28). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur (5.1) u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2.

#### 7.2.2.2. Meta jkun hemm nitrat

Għaddi b'pipetta ta' preċizjoni għal go Erlenmeyer ta' 500-ml alikwot tal-filtrat (7.2.1.1 jew 7.2.1.2) li ma jkunx fih aktar minn 40 mg tan-nitroġenu nitrat. F'dan l-istadju ta' l-analizi l-kwantità kollha tan-nitroġenu mhix importanti. Żid 10 ml ta' aċidu sulfuriku ta' 30 % (4.15), 5 g ta' hadid ridott (4.2), u għatti mill-ewwel l-Erlenmeyer bi hġieġa trasparenti. Saħħan bil-metodu sakemm ir-reazzjoni ssib il-livell tagħha imma mhux b'metodu qawwi. F'dan il-hin tibqax issaħħan u halli l-kunjett joqgħod għall-inqas tliet sigħat f'temperatura tal-post. Bl-ilma, għaddi kwantitattivament il-likwidu għal go kunjett bil-qisien ta' 250-ml, u halli barra l-hadid li ma jkunx inħall - ġib sal-marka bl-ilma. Hallat sewwa, u għaddi b'pipetta ta' preċizjoni għal go kunjett Kjeldahl ta' 300-ml alikwot li jkun fih mhux iktar minn 100 mg tan-nitroġenu. Żid 15 ml ta' aċidu sulfuriku konċentrat (4.12), 0.4 g ta' ossidu tar-ram jew 1.25 g ta' sulfat tar-ram (4.27) u f'it hġub ta' kontra l-hotba (4.28). L-ewwel saħħan bil-metodu sabiex tibda' d-diġestjoni u mbagħad b'temperatura oghla sakemm il-likwidu ma jibqgħalux kulur jew isir f'it hadrani u jibdew jidhru ċar dhahen bojod. Wara li tiksah, għaddi kwantitattivament is-soluzzjoni għal go-kunjett distillatur, zidha għal madwar 500 ml ilma, u zid f'it hġub ta' kontra l-hotba (4.28). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur (5.1) u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2.

#### 7.2.2.3. Mingħajr l-kampjun

Ara 7.1.1.3.

#### 7.2.2.4. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata mingħajr l-kampjun, u dan isir billi titqiegħed fir-reċipjent ta' l-apparat (5.1) soluzzjoni *standard* ta' 50 ml ta' aċidu sulfuriku 0.2 N (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda f'7.2.2.1 jew 7.2.2.2.



## 7.2.3. Nitroġenu li jinħall kollu bl-eċċezzjoni tan-nitroġenu nitrat

Għaddi b'pipetta ta' preċizjoni għal go kunjett Klejdahl ta' 300-ml l-kampjun alikwot tal-filtrat (7.2.1.1 jew 7.2.1.2) li ma jkunx fih aktar minn 50 mg tan-nitroġenu li jkun irid jiġi determinat. Żidu għal 100 ml bl-ilma, zid 5 g ta' sulfat tal-hadid (4.16), 20 ml ta' aċidu sulfuriku koncentrat (4.1) u f'it ħbub ta' kontra l-hotba (4.28). L-ewwel saħħan bil-metodu imbagħad saħħan iżjed sakemm jibdeu jidhru dhaħen bojod. Kompli bid-diġestjoni għal 15-il minuta. Tibqax issaħħan, daħħal l-ossidu tar-ram (4.27) bħala katalista u zommu f'temperatura li biha johorġu dhaħen bojod għal 10 sa 15-il minuta ohra. Wara li tiksah, għaddi kwantitattivament il-kontenut tal-kunjett Kjeldahl għal go l-kunjett distillatur ta' l-apparat (5.1). Żidu għal madwar 500 ml ilma u zid f'it ħbub ta' kontra l-hotba (4.28). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2.

## 7.2.3.1. Mingħajr il-kampjun

Ara 7.1.1.3.

## 7.2.3.2. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata mingħajr l-kampjun, li tkun saret billi fir-riċipjent ta' l-apparat (5.1) tkun tqieghdet soluzzjoni *standard* ta' 50 ml ta' aċidu sulfuriku 0.2 N (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot mehuda għall-istima.

## 7.2.4. Nitroġenu nitrat

## 7.2.4.1. Meta ma jkunx hemm kalċju sijanamid

Jinkiseb bid-differenza bejn ir-riżultati miksuba f'7.2.2.4 u 7.2.3.2 u/jew bir-riżultat miksub f'7.2.2.4 u l-għadd tar-riżultati miksuba f'(7.2.5.2 jew 7.2.5.5) u (7.2.6.3 jew 7.2.6.5 jew 7.2.6.6).

## 7.2.4.2. Meta jkun hemm kalċju sijanamid

Jinkiseb bid-differenza bejn ir-riżultati miksuba f'7.2.2.4 u 7.2.3.2 u bejn ir-riżultat miksub f'7.2.2.4 u l-għadd tar-riżultati miksuba f'(7.2.5.5), (7.2.6.3 jew 7.2.6.5 jew 7.2.6.6) u (7.2.7).

## 7.2.5. Nitroġenu ammonijaku

## 7.2.5.1. Biss meta jkun hemm nitroġenu ammonijaku u ammonijaku flimkien ma' nitrat

Għaddi permezz ta' pipetta ta' preċizjoni għal go kunjett ta' l-apparat ta' distillazzjoni (5.1), l-kampjun alikwot tal-filtrat (7.2.1.1) li jkollu mhux iktar minn 100 mg tan-nitroġenu ammonijaku. Żid l-ilma sabiex jinkiseb volum totali ta' madwar 350 ml u f'it ħbub ta' kontra l-hotba (4.28) sabiex jithaffef l-għali. Qabbad il-kunjett mal-apparat distillatur, zid soluzzjoni ta' 20 ml idrossidu tas-sodju (4.9) u ddistilla kif muri f'7.1.1.2.

## 7.2.5.2. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata minghajr l-kampjun, li tkun ittiehdet permezz ta' pipetta għal go r-recipient ta' l-apparat (5.1), 50 ml ta' soluzzjoni *standard* ta' acidu sulfuriku 0.2 N (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda għall-istima.

#### 7.2.5.3. Meta jkun hemm urea u/jew nitroġenu sijanamid

Għaddi permezz ta' pipetta ta' precizjoni għal gol-kunnett xott ta' l-apparat (5.2) il-kampjun alikwot tal-filtrat (7.2.1.1 jew 7.2.1.2) li jkollu mhux iktar minn 20 mg tan-nitroġenu ammonijaku. Imbagħad għaqquad l-apparat. Għaddi b'pipetta, għal go Erlenmeyer ta' 300-ml 50 ml tas-soluzzjoni *standard* ta' acidu sulfuriku 0.1 N (4.17) u bizzejjed ilma mgholli sabiex il-livell tal-likwidu jkun madwar 5 cm 'il fuq mill-fetha tat-tubu li jgħaddi minnu. Dahhal, mill-ghonq tal-gejb tal-kunnett tar-reazzjoni, ilma distillat sabiex iġġib il-volum għal madwar 50 ml. Hallat. Biex tevita li jkun hemm ragħwa waqt li tkun għaddejja l-arja, zid f'it qtar ta' alkohol oktil (4.18). Imbagħad aghmel is-soluzzjoni alkalina billi tuża 50 ml ta' soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' karbonat tal-potassju u ibda mill-ewwel sabiex tneħhi minnha l-ammonja hekk meħlusa mis-sospensjoni kiesha. Il-kurrent ta' arja meħtieġ għal dan il-ghan (fluss ta' madwar tlett litri kull minuta) jissaffa minn qabel billi jgħaddi minn kunjetti tal-ħasil li jkollhom acidu sulfuriku miżjud u idrossiku tas-sodju miżjud. Minflok ma tuża arja ppressata, ikun ukoll possibbli li taħdem f'vakwu (pompa ta' l-ilma) iżda li t-tubu li minnu jgħaddi l-kurrent jitqabbad tajjeb b'metodu li ma tgħaddix arja għal go-recipient użat sabiex tingabar l-ammonja. It-tneħhija ta' l-ammonja tintemm aktarx wara tliet sigħat. Madankollu ikun għaqli li tkun ċert minn dan billi tibdel il-kunnett riċevitur. Meta l-operazzjoni tintemm, ifred il-kunnett mill-apparat, laħlah il-ponta tat-tubu u l-ġnub tal-kunnett bi f'it ilma distillat. Iddoża l-acidu żejjed b'soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (4.20) sakemm l-indikatur isir griż (4.29.1).

#### 7.2.5.4. Prova minghajr il-kampjun

Ara 7.1.1.3.

#### 7.2.5.5. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.1 N, użata minghajr l-kampjun, magħmula billi tkun għet mghoddija b'pipetta għal go l-Erlenmeyer ta' 300-ml ta' l-apparat (5.2) tas-soluzzjoni *standard* ta' 50 ml ta' acidu sulfuriku 0.1 N (4.17),

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.1 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun fil-parti alikwot meħuda għall-analizi.

#### 7.2.6. nitroġenu ta' l-urea

##### 7.2.6.1. Metodu urease

Għaddi b'pipetta ta' precizjoni għal go kunnett bil-qisien ta' 500-ml alikwot ta' filtrat (7.2.1.1 jew 2.1.2) li jkun fih mhux aktar minn 250 mg tan-nitroġenu ta' l-urea. Biex tipprecipita l-fosfati zid f'it soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' idrossidu tal-barju (4.21) sakemm ma jkunx hemm aktar precipitazzjoni. Imbagħad neħhi l-joni tal-barju żejda (u kull jone tal-kalcju maħlula) permezz tas-soluzzjoni tal-karbonat tas-sodju ta' 10 % (4.22).

Halli toqghod u ara jekk kienx hemm preċipitazzjoni totali. Ġib sal-marka, hallat u ffiltra permezz ta' filtru bil-piegi. Ghaddi b'pipetta 50 ml tal-filtrat għal go Erlenmeyer ta' 300-ml ta' l-apparat (5.3). Aghmel il-filtrat aċiduż permezz ta' aċidu idrokloriku 2 N (4.23) sakemm tikseb pH ta' 3 imkejjel bil-pH arloġġ (5.5). Imbagħad għolli l-pH għal 5.4 permezz ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (4.20).

Biex tevita t-telf ta' ammonja matul dekomposizzjoni bl-urease, aghlaq l-Erlenmeyer b'tapp li jkollu lenbut ta' separazzjoni u nassa-buzzieqa żgħira li jkollha 2 ml eżatt ta' soluzzjoni *standard* ta' aċidu idrokloriku 0.1 N (4.24). Dahhal permezz tal-lenbut ta' separazzjoni soluzzjoni ta' 20 ml ta' urease (4.25), u halli toqghod għal siegħa f'20 sa 25 °C. Imbagħad għaddi b'pipetta 25 ml tas-soluzzjoni *standard* ta' aċidu idrokloriku 0.1 N (4.24) għal gol-lenbut ta' separazzjoni, halli sakemm tgħaddi minnu għal gos-soluzzjoni u mbagħad lahlah bi ftiit ilma. Bl-istess metodu għaddi kwantitattivament il-kontenut tar-riċipient protettiv għal gos-soluzzjoni li tkun fl-Erlenmeyer. Iddoża aċidu żejjed bis-soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (4.20), sakemm tikseb pH ta' 5.4, imkejjel bil-pH arloġġ.

#### 7.2.6.2. Prova minghajr il-kampjun

Ara 7.1.1.3.

#### 7.2.6.3. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.1 N, użata minghajr l-kampjun, li tkun saret eżatti fl-istess kondizzjonijiet bhall-analizi,

A = ml ta' soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.1 N, użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun fil-parti alikwot mehuda għall-analizi.

Rimarki

1. Wara preċipitazzjoni bis-soluzzjonijiet ta' l-idrossidu tal-barju u tal-karbonat tas-sodju, ġib sal-marka, iffiltra u nnewtralizza malajr kemm jista' jkun.
2. Il-prova tad-dożar tista' ssir ukoll bl-indikatur (4.29.2), iżda l-ponta tat-tarf tkun imbagħad iktar diffiċli sabiex tosservaha.

#### 7.2.6.4. Metodu gravimetriku bil-ksantidrol

Għaddi b'pipetta ta' preċizjoni għal go bekk ta' 250-ml, alikwot tal-filtrat (7.2.1.1 jew 7.2.1.2) li jkun fih mhux iktar minn 20 mg ta' urea. Żid 40 ml aċidu aċetiku (4.14). Hawwad b'virga tal-ħġieġ għal minuta, jekk ikun hemm xi preċipitat halli joqghod għal hames minuti. Iffiltra fuq sodda ċatta għal go bekk ta' 100-ml, ahsel b'xi millilitri ta' aċidu aċetiku (4.14), imbagħad żid qatra qatra l-filtrat b'10 ml ta' ksantidrol (4.26), waqt li thawwad il-hin kollu b'virga tal-ħġieġ. Halli toqghod sakemm il-preċipitat ikun deher, f'dak il-waqt erġa' hawwad għal minuta jew tnejn. Halli toqghod għal siegħa u nofs. Iffiltra permezz ta' filtru grigjoli tal-ħġieġ, li jkun ixxuttat minn qabel u ntizen, waqt li tagħfsu ftiit 'l isfel; ahsel għal tliet darbiet b'5 ml ta' alkohol (4.31) minghajr ma ttipprova tneħhi l-aċidu aċetiku kollu. Qieghda fil-form u żommha f'temperatura ta' 130 °C għal siegħa (taqbiż il-145 °C). Halli tiksah f'nixxiefa u iżinaha.

#### 7.2.6.5. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

$m_1$  = piż tal-precipitat miksub, fi grammi,

$M_2$  = piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda għall-istima.

Sewwa għal mingħajr il-kampjun Bjuret jista' jitkejjel, b'metodu ġenerali u mingħajr żbalji kbar, b'nitroġenu ta' l-urea, billi dak li minnu huwa magħmul jibqa' żgħir f'valur assolut ffertilizzanti komposti.

#### 7.2.6.6. Metodu b'differenza

Nitroġenu ta' l-urea jista' jkun ikkalkulat ukoll skond it-tabella li ġejja:

Każ	Nitrat N	Ammonjakal N	Sijanamid N	Unrea N
1	Assenti	Preżenti	Preżenti	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Preżenti	Preżenti	Preżenti	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Assenti	Preżenti	Assenti	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Preżenti	Preżenti	Assenti	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

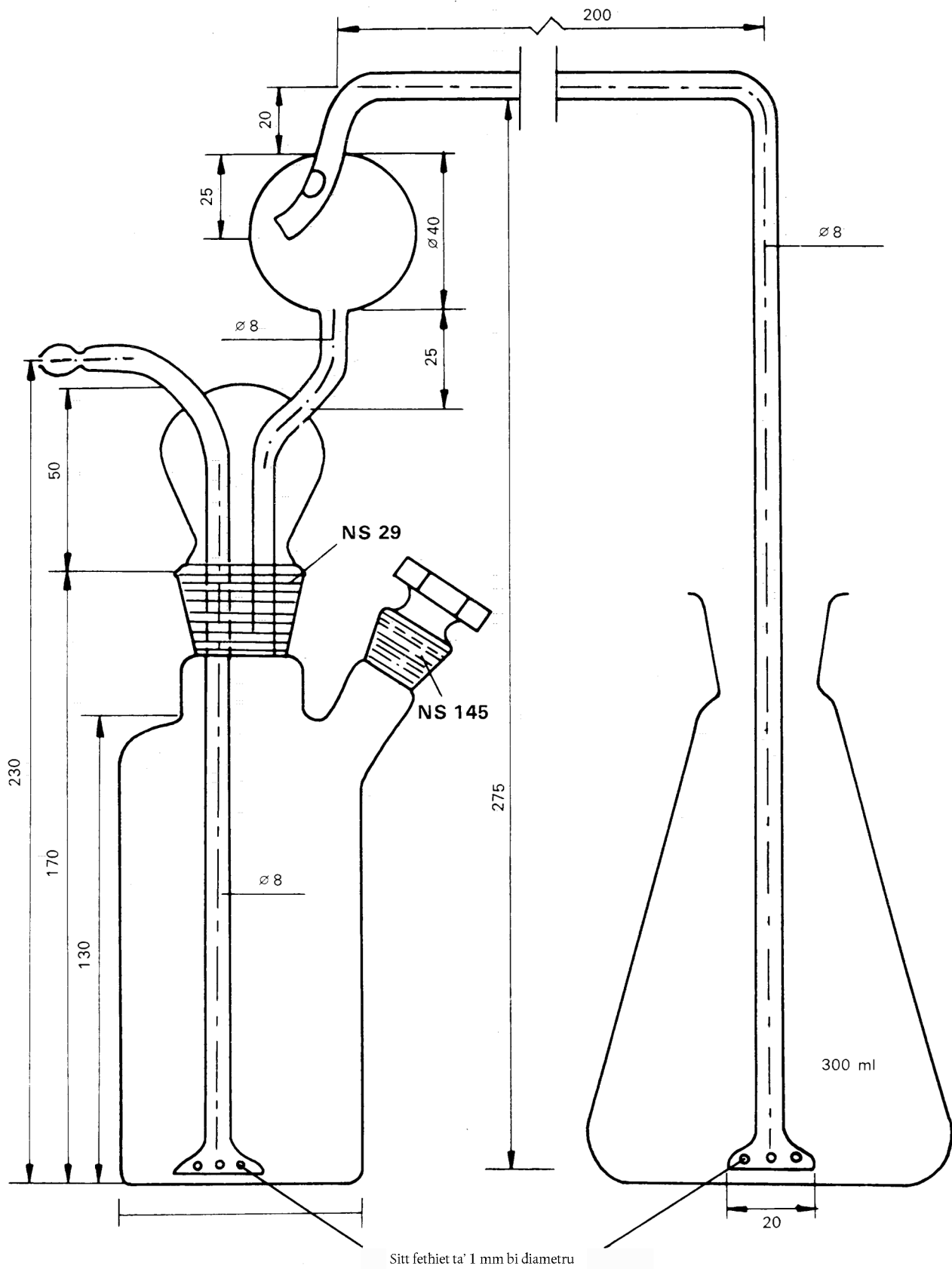
#### 7.2.7. Nitroġenu sijanamid

Hu parti alikwot wahda tal-filtrat (7.2.1.2), li jkun fiha 10 sa 30 mg tan-nitroġenu sijanamid u qiegħda f'bekk ta' 250-ml. Kompli l-analiżi skond il-Metodu 2.4.

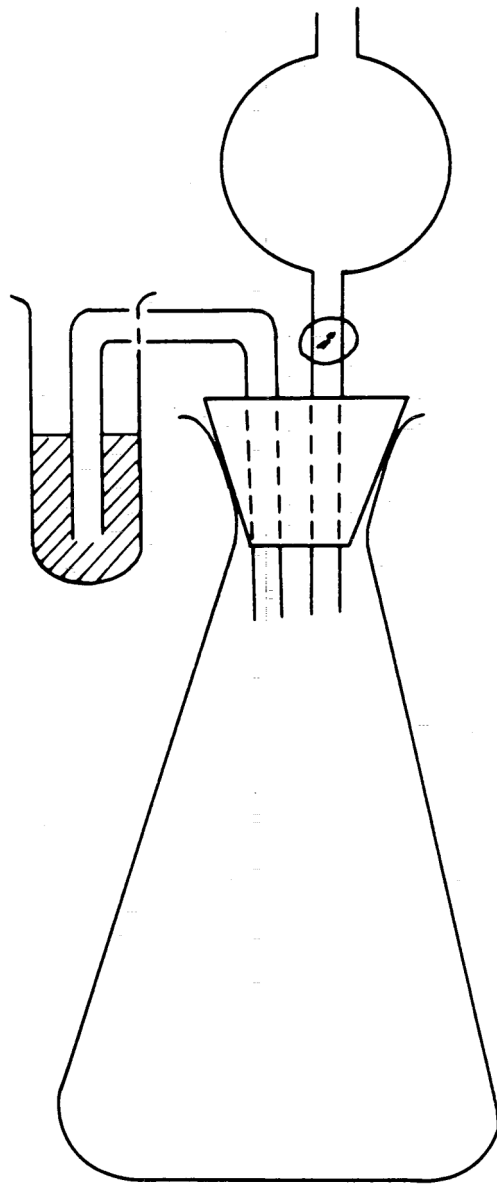
### 8. VERIFIKA TAR-RIŻULTATI

8.1. F'xi każijiet jista' jkun hemm differenza bejn in-nitroġenu totali miksub minn l-kampjun li jkun intizen (7.1) u nitroġenu li jinhall kollu (7.2.2). Madankollu, id-differenza m'għandhiex tkun iktar minn 0.5 %. Jekk dan ma jkunx il-każ, il-fertilizzant ikollu fih forom tan-nitroġenu li ma jinhallux li m'humiex fil-lista tad-Direttiva 76/116/KEE.

8.2. Qabel kull analiżi, ara li l-apparat ikun qed jahdem sewwa u li tkun qed tintuża l-applikazzjoni t-tajba tal-metodu, b'soluzzjoni *standard* magħduda l-forom diversi tan-nitroġenu fi proporzjonijiet bħal dawk tal-kampjun prova. Din is-soluzzjoni *standard* tithejja minn soluzzjonijiet *standard* ta' kubrit ċjanat tal-potassju (4.3), nitrat tal-potassju (4.4), sulfat ta' l-ammonja (4.5) u urea (4.6).



**Figura 6**  
**Apparat għall-estimi tan-nitroġenu ammonjakali**  
 (7.2.5.3)



*Figura 7*

Apparat għall-estimi ta' l-urea nitrika  
(7.2.6.1)

## Metodu 2.6.2

## DETERMINAZZJONI TA' FOROM DIFFERENTI TAN-NITROĠENU FFERTILIZZANTI LI JKUN FIHOM NITROĠENU BISS BĦALA NITRIKU AMMONIJAKU U NITROĠENU TA' L-UREA

## 1. SKOP

L-ghan ta' dan id-dokument huwa li juri metodu hafif għad-determinazzjoni ta' forom differenti ta' nitroġenu ffertilizzanti li jkollhom nitroġenu biss bħala nitriku ammonijaku u nitroġenu ta' l-urea.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Dan il-metodu jista' jintuza għal fertilizzanti kollha msemmija fid-Direttiva 76/116/KEE li jkollhom biss nitriku ammonijaku jew nitroġenu ta' l-urea.

## 3. PRINĊIPJU

Id-determinazzjonijiet li ġejjin huma magħmula fuq porzjonijiet differenti ta' soluzzjoni tal-kampjun wiehed:

## 3.1. nitroġenu li jinhall kollu

## 3.1.1. meta ma jkunx hemm nitrati, b'diġestjoni Kjeldahl diretta tas-soluzzjoni,

## 3.1.2. meta jkun hemm nitrati, b'diġestjoni Kjeldahl fuq porzjon tas-soluzzjoni wara riduzzjoni skond il-metodu Ulsch; ammonja tkun determinata fiż-żewġ każijiet kif muri fil-metodu 2.1;

## 3.2. nitroġenu li jinhall kollu hlief nitroġenu nitriku, b'diġestjoni Kjeldahl wara li jitnehħa nitroġenu nitriku f'mezz ta' aċidu b'sulfat tal-hadid; ammonja tkun determinata kif muri fil-metodu 2.1;

## 3.3. nitroġenu nitriku, bid-differenza bejn 3.1.2 u 3.2 jew bejn nitroġenu li jinhall kollu (3.1.2) u l-għad tan-nitroġenu ammonijaku u ta' l-urea (3.4 + 3.5);

## 3.4. nitroġenu ammonijaku, b'distillazzjoni kiesha wara ftit alkalinnazzazzjoni; l-ammonja tinkiseb f'soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku u determinata bħal fil-metodu 2.1;

## 3.5. nitroġenu ta' l-urea, jew:

3.5.1. bi trasformazzjoni, billi tintuza urease, f'ammonja li tkun determinata b'dożar ma' soluzzjoni *standard* ta' aċidu idrokloriku,

## 3.5.2. bi gravimetrija bl-użu ta' ksantidrol: bjuret ko-precipitat jista' jittiehed bl-inqas żball b'nitroġenu ta' l-urea; il-livell tagħha ssoltu huwa ta' valur assolut żgħir ffertilizzanti komposti,

## 3.5.3. b'differenza, skond it-tabella:

Każ	Nitroġenu nitrat	Nitroġenu amonjakali	Differenza
1	Assenti	Preżenti	(3.1.1) - (3.4)
2	Preżenti	Preżenti	(3.2) - (3.4)

4. REAGENTI
- Ilma distillat jew demineralizzat.
- 4.1. Sulfat tal-potassju għal analiżi.
- 4.2. Hadid għal analiżi, idroġenu ridott (l-ammont muri ta' hadid għandu jkun jista' jnaqqas għallinqas 50 mg N nitriku).
- 4.3. Nitrat tal-potassju għal analiżi.
- 4.4. Sulfat ta' l-ammonja għal analiżi.
- 4.5. Urea għal analiżi.
- 4.6. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku: 0.2 N.
- 4.7. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju konċentrata. madwar 30 % (W/V) soluzzjoni ta' ilma ta' NaOH, hielsa minn ammonja.
- 4.8. Soluzzjoni ta' sodju jew idrossidu tal-potassju: 0.2 N, hielsa minn karbonati.
- 4.9. Densità ta' aċidu sulfuriku ( $d_{20} = 1.84$ ).
- 4.10. Aċidu idrokloriku miżjud: 1: 1 b'volum.
- 4.11. Aċidu aċetiku: 96 sa 100 %.
- 4.12. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku li jkun fih madwar 30 %  $H_2SO_4$  (W/V), hielsa minn ammonja.
- 4.13. Sulfat tal-hadid: kristallin  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ .
- 4.14. Soluzzjoni ta' aċidu sulfuriku ddożata: 0.1 N.
- 4.15. Alkoħol oktil.
- 4.16. Soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' karbonat tal-potassju.
- 4.17. Soluzzjoni ta' sodju jew idrossidu tal-potassju: 0.1 N.
- 4.18. Soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' idrossiku tal-barju.
- 4.19. Soluzzjoni ta' karbonat tas-sodju: 10 % (W/V).
- 4.20. Aċidu idrokloriku: 2 N.
- 4.21. Soluzzjoni ta' aċidu idrokloriku: 0.1 N.
- 4.22. Soluzzjoni ta' urease.
- Aghmel sospensjoni ta' 0.5 g ta' urea attiva f'100 ml ta' ilma distillat, billi tuża 0.1 N aċidu idrokloriku (4.21), wassal il-pH għal 5.4, b'qisien magħmula b'arlogġ pH.
- 4.23. Ksantidrol.
- Soluzzjoni ta' 5 % f'alkoħol jew metanol (4.28) (tużax prodotti li jhallu proporzjon għoli ta' materjal li ma jinħallx); is-soluzzjoni tista' tinżamm fi flixxun magħluq sewwa b'tapp fid-dlam.



- 4.24. Katalista.
- Ossidu tar-ram (CoU): 0.3 sa 0.4 għal kull determinazzjoni jew ammont li jkun daqs dak ta' sulfat tar-ram  $5\text{H}_2\text{O}$  ta' determinazzjoni 0.95 sa 1.25 g.
- 4.25. Hbub tal-haffiefa maħsula b'aċidu idrokloriku u miġjuba f'kalċju.
- 4.26. Soluzzjonijiet indikaturi
- 4.26.1. Indikatur imħallat.
- Soluzzjoni A: Holl 1 g ta' metil aħmar f'37 ml ta' soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N u ġib sa litru wiehed bl-ilma.
- Soluzzjoni B: Holl 1 g ta' metilin blu fl-ilma u ġib sa litru wiehed.
- Hallat volum wiehed ta' A ma' żewġ volumi ta' B.
- Dan l-indikatur huwa vjola f'soluzzjoni ta' aċidu, griż f'soluzzjoni newtrali u aħdar f'soluzzjoni alkalina. Uża 0.5 ml (10 qatriet) ta' dan l-indikatur.
- 4.26.2. Soluzzjoni indikatriċi ta' metil aħmar.
- Holl 0.1 g ta' metil aħmar f'50 ml ta' 95 % alkohol. Ġib sa 100 ml bl-ilma u ffiltra jekk ikun meħtieġ. Minn erba' sa' hames qatriet ta' dan l-indikatur jistgħu jintużaw minflok dak ta' qabel.
- 4.27. Karti ndikaturi
- Tornasol, bromufenol blu (jew karti oħra sensitivi għal pH 6 sa 8).
- 4.28. Alkoħol jew metanol:95 % (W/V).
5. APPARAT
- 5.1. Apparatt distillatur.
- Ara l-Metodu 2.1.
- 5.2. Apparatt għal determinazzjoni tan-nitroġenu ammonijaku (7.5.1).
- Ara l-Metodu 2.6.1 u l-Figura 6.
- 5.3. Apparatt għal determinazzjoni tan-nitroġenu ta' l-urea bil-metodu urease (7.6.1).
- Ara Metodu 2.6.1 u Figura 7.
- 5.4. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).
- 5.5. Arloġġ pH.
- 5.6. Oġġetti tal-ħgieġ:
- pipetti ta' preċiżjoni ta' 2, 5, 10, 20, 25, 50 u 100 ml,
  - kunjetti Kjeldahl b'għonq twil ta' 300 u 500 ml,
  - kunjetti bil-qisien ta' 100, 250, 500 u 1 000 ml.
  - griġjoli tal-ħgieġ siliku, b'por dijametru, 5 sa 15  $\mu\text{m}$ ,
  - mehrież.
6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN
- Ara l-Metodu 1.

## 7. METODI

7.1. **Thejjija tas-soluzzjoni għal analiżi**

Iżen, b'eżattezza sa 1 mg, 10 g tal-kampjun u għaddieh għal kunjett bil-qisien ta' 500-ml. Żid 50 ml ilma u mbagħad 20 ml ta' aċidu idrokloriku miżjud (4.10). Ċekċek, Halli joqgħod sakemm xi CO<sub>2</sub> li jkun hierieg jieqaf. Żid 400 ml ilma; ekċek għal nofs siegħa; gib sal-volum bl-ilma, omoġenizza, iffiltra b'filtru xott għal go reċipjent xott.

7.2. **Nitroġenu kollu**7.2.1. *Jekk ma jkunx hemm nitrati*

Għaddi b'pipetta għal go kunjett Kjeldahl ta' 300-ml porzjon tal-filtrat (7.1), li jkollu mhux aktar minn 100 mg N. Żid 15 ml aċidu sulfuriku koncentrat (4.9), 0.4 ossidu tar-ram jew 1.25 g ta' sulfat tar-ram (4.24), u ftit žibeċ tal-ħġieg sabiex jikkontrollaw l-ghali. Sahħan b'metodu moderat għall-ewwel sabiex tibda r-reazzjoni, imbagħad iktar bil-qawwi sakemm il-likwidu jitlef il-kulur jew isir f'it hadrani u jibdeu jidhru ċar dhahen bojod. Wara li tiksah, għaddi s-soluzzjoni għal go kunjett distillatur, židha madwar 500 ml ilma, u žid f'it h'hub tal-ħaffiefa (4.25). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur (5.1) u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2, Metodu 2.6.1.

7.2.2. *Meta jkun hemm nitrati*

Għaddi b'pipetta għal go Erlenmeyer ta' 500-ml porzjon tal-filtrat (7.1) li jkollha fiha mhux iktar minn 40 mg ta' N nitriku. F'dan l-istadju ta' l-analiżi l-kwantità kollha ta' N mhix importanti. Żid 10 ml ta' 30 % aċidu sulfuriku (4.12), 5 g ta' ħadid ridott (4.2), u għatti mill-ewwel l-Erlenmeyer bi ħġieġa trasparenti. Sahħan bil-metodu sakemm ir-reazzjoni ssir qawwija imma mhux vjolenti. Tibqax issahħan u halli għal inqas tliet sigħat f'temperatura tal-post. Għaddi l-likwidu kwantitattivament għal go kunjett bil-qisien ta' 250-ml, mingħajr ma tagħti każ il-ħadid li ma jkunx inhall. Gib sal-marka bl-ilma. Omoġenizza b'attenzjoni. Għaddi b'pipetta porzjon li jkollha mhux aktar minn 100 mg N għal go kunjett Kjeldahl ta' 300-ml. Żid 15 ml ta' aċidu sulfuriku koncentrat (4.9), 0.4 g ta' ossidu tar-ram jew 1.25 g ta' sulfat tar-ram (4.24) u f'it žibeċ tal-ħġieg sabiex jikkontrolla l-ghali. Sahħan b'metodu moderat għall-ewwel sabiex tibda r-reazzjoni, imbagħad iktar bil-qawwi sakemm il-likwidu jitlef il-kulur jew isir f'it hadrani u jibdeu jidhru ċar dhahen bojod. Wara li tiksah, għaddi s-soluzzjoni kwantitattivament għal go l-kunjett distillatur, židha b'madwar 500 ml ilma, u žid f'it h'hub tal-ħaffiefa (4.25). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur (5.1) u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2, Metodu 2.6.1.

7.2.3. *Prova mingħajr l-kampjun*

Aghmel prova mingħajr l-kampjun fl-istess kondizzjonijiet, u uża r-riżultat meta tikkalkula r-riżultat finali.

7.2.4. *Espressjoni tar-riżultat*

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N (4.8), użata fil-prova mingħajr il-kampjun, magħmula billi jitqiegħdu 50 ml ta' soluzzjoni ddożata ta' 0.2 N aċidu sulfuriku fir-reċipjent ta' l-apparat (4.6),

A = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' 0.2 N idrossidu tas-sodju jew tal-potassju (4.8), użata għall-analiżi,

M = piż tal-kampjun prova, muri fi grammi, li jkun hemm fl-alikwot (7.2.1 jew 7.2.2).

### 7.3. Nitroġenu kollu bl-eskluzjoni tan-nitriku N

#### 7.3.1. Analizi

Għaddi b'pipetta għal go kunjett Kjeldahl ta' 300-ml alikwot ta' filtrat (7.1) li jkun fih mhux iktar minn 50 mg N sabiex tkun determinata Żidu għal 100 ml bl-ilma, žid 5 g ta' sulfat tal-ħadid (4.13), 20 ml ta' aċidu sulfuriku koncentrat (4.9) u ftit žibec tal-ħġieg sabiex jikkontrollaw l-għali. Sahħan b'metodu moderat għall-ewwel, imbagħad aktar bil-qawwi sakemm jibdeu jidhru dhahen bojod. Kompli r-reazzjoni għal 15-il minuta. Tibqax issahħan, dahħal 0.4 g ossidu tar-ram jew 1.25 g ta' sulfat tar-ram (4.24) bhala katalista. Erga' ibda saħħan u halli d-dhahen bojod jibqgħu għal 10 sa 15-il minuta. Wara li tiksah, għaddi l-kontnut tal-kunjett Kjeldahl kwantitattivament għal go l-kunjett distillatur (5.1). Żidu b'madwar 500 ml ilma u žid ftit ħbub tal-ħaffiefa (4.2). Qabbad il-kunjett ma' l-apparat distillatur u kompli d-determinazzjoni kif muri f'7.1.1.2, Metodu 2.6.1.

#### 7.3.2. Prova mingħajr l-kampjun

Ara 7.2.3.

#### 7.3.3. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N (4.8), użata fil-prova mingħajr l-kampjun, maġmula billi jkunu għaddew b'pipetta 50 ml ta' soluzzjoni ddożata ta' 0.2 N aċidu sulfuriku 0.2 N għal go r-riċipjent ta' l-apparat (4.8),

A = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.2 N (4.8) użata għall-analizi,

M = piż tal-kampjun prova, fi grammi, li jkun hemm fl-alikwot użat fid-determinazzjoni.

### 7.4. Nitroġenu nitriku

Jinkiseb bid-differenza bejn:

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3),$$

jew

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5),$$

jew

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.6).$$

### 7.5. Nitroġenu ammonijaku

#### 7.5.1. Analizi

Għaddi b'pipetta għal go l-kunjett ta' l-apparat (5.2) porzjon tal-filtrat (7.1) li jkun fih mhux aktar minn 20 mg ta' ammonijaku N. Qabbad l-apparat. Għaddi b'pipetta għal go l-Erlenmeyer ta' 300-ml 50 ml eżatti ta' soluzzjoni ddożata ta' aċidu sulfuriku 0.1 (4.14) u ammont ta' ilma distillat sabiex il-livell tal-likwidu ikun madwar 5 cm 'il fuq mill-ftuh tat-tubu riċevitur. Dahħal mill-għonq tal-kunjett tar-reazzjoni ilma distillat sabiex iġġib il-volum għal madwar 50 ml. Ċekċek. Biex tevita li ma ssirx ragħwa mad-dhul tal-kurrent tal-gass, žid għadd ta' qtar ta' alkolhol oktil (4.15). Žid 50 ml ta' soluzzjoni li jkun fiha l-iktar ammont ta' karbonat tal-potassju (4.16), u mill-ewwel ibda sabiex tneħhi l-ammonja li tkun ħarġet mis-sospensjoni kiesha. Il-kurrent qawwi ta' arja meħtieġ għal dan il-ghan (rata ta' kurrent ta' madwar tliet litri kull minuta) jissaffa minn qabel billi jkun mġhoddi minn kunjetti tal-ħasil li jkollhom aċidu sulfuriku miżjud u idrossiku tas-sodju miżjud. Minflok ma tintuża arja ppressata, jista' jintuża vakwu (pompa li tiġbed l-ilma) iżda li l-kuntatti bejn l-apparat ma tkunx tista' tidhol arja fihom.

It-tnehhija ta' l-ammonja tkun aktarx tlestiet wara tliet sigħat.

Izda jkun mixtieq li dan ikun zgurati billi jinbidel l-Erlenmeyer. Meta l-proċess jintemm, nehhi l-Erlenmeyer minn ma' l-apparat, laħlah it-tarf tat-tubu riċevitur u l-ġnub ta' l-Erlenmeyer bi ftiit ilma distillat, u ddoża l-aċidu żejjed b'soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (4.17).

#### 7.5.2. Prova mingħajr il-kampjun

Ara 7.2.3.

#### 7.5.3. Espressjoni tar-riżultat

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju 0.1 N (4.17), użata fil-prova mingħajr il-kampjun, magħmula billi jkunu għaddew b'pipetta għal ġol-Erlenmeyer ta' 300-ml ta' l-apparat (5.2) 50 ml ta' soluzzjoni ddożata ta' aċidu sulfuriku 0.1 N (4.14),

A = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju, użata għall-analiżi 0.1 N (4.17),

M = piż l-kampjun, fi grammi, li jkun fl-alikwot użat għall-analiżi.

### 7.6. Nitroġenu ta' l-urea

#### 7.6.1. Metodu ta' l-urease

Għaddi b'pipetta għal ġo kunjett bil-qisien ta' 500-ml porzjon ta' filtrat (7.1) li jkun fih mhux iktar minn 250 mg tan-nitroġenu ta' l-urea. Biex tippreċipita fosfati, zid kwantità bizzejjed ta' soluzzjoni li jkun fiha l-ikbar ammont ta' idrossidu tal-barju (4.18) sakemm iktar zieda ma ġieghelx li jkun hemm iktar preċipitat. Nehhi l-joni tal-barju żejda (u xi joni tal-kalċju li jkunu nħallu) permezz ta' soluzzjoni ta' 10 % ta' karbonat tas-sodju (4.19). Halli toqghod u ara jekk il-preċipitazzjoni saritx kollha. Gib sal-marka, omogenizza u ffiltra permezz ta' filtru mitwi. Pipetta 50 ml ta' filtrat ġo 300-ml Erlenmeyer ta' l-apparat (5.3). Aghmel aċiduz b'2 N aċidu idrokloriku (4.20) għal pH 3, imkejjel permezz ta' arloġġ pH. Għolli l-pH għal 5.4 permezz ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N (4.17). Biex tevita li tintilef l-ammonja meta jkun hemm idrolisi b'urease, aghlaq l-Erlenmeyer b'tapp imqabba ma' lenbut qattar u reċipjent żgħir protettiv li jkun jesa' eżatt soluzzjoni ta' 2 ml ta' aċidu idrokloriku 0.1 N (4.21). Permezz tal-lenbut qattar, dahhal soluzzjoni ta' 20 ml ta' urease (4.22). Halli għal siegħa f'20 sa 25 °C. Għaddi b'pipetta mis-soluzzjoni *standard* ta' aċidu idrokloriku 0.1 N (4.2) fil-lenbut iqattar, halli sakemm tithallat mas-soluzzjoni, imbagħad laħlah bi ftiit ilma. Għaddi wkoll kwantitattivament il-kontenut tar-reċipjent protettiv għal ġos-soluzzjoni li tkun fl-Erlenmeyer. Iddoża l-aċidu żejjed billi tuża s-soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N, sakemm jinkiseb pH ta' 5.4, imkejjel fuq il-arloġġ pH.

Rimarki

1. Wara l-preċipitazzjoni bis-soluzzjonijiet ta' l-idrossidu tal-barju u karbonat tas-sodju, gib sal-marka, iffiltra, u nnewtralizza malajr kemm jista' jkun.
2. Id-dożar jista' jkun eżaminat ukoll billi jintuża l-indikatur (4.26), għalkemm il-bdil tal-kulur ikun aktar diffiċli li jidher.

7.6.2. *Prova mingħajr l-kampjun*

Ara 7.2.3.

7.6.3. *Espressjoni tar-riżultat*

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

meta:

a = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju (4.17), użata fil-prova mingħajr l-kampjun, magħmula fl-istess kondizzjonijiet eżatti bhal ta' l-analiżi,

A = ml ta' soluzzjoni ddożata ta' idrossidu tas-sodju jew tal-potassju (4.17) użata għall-analiżi,

M = piż l-kampjun, fi grammi, li jkun fl-alikwot użat għall-analiżi.

7.6.4. *Metodu gravimetriku bil-ksantidrol*

Għaddi b'pipetta għal go bekk ta' 100-ml porzjon ta' filtrat (7.1) li jkun fiha mhux iktar minn 20 mg ta' urea. Żid 40 ml ta' acidu aċetiku (4.11). Hawwad b'virga tal-ħġieġ għal minuta. Halli xi precipitat joqgħod għal hames minuti. Iffiltra, aħsel bi ftit millilitri ta' acidu aċetiku (4.11). Żid 10 ml ta' ksantidrol mal-filtrat qatra (4.23), waqt li thawwad il-hin kollu b'virga tal-ħġieġ. Halli joqgħod sakemm il-precipitat ikun deher, f'dak il-waqt erġa' hawwad għal minuta jew tnejn. Halli għal siegħa u nofs. Iffiltra fuq griġol ta' filtrazzjoni tal-ħġieġ, li jkun ġie xxottat u ntiżen minn qabel, billi tnaqqas ftit il-prensa; aħsel għal tliet darbiet b'5 ml ta' alkohol (4.28), mingħajr ma ttipprova tneħhi l-acidu aċetiku kollu. Għaddi għal go l-forn u żomm f'130 °C għal siegħa (taqbiżx 145 °C). Halli sakemm tiksah f'nixxiefa u iżen.

7.6.5. *Espressjoni tar-riżultat*

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

meta:

m = piż ta' precipitat miksub, fi grammi,

M = piż tal-kampjun, fi grammi, li jkun hemm fl-alikwot użat fid-determinazzjoni.

Aghmel it-tiswijiet għal mingħajr l-kampjun. Bjuret jista' ġeneralment jittiehed ma' nitroġenu ta' l-urea mingħajr żball kbir, u l-livell tagħha jkun ta' valur assolut żgħir ffertilizzanti komposti.

7.6.6. *Metodu ta' differenza*

Urea N tista' wkoll tkun kalkulata kif muri fit-tabella li ġejja:

Każ	Nitriku N	Ammonjakali N	Urea N
1	Assenti	Preżenti	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Preżenti	Preżenti	(7.3.3) – (7.5.3)

## 8. VERIFIKA TAR-RIŻULTAT

Qabel kull analiżi, ara li l-apparat ikun qed jaħdem sewwa u li jkun hemm l-applikazzjoni t-tajba tal-metodi użati permezz ta' soluzzjoni *standard* li jkun fiha forom differenti tan-nitroġenu fi proporzjonijiet li jixbħu dawk użati fil-kampjun. Din is-soluzzjoni *standard* tithejja minn soluzzjonijiet iddożati ta' nitrat tal-potassju (4.3), sulfat ta' l-ammonja (4.4) u urea (4.5).

Metodu 3

## FOSFRU

Metodi 3.1

### ESTRAZZJONIJIET

Metodu 3.1.1

#### ESTRAZZJONI TA' FOSFRU LI JINHALL F'AĊIDI MINERALI

1. SKOP

Dan id-dokument juri l-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinhall faċidi minerali.

2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Japplika biss għal fertilizzanti tal-fosfat imsemmija fl-Anness I tad-Direttiva 76/116/KEE.

3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni tal-fosfru fil-fertilizzant b'tahlita ta' aċidu nitriku u aċidu sulfuriku.

4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

4.1. Aċidu sulfuriku ( $d_{20} = 1.84$ ).

4.2. Aċidu nitriku ( $d_{20} = 1.40$ ).

5. APPARAT

Apparat *standard* tal-laboratorju.

5.1. Kunjett Kjeldahl, li jkun jesa' mill-inqas 500 ml, jew kunjett b'qiegħ tond li jkun jesa' 250-ml, b'tubu tal-ħgiegħ li jiffirma kondensatur rifluss.

5.2. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

7. PROĊEDURA

7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 2,5 g tal-kampjun imhejji u qiegħdu f'kunjett Kjeldahl xott.

**7.2. Estrazzjoni**

Żid 15 ml ta' ilma u hawwad sabiex tissospendi s-sustanza. Żid 20 ml ta' aċidu nitriku (4.2) u żid sewwa 30 ml ta' aċidu sulfuriku (4.1).

Meta r-reazzjoni qawwija tal-bidu tieqaf, saħhan bil-metodu dak li jkun hemm fil-kunjett sakemm jaġhli u halli jaġhli għal 30 minuta. Halli sakemm jiksaħ u mbagħad b'attenzjoni żid mat-tahlita madwar 150 ml ilma. Kompli għalli għal 15-il minuta.

Kessah għal kollox u għaddi l-likwidu kwantitattivament għal go kunjett bil-qisien ta' 500-ml. Ġib sal-volum, hawwad u ffiltra permezz ta' filtru xott bil-piegi, hieles minn fosfati, waqt li twarrab l-ewwel porzjon tal-filtrat.

**7.3. Determinazzjoni**

Id-determinazzjoni tal-fosfru għandha ssir b'Metodu 3.2 fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba.

*Metodu 3.1.2*

*ESTRAZZJONI TAL-FOSFRU LI JINHALL FI 2 % TA' L-A-IDU FORMIKU 20 g kull litru)*

**1. SKOP**

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinhall fi 2 % aċidu formiku (20 g kull litru).

**2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI**

Fosfati naturali rotob biss.

**3. PRINĊIPJU**

Biex tagħżel bejn fosfati naturali iebsa u fosfati naturali rotob, fosfru li jinhall faċidu formiku jinhareg f'kondizzjonijiet speċifiċi.

**4. REAGENTI****4.1. Aċidu formiku, 2 % (20 g kull litru).**

Nota

Aghmel 82 ml ta' aċidu formiku (koncentrazzjoni 98 sa 100 %;  $d_{20} = 1.22$ ) sa hames litri b'ilma distillat.

**5. APPARAT**

Apparat *standard* tal-laboratorju.

**5.1. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml (e.g. Stohmann).****5.2. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).**

## 6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCEDURA

7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 5 g tal-kampjun imħejji u qiegħed f'kunjett Stohmann bil-isien ta' 500-ml xott b'għonq wiesa'.

7.2. **Estrazzjoni**

Waqt li ddawwar il-flixxun b'idejk il-hin kollu, żid l-aċidu formiku f'20 ± 1 °C (4.1) sakemm ikun madwar 1 cm taħt il-marka ta' gradwazzjoni u gib sal-volum. Aghalq il-flixxun b'tapp tal-gomma u xxejkja għal 30 minuta f'20 ± 2 °C b'Ċekċieka ċirkulari (5.2).

Iffiltra permezz ta' filtru xott bil-piegi s-soluzzjoni, ħielsa minn fosfati, għal go reċipjent xott tal-ħgieg. Warrab l-ewwel porzjon tal-filtrat.

7.3. **Determinazzjoni**

Iddetermina l-fosfru skond Metodu 3.2. f'parti alikwot tal-filtrat ċar għal kollox.

*Metodu 3.1.3**ESTRAZZJONI TA' FOSFRU LI JINHALL FI 2 % TA' AĊIDU ĊITRIKU FORMIKU (20 g kull litru)*

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinħall fi 2 % aċidu ċitriku (20 g kull litru).

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Applikabbli biss għal tipi ta' gagazza Basika (ara l-Anness I A tad-Direttiva).

## 3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni ta' fosfru minn fertilizzant b'soluzzjoni ta' 2 % aċidu ċitriku (20 g kull litru) f'ċerti f'kondizzjonijiet.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

4.1. Soluzzjoni ta' 2 % aċidu ċitriku (20 g kull litru) imħejjija minn aċidu ċitriku kristallizzat (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O).

Nota

Ivverifika l-konċentrazzjoni ta' din is-soluzzjoni ta' aċidu ċitriku billi tiddoża 10 ml tagħha b'soluzzjoni *standard* ta' idrossidu tas-sodju 0.1 N, billi tuża fenolftalin bhala indikatur.

Jekk is-soluzzjoni tkun tajba għandhom jintużaw 28.55 ml tas-soluzzjoni *standard*.



5. APPARAT
- 5.1. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).
6. THEJJJA TAL-KAMPJUN
- L-analiżi ssir fuq il-prodott kif miġjub wara li l-kampjun oriġinali jkun thawwad sewwa sabiex ikun assigurat li jkun omoġenju. Ara l-Metodu 1.
7. PROCĊEDURA
- 7.1. **Kampjun**
- Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 5 g tal-kampjun imhejji u qiegħed f'kunjett xott b'għonq wiesa' bizzejjed, li jkun jesa 600 ml, waqt li thalli li l-likwidu jkun imċekċek sewwa.
- 7.2. **Estrazzjoni**
- Żid  $500 \pm 1$  ml tas-soluzzjoni ta' aċidu ċitriku f  $20 \pm 1$  °C Meta zzid l-ewwel millilitri tar-reagent Ċekċek bil-qawwi bl-idejn sabiex iżżomm milli jkun hemm għoqod u sabiex is-sustanza ma tehelx mal-ġnub. Aghlaq il-kunjett b'tapp tal-gomma u xxejkja fiċ-Ċekċieka ċirkulari (5.1) għal 30 minuta preċiżi f'temperatura ta'  $20 \pm 2$  °C.
- Iffiltra mill-ewwel permezz ta' filtru bil-piegi xott, hielsa minn fosfati, għal ġo reċipjent tal-ħġieġ xott u warrab l-ewwel 20 ml tal-filtrat. Kompli ffiltra sakemm ikollok kwantità bizzejjed ta' filtrat għad-determinazzjoni tal-fosfru.
- 7.3. **Determinazzjoni**
- Id-determinazzjoni ta' l-estratt tal-fosfru għandu jsir b'Metodu 3.2 fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba.
- Metodu 3.1.4*
- ESTRAZZJONI TA' FOSFRU LI JINHALL F'ĊITRAT TA' AMMONJU NEWTRALI**
1. SKOP
- Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinhall f'ċitrat ta' l-ammonju newtrali.
2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI
- Il-fertilizzanti kollha li dwarhom jingħad li jinhallu f'ċitrat ta' l-ammonju newtrali (ara l-Anness I tad-Direttiva 76/116/KEE).
3. PRINĊIPJU
- Estrazzjoni ta' fosfru f'temperatura ta' 65 °C billi tuża soluzzjoni ta' ċitrat ta' l-ammonju newtrali (pH 7) taħt kondizzjonijiet speċifiċi.
4. REAGENTI
- Ilma distillat jew demineralizzat.
- 4.1. Soluzzjoni ta' ċitrat ta' l-ammonju newtrali (pH 7).
- Din is-soluzzjoni għandu jkollha għal kull litru 185 g ta' aċidu ċitriku kristallin u għandu jkollha gravità speċifika ta' 1.09 f'20 °C u pH ta' 7.

Ir-reagent jithejja kif ser jinghad:

Holl 370 g ta' acidu citriku kristallin ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) f'madwar 1.5 litri ta' ilma u aghmel soluzzjoni bejn wiehed u iehor newtrali billi zzid 345 ml ta' soluzzjoni ta' idrossidu ammonijaku (28 to 29 % of  $NH_3$ ). Jekk il-koncentrazzjoni  $NH_3$  tkun inqas minn 28 % zid kwantita akbar li tkun taqbel ta' soluzzjoni ta' idrossidu ammonijaku u zid l-acidu citriku fi kwantitajiet izghar li jkunu jaqblu ta' ilma.

Kessah u newtralizza ezatt billi zzomm l-elettrodi ta' pH arlogg mgharraq fis-soluzzjoni. Zid l-ammonja, fi 28 sa 29 % ta'  $NH_3$ , qatra qatra, billi thawwad il-hin kollu (b'oggett mekkaniku) sakemm jinkiseb ezatt pH ta' 7 f'temperatura ta' 20 °C. F'dan il-waqt gib il-volum ghal zewg litri u erga' ghamel prova tal-pH. Zomm ir-reagent f'recipjent maghluq u ara li l-pH ikun sewwa f'hinijiet regolari.

## 5. APPARAT

5.1. Bekk ta' zewg litri.

5.2. Arlogg pH.

5.3. Kunjett Erlenmeyer ta 200 jew 250-ml.

5.4. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml u kunjett bil-qisien ta' 2 000-ml.

5.5. Banjumarija li jista' jitqiegħed termostatikament f'65 °C, li jkollu tagħmir adattat sabiex ihawwad (ara Figura 8).

## 6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCEDURA

### 7.1. Kampjun

Għaddi 1 jew 3 g tal-fertilizzant li jkun ser jiġi analizzat (ara l-Anness I A u B tad-Direttiva) għal go kunjett Erlenmeyer ta' 200 jew 250-ml li jkollu soluzzjoni ta' 100 ml ta' citrat ta' l-ammonju imsahhna mill qabel għal 65 °C.

### 7.2. Analizi tas-soluzzjoni

Aghlaq il-kunjett Erlenmeyer b'tapp u xxejkja sabiex tissospendi l-fertilizzant mingħajr ma jkun hemm għoqod. Nehhi t-tapp għal waqt wiehed sabiex tibbilanċja l-pessjoni u erga' aghlaq il-kunjett Erlenmeyer. Qiegħed il-kunjett f'banjumarija magħmul sabiex iżomm il-kontenut tal-kunjett ezatt f'65 °C u qabdu mat-tagħmir li jhawwad (ara Figura 8). Waqt it-tahwid, il-livell tas-sospensjoni fil-kunjett għandha tkun dejjem taht il-livell ta' l-ilma tal-banjumarija (\*). It-tahwid mekkaniku għandu jkun regolat sabiex tkun assigurata sospensjoni kompluta.

Wara li tkun hawwad għal siegħa, nehhi l-kunjett Erlenmeyer mill-ilma tal-banjumarija.

Kessah mill-ewwel taht ilma hiereg għal temperatura tal-post u, mill-ewwel, għaddi kwantitattivament il-kontenut mill-kunjett Erlenmeyer għal go kunjett bil-qisien ta' 500-ml permezz ta' ilma ppressat (f'likkun tal-hasil). Gib sal-volum b'ilma. Hallat sewwa. Iffiltra permezz ta' filtru xott bil-piegi (velocita medja hielsa minn fosfat) għal go recipjent xott, waqt li twarrab l-ewwel parti tal-filtrat (madwar 50 ml).

Madwar 100 ml tal-filtrat car għandu mbagħad jingabar.

### 7.3. Determinazzjoni

Iddetermina l-fosfru ta' l-estratt hekk miksub skond il-Metodu 3.2.

(\*) Jekk ma jkunx hemm tagħmir li jhawwad, il-kunjett jista' jkun imčekček bl-idejn kull hames minuti.

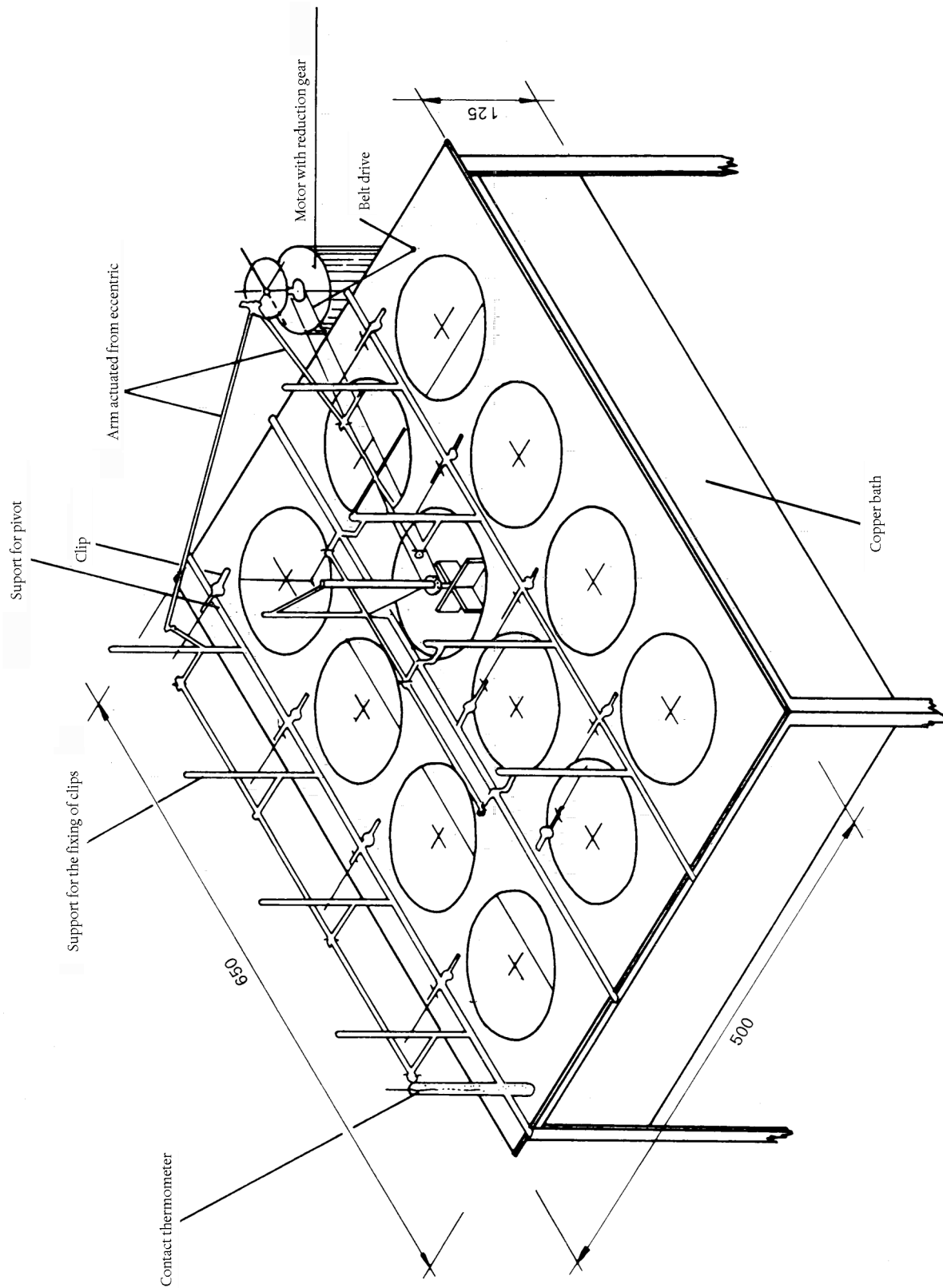


Figura 8

## Metodi 3.1.5

## ESTRAZZJONI B'ĊITRAT TA' L-AMMONJU ALKALIN

## Metodu 3.1.5.1

## Estrazzjoni ta' fosfru li jinħall skond Petermann f'65 °C

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinħall f'ċitrat ta' l-ammonju alkalin.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Għal fosfat tad-dikalċju diidrat preċipitat biss( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

## 3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni ta' fosfru f'temperatura ta' 65 °C b'soluzzjoni ta' alkalin ta' ċitrat ta' l-ammonju (Petermann) taht kondizzjonijiet speċifiċi.

## 4. REAĠENTI

Ilma distillat jew ilma demineralizzat li jkollu l-istess karatteristiċi bħall-ilma distillat.

## 4.1. Soluzzjoni ta' Petermann.

## 4.2. Karatteristiċi

Aċidu ċitriku ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ): 173 g kull litru,

Ammonja: 42 g kull litru tan-nitroġenu ammonijaku,

pH bejn 9.4 u.7.

Thejjija minn ċitrat diammonijaku

Holl 931 g taċ-ċitrat tad-diammonju (piż molekurali 226.19) fi madwar 3 500 ml ta' l-ilma, f'garafina normali ta' hames litri. Poġġi f'banju bl-ilma ġieri, hawwad u berred u žid miegħu ammonti žgħar ta' ammonja. Per eżempju għal  $d_4^{20} = 0.906$  li jikkorrispondi għall-livell ta' 20.81 % bil-piż tan-nitroġenu ammonjakali, huwa meħtieġ li jsir użu minn 502 ml tas-soluzzjoni ta' l-ammonja. Agġusta t-temperatura għal 20 °C, u wassal għall-volum bl-ilma distillat. Hawwad.

Thejjija minn aċidu ċitriku u ammonja

Dewweb 865 g tal-monoidrat ta' l-aċidu ċitriku f'madwar 2 500 ml ta' l-ilma distillat f'kontenitur b'kapacità ta' madwar hames litri. Poġġi l-kontenitur f'banju tas-silġ, u žid ammonti žgħar, iċċekċek kontinwament, is-soluzzjoni ta' l-ammonja bl-użu ta' lembut, li l-ponta tiegħu tkun imdahhla fis-soluzzjoni ta' l-aċidu ċitriku. Per eżempju  $d_4^{20} = 0.906$  li jikkorrispondi għall-livell ta' 20.81 % bil-piż tan-nitroġenu amonjakali, huwa meħtieġ li żżid 1 114 ml tas-soluzzjoni ta' l-ammonja. Agġusta t-temperatura għal 20 °C, trasferixxi lejn garafina normali ta' hames litri, u wassal sal-marka b'ilma distillat u hawwad.

Ivverifika l-kontenut tan-nitroġenu ammonijaku kif ġej:

Għaddi 25 ml tas-soluzzjoni għal ġo kunjett *standard* ta' 250-ml u ġib sal-volum b'ilma distillat. Hallat. Iddetermina l-kontenut tan-nitroġenu ammonijaku fuq 25 ml ta' din is-soluzzjoni billi timxi fuq il-Metodu 2.1. Jekk is-soluzzjoni tkun tajba, wiehed għandu juża 15 ml ta' 0.5 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Jekk il-qawwa tan-nitroġenu ammonijaku tkun ikbar minn 42 g kull litru, NH<sub>3</sub> jista' jitneħħa 'l barra b'kurrent ta' gass inerti jew billi ssaħħan b'metodu moderat sabiex jingieb lura il-pH għal 9.7. Aghmel it-tieni determinazzjoni.

Jekk il-qawwa tan-nitroġenu ammonijaku tkun inqas minn 42 g kull litru, ikun meħtieġ li jiżzied użin tas-soluzzjoni ta' l-ammonju:

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

$$\text{Jew volum } V = \frac{M}{0,906} \text{ f}20^{\circ}\text{C.}$$

Jekk V ikun inqas minn 25 ml, zidu direttament għal go l-fkunjett tal-hames litri b'użin ta' V x 0 173 g ta' trab ta' aċidu ċitriku.

Jekk V ikun ikbar minn 25 ml, ikun aħjar li tagħmel litru ġdid ta' reagent bil-metodu kif ser jinghad.

Iżen 173 g ta' aċidu ċitriku. Hollu f'500 ml ilma.U, waqt li tiehu l-prekawzjonijiet indikati, żid soluzzjoni ta' mhux iktar minn 225 + V x 1 206 ml ta' ammonia li kienet użata sabiex thejji l-hames litri ta' reagent. Gib sal-volum b'ilma. Hallat.

Hallat dan il-litru ma' l-4 975 ml imħejjija qabel.

## 5. APPARAT

5.1. Banjumarija li jista' jinżamm f'temperatura ta' 65 ± 1 °C.

5.2. Lunjett bil-qisien ta' 500-ml (e.g. Stohmann).

## 6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCĊEDURA

### 7.1. Kampjun

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 1 g tal-kampjun imħejji u għaddi għal go l-kunjett bil-qisien ta' 500-ml (5.2).

### 7.2. Estrazzjoni

Żid 200 ml tas-soluzzjoni ta' ċitrat ta' l-ammonju ta' l-alkalin (4.1). Aghlaq il-kunjett b'tapp u xxejkja bil-qawwi bl-idejn sabiex tevita li jkun hemm għoqod u sabiex tevita li xi sustanzi jehlu mal-ġnub.

Qiegħed il-kunjett fil-banjumarija ta' 65 °C u xxejkja kull hames minuti matul l-ewwel nofs siegħa. Wara kull xxejkjatura, għolli t-tapp sabiex il-pessjoni tkun ekwilibrata. Il-livell ta' l-ilma fil-banjumarija għandu jkun 'il fuq mill-livell ta' soluzzjoni fil-flixxun. Halli l-kunjett fil-banjumarija għal siegħa oħra f'65 °C u xxejkja kull 10 minuti. Neħhi l-kunjett, kessaħ f'temperatura ta' madwar 20 °C, gib sa volum ta' 500 ml bl-ilma. Hallat u filtra permezz ta' filtru skanalat tal-karta xott, hieles minn fosfati, waqt li tneħhi l-ewwel porzjon tal-filtrat.

### 7.3. Determinazzjoni

Id-determinazzjoni tal-fosfru estratt għandha ssir b'Metodu 3.2 fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba.

## Metodu 3.1.5.2

**Estrazzjoni ta' fosfru li jinħall skond Petermann f'temperatura ambjentali**

1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinħall f'ċitrat ta' ammonju alkalini kiesah.
2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Fosfati disintegrati biss.
3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni ta' fosfru f'temperatura ta' madwar 20 °C b'soluzzjoni ta' alkalini ta' ċitrat ta' l-ammonju (soluzzjoni Petermann) f'kondizzjonijiet speċifiċi.
4. REAGENT

Ara l-Metodu 3.1.5.1.
5. APPARAT
  - 5.1. Apparat *standard* tal-laboratorju, u kunjett bil-qisien ta' 250-ml (e.g. Stohmann).
  - 5.2. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).
6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.
7. PROĊEDURA
  - 7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 2.5 g tal-kampjun imhejji u qiegħdu f'kunjett bil-qisien ta' 250-ml (5.1).
  - 7.2. **Estrazzjoni**

Żid ftit mis-soluzzjoni Petermann f'20 °C, Ċekċiek bil-qawwi sabiex ma jkunx hemm għoqod u sabiex tevita li xi sustanzi jehlu mal-ġnub tal-kunjett. Ġib sal-marka tal-qisien b'soluzzjoni Petermann u aghlaq il-flixxun b'tapp tal-gomma.

Ċekċiek għal saġhtejn b'Ċekċieka ċirkulari (5.2). Iffiltra mill-ewwel permezz ta' filtru bil-piegi xott, hieles minn fosfati, għal go reċipjent xott u nehhi l-ewwel porzjon tal-filtrat.
  - 7.3. **Determinazzjoni**

Id-determinazzjoni tal-fosfru għandu jsir b'Metodu 3.2 fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba.

## Metodu 3.1.5.3

**Estrazzjoni tal-fosfru li jinħall f'ċitrat ta' l-ammonju alkalin Joulie.**

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinħall f'ċitrat ta' ammonju alkalin Joulie.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Il-fertilizzanti kollha sempliċi u komposti, li fihom il-fosfat ikun f'forma ta' aluminju-kalkċiku.

## 3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni billi ċekċek bil-qawwa b'soluzzjoni alkalina ta' ċitrat ta' l-ammonijaku ta' qisien definiti (u meta ikun xieraq meta jkun hemm ossidu) f'madwar 20 °C.

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

## 4.1. Soluzzjoni alkalina Joulie ta' ċitrat ta' l-ammonju.

Din is-soluzzjoni għandha 400 g ta' acċidu ċitriku u 153 g ta' NH<sub>3</sub> għal kull litru. Il-kontenut ta' għal hieles minn ammonja huwa ta' madwar 55 g kull litru. Tista' tithejja b'wiehed mill-metodi murija hawn taht.

4.1.1. Fkunjett bil-qisien ta' litru, holl 400 g ta' acċidu ċitriku (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O) f'madwar 600 ml ta' ammonja (d<sub>20</sub> = 0.925, i.e. 200 g of NH<sub>3</sub> kull litru). L-acċidu ċitriku jiżżied wara fi kwantitajiet ta' 50 sa 80 g waqt li t-temperatura tinzamm taht 50 °C. Ġib il-volum għal litru wiehed bl-ammonja.4.1.2. Fkunjett bil-qisien ta' litru wiehed, holl 432 g ta' ċitrat ta' l-ammonja dibasiku (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) fi 300 ml ilma. Żid 440 ml ta' ammonja (d<sub>20</sub> = 0.925). Ġib il-volum għal litru wiehed bl-ammonja.

## Nota

Verifika tal-kontenut totali ta' l-ammonja.

Hu l-kampjun ta' 10-ml ta' soluzzjoni ta' ċitrat u qiegħdu f'kunjett ta' 250-ml. Ġib sal-volum b'ilma distillat. Iddetermina l-kontenut tan-nitroġenu ammonijaku fuq 25 ml ta' din is-soluzzjoni skond il-Metodu 2.1.

1 ml ta' H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 N = 0.008516 g ta' NH<sub>3</sub>

F'dawn il-kondizzjonijiet, ir-reagent jitqies li hu tajjeb meta l-għadd ta' millilitri li jkun hemm meta jsir id-dożar ikun bejn 17.7 u 18 ml.

Jekk dan ma jsehhx żid 4.25 ml ta' ammonja (d<sub>20</sub> = 0.925) kull 0.1 ml taht 18 ml imsemmija hawn fuq.

## 4.2. Trab ta' linja 8-idrossikwina (ossinu)

## 5. APPARAT

5.1. Apparat *standard* tal-laboratorju u mehrież jew porcellana bil-lida.

5.2. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

5.3. Flixxun gradwat ta' 1 000-ml.

5.4. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).

## 6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCĊEDURA

7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-egreb 0.0005 g, 1 g tal-kampjun imhejji u qiegħed f'mehrież żgħir. Żid madwar 10 qatriet taċ-ċitrat (4.1) sabiex isir niedi u farrku b'attenzjoni kbira bil-lida.

7.2. **Estrazzjoni**

Żid 20 ml ta' ċitrat ta' l-ammonju (4.1) u hallat sakemm isir pasta, halli joqgħod għal madwar minuta.

Ferra' l-likwidu għal ġo l-kunjett bil-qisien ta' 500-ml, waqt tgħarbel minhabba frak li setgħu baqgħu matul id-disintegrazzjoni niedja ta' qabel. Żid 29 ml ta' soluzzjoni ta' ċitrat (4.1) ma' dak li jkun baqa', ithan kif imsemmi hawn fuq u ferra' għal ġo l-kunjett bil-qisien. Tenni l-proċess għal erba' darbiet, sabiex fi tmieni il-hames darba il-prodott kollu ikun jista' jifferra' għal ġo l-kunjett. Il-kwantità kollha taċ-ċitrat użat għal dawn il-proċessi għandu jkun madwar 100 ml.

Laħlah il-lida u l-mehrież 'il fuq mill-kunjett bil-qisien b'40 ml ta' ilma distillat.

Il-kunjett magħluq b'tapp jiġi xxejkjat għal tliet sigħat fix- Ċekċieka ċirkulari (5.4).

Halli l-flixxun joqgħod għal 15 sa 16-il siegħa, erga' xxejkja taht l-istess kondizzjonijiet għal tlett siegħat. It-temperatura waqt il-proċess kollu tinżamm f'20 ± 2 °C.

Ġib sal-marka tal-qisien b'ilma distillat. Iffiltra permezz ta' filtru xott, warrab l-ewwel porzjon tal-filtrat u iġbor il-filtrat ċar f'kunjett xott.

7.3. **Determinazzjoni**

L-istima ta' l-estratt tal-fosfru għandha ssir skond Metodu 3.2 fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba.

## 8. APPENDIĊI

Bl-użu ta' l-ossinu dan il-metodu jista' jkun applikat għal fertilizzanti li jkollhom il-manjesju. Dan l-użu huwa rakkomandat meta l-proporzjon ta' manjesju u anidride fosforiku jkun oghla minn 0.03 (Mg/P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> > 0.03). Jekk jiġri hekk, żid 3 g ta' ossinu lill-kampjun niedi għal analiżi. L-użu ta' ossinu, meta ma jkunx hemm manjesju, aktarx, barra dan, mhux ser ikollu x'jaqsam għal wara mad-determinazzjoni. Meta ma jkunx hemm manjesju, jista', barra dan, ma jintużax ossinu.



## Metodu 3.1.6

## ESTRAZZJONI TA' FOSFRU LI JINHALL FL-ILMA

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru li jinhall fl-ilma.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Fertilizzanti kollha, maghduda fertilizzanti komposti, meta fosfru li jinhall fl-ilma għandu jkun determinat.

## 3. PRINĊIPJU

Estrazzjoni fl-ilma biċ-ċekċik taht kondizzjonijiet speċifiċi.

## 4. REAĠENT

Ilma distillat jew demineralizzat.

## 5. APPARAT

5.1. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml (e.g. Stohmann).

5.2. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).

## 6. THEJJIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCĊEDURA

7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0 001 g, 5 g tal-kampjun imhejji u qieghdu fi flixxun gradwat ta' 500-ml (5.1).

7.2. **Estrazzjoni**

Żid il-kunjett b'450 ml ilma, b'temperatura ta' bejn 20 u 25 °C.

Ċekċek fiċ-Ċekċieka ċirkulari (5.2) għal 30 minuta.

Imbagħad ġib sal-marka bl-ilma, hallat sewwa billi ċekċek u ffiltra permezz ta' filtru xott bil-piegi, hieles minn fosfat, għal go reċipjent xott.

7.3. **Determinazzjoni**

L-istima tal-fosfru għandha ssir fuq parti alikwot tas-soluzzjoni hekk miksuba bil-Metodu 3.2.

## Metodu 3.2.

## DETERMINAZZJONI TA' FOSFRU ESTRATT

(Metodu gravimetriku bl-użu ta' fosfomolibdate kinolin)

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' fosfru fl-estratti minn fertilizzanti.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Il-metodu huwa applikabbli għall-estratti kollha ta' fertilizzanti<sup>(1)</sup> għad-determinazzjoni tal-forom differenti ta' fosfru.

## 3. PRINĊIPJU

Wara li jista' jkun hemm idrolisi, fosfru jkun preċipitat b'mezz ta' aċidu fil-forma ta' fosfomolibdate kinolin

Wara li jkun għadda mill-filtru u nħasel il-filtrat jiġi xxottat f'250 °C u jintizen.

Fil-kondizzjonijiet imsemmija hawn fuq il-komposti ma jagħmlu l-ebda interferenza li aktarx tkun tinsab fis-soluzzjoni (aċidi minerali u organiċi, joni ta' l-ammonju, komposti tas-silika li jnhallu, eċċ.) jekk reagent ibbażat fuq molibdate tas-sodju jew molibdate ammonijaku ikun użat fil-preċipitazzjoni.

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

4.1. Aċidu nitriku konċentrat ( $d_{20} = 1.40$ ).

## 4.2. Thejija ta' reagent.

## 4.2.1. Thejija tar-reagent ibbażat fuq molibdate tas-sodju.

Soluzzjoni A: Holl 70 g ta' molibdate diidrat tas-sodju f'100 ml ta' ilma distillat.

Soluzzjoni B: Holl 60 g ta' aċidu ċitriku monidrat f'100 ml ta' ilma distillat u žid 85 ml ta' aċidu nitriku konċentrat (4.1).

Soluzzjoni C: Hawwad soluzzjoni A f'soluzzjoni B sabiex ikollok soluzzjoni C.

Soluzzjoni D: Ma' 50 ml ta' ilma distillat žid 35 ml ta' aċidu nitriku konċentrat (4.1), imbagħad 5 ml ta' kwinolin distillat. Žid din is-soluzzjoni mas-soluzzjoni C, hallat sewwa u halli toqghod għallejl fid-dlam. Wara dan ġib sa 500 ml b'ilma distillat, erġa' hallat, u ffiltra b'filtru permezz ta' lenbut tal-ħġieg siliku (5.6).

## 4.2.2. Thejija tar-reagent ibbażat fuq molibdate ta' l-ammonju.

Soluzzjoni A: Fi 300 ml ta' ilma distillat holl 100 g ta' molibdate ta' ammonju waqt li ssahhan bil-metodu u thawwad minn hin għall-iehor.

Soluzzjoni B: Holl 120 g ta' aċidu ċitriku monoidrat f'200 ml ta' ilma distillat u žid 170 ml ta' aċidu nitriku konċentrat (4.1).

(<sup>1</sup>) Fosfru li jnhall f'aċidi minerali, fosfru li jnhall fl-ilma, fosfru li jnhall f'soluzzjonijiet ta' citrat ta' l-ammonju, fosfru li jnhall fi 2 % ta' aċidu ċitriku u fosfru li jnhall fi 2 % ta' aċidu formiku.

Soluzzjoni C: Żid 10 ml ta' kwinolin distillat frisk ma' 70 ml ta' acidu nitriku koncentrat (4.1).

Soluzzjoni D: Ferra' bil-mod, waqt li thawwad sewwa, soluzzjoni A f'soluzzjoni B. Waqt li thallat sewwa żid soluzzjoni C ma' din it-tahlita u ġib sa litru wiehed. Halli toqgħod għal jumejn f'post mudlam u filtra b'filtru tal-ħġieġ silika (5.6).

Ir-reagenti 4.2.1 u 4.2.2 jistgħu jintużaw bl-istess metodu; it-tnejn għandhom jinżammu fid-dlam fi flixken tal-politin magħluqa b'tapp.

5. APPARAT

5.1. Apparat *standard* tal-laboratorju u kunjett Erlenmeyer ta' 500-ml b'għonq wiesa'.

5.2. Pipetti bil-qisien ta' 10, 25 u 50 ml.

5.3. Filtru griġjol b'porożità ta' 5 sa 20  $\mu$ .

5.4. Kunjett Buchner.

5.5. Forn sabiex inixxef regolat f'250  $\pm$  10 °C.

5.6. Lenbut tal-ħġieġ silika b'porożità ta' 5 sa 20  $\mu$ .

6. PROCĒDURA

6.1. **Trattament tas-soluzzjoni**

B'pipetta, hu parti alikwot ta' l-estratt ta' fertilizzant (ara Tabella 2) li jkollu madwar 0.01 g ta' P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> u qiegħdha fi flixkun Erlenmeyer ta' 500-ml. Żid 15 ml ta' acidu nitriku koncentrat <sup>(1)</sup> (4.1) u żidu bl-ilma sa madwar 100 ml.

Tabella 2

**Determinazzjoni tal-partijiet ta' l-alikwot tas-soluzzjoni tal-fosfat**

% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> fil-fertilizzant	% P fil-fertilizzant	Kampjun għall-analiżi (g)	Trattib (lejn ml)	Kampjun (ml)	Trattib (lejn ml)	Kampjun li għandu jkun precipitat (ml)	Quinolin fosfomolybdat – fattur tal-konverżjoni (F) fi % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Quinolin fosfomolybdat – fattur tal-konverżjoni (F) fi % 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

(<sup>1</sup>) 21 ml meta s-soluzzjoni li għandha tkun precipitata jkun fiha aktar minn 15 ml ta' soluzzjoni ċitrata (ċitrat newtrali, ċitrat alkalina Petermann jew Joulie).

**6.2. Idrolisi**

Jekk ikun hemm dubju li fis-soluzzjoni jkun hemm metafosfati, pirofosfati jew polifosfati, issir idrolisi kif ser jingħad.

Għalli bil-metodu il-kontenut fil-kunjett Erlenmeyer u zommu jagħli sakemm l-idrolisi tkun kompluta (din tiehu madwar siegħa). Ogħhod attent sabiex tevita li jkun hemm telf b'tixrid u evaporazzjoni żejda li jnaqqsu l-volum tal-bidu b'iktar minn nofs, billi jitwahhal kondensatur ta' rifluss. Wara l-idrolisi ġib sal-volum tal-bidu b' ilma distillat.

**6.3. L-użin tal-grigjoli**

Ixxotta l-filtru grigjoli (5.3) għal mill-inqas 15-il minuta fil-forn li jnixxef imqiegħed  $1250 \pm 10$  °C. Iżinha wara li tkun keshet f'nixxiefa.

**6.4. Preċipitazzjoni**

Is-soluzzjoni ta' acidu li jkun hemm fil-kunjett Erlenmeyer tissahhan sakemm tibda tagħli, imbagħad tibda preċipitazzjoni tal-fosfomolibdate kwolinin billi jizdiedu qatra qatra 40 ml tar-reagent preċipitant (reagent 4.2.1 or 4.2.2) (<sup>1</sup>), waqt li thawwad il-hin kollu. Qiegħed il-kunjett Erlenmeyer f'banjumarija, halli joqgħod għal 15-il minuta, waqt li ċcekkekh minn hin għall-ieħor. Is-soluzzjoni tista' tkun iffiltrata b'filtru mill-ewwel jew wara li tkun keshet.

**6.5. Filtrazzjoni u hasil**

Iffiltra s-soluzzjoni billi tferragħha taht vakwu. Aħsel il-preċipitat fil-kunjett Erlenmeyer bi 30 ml ta' ilma. Ferra' u ffiltra s-soluzzjoni. Erga' għamel l-istess għal hames darbiet. Kwantitattivament għaddi l-bqija tal-preċipitat għal go l-grigjoli waqt li taħsel bl-ilma. Aħsel għal erba' darbiet b'200 ml ta' ilma, waqt li thalli l-likwidu jibattal minn go l-grigjoli qabel kull zieda. Ixxotta sewwa l-preċipitat.

**6.6. Inxif u użin**

Imsah il-parti ta' barra tal-grigjoli b'karta filtru. Qiegħed dan il-grigjoli go forn li jnixxef u halli hemm sakemm il-piz tiegħu jibqa' kostanti, f'temperatura ta' 250 °C (5.5) (is-soltu 15-il minuta); halli sakemm jiksah fin-nixxiefa f'temperatura tal-post u iżen malajr.

**6.7. Prova mingħajr l-kampjun**

Għall kull sensiela ta' determinazzjonijiet, aghmel prova mingħajr l-kampjun billi tuża biss reagenti u solventi fil-proporzjonijiet użati fl-estrazzjoni (soluzzjoni ċitrata, eċċ.) u aħseb għalihom meta tqis ir-riżultat finali.

**6.8. Verifika**

Aghmel id-determinazzjoni billi tuża parti alikwot tas-soluzzjoni ta' fosfat tal-potassju diidroġenu li jkollha 0.01 g ta' P2O5.

(<sup>1</sup>) Biex tippreċipita soluzzjonijiet ta' fosfati li jkollhom iktar minn 15 ml ta' soluzzjoni ċitrata (newtrali, Petermann jew Joulie) li jkunu saru acidużi b'21 ml ta' acidu nitriku koncentrat (ara n-nota fil-qiegħ tal-paġna għal 6.1) uża 80 ml tar-reagent preċipitanti.

## 7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Jekk il-kampjuni għal analiżi u miżjuda bl-ilma murija fit-Tabella 2 ikunu użati, tapplika l-formula li ġejja:

$$\% \text{ P fil-fertilizzant} = (A - a) \times F$$

jew

$$\% \text{ P205 fil-fertilizzant} = (A - a) \times F$$

meta:

A = użin, fi grammi, tal-kwinolin fosfomolibdate,

a = użin, fi grammi, tal-kwinolin fosfomolibdate miksub fil-prova mingħajr l-kampjun,

F u F' = fatturi mogħtija fl-aħħar żewġ kolonni ta' Tabella 2.

B'kampjuni għal analiżi u miżjuda bl-ilma li huma differenti minn daww fit-Tabella 2, tapplika l-formula li ġejja:

$$\% \text{ PO fil-fertilizzant} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

Jew

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ fil-fertilizzant} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

meta:

f u f' = fatturi ta' konverżjoni ta' fosfomolibdate kwinolin fi P2O5 = 0.032074, (f) jew fi P = 0.013984 (f').

D = fattur ta' dilwit.

M = użin, fi grammi, tal-kampjun analizzat.

## Metodu 4

**POTASSJU**

## Metodu 4.1

## DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT TA' POTASSJU LI JINĦALL FL-ILMA

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura sabiex tiddetermina potassju li jinħall fl-ilma.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Il-fertilizzanti kollha tal-potassju msemmija fl-Anness I tad-Direttiva 76/116/KEE.

## 3. PRINĊIPJU

Il-potassju fil-kampjun għall-analiżi ikun maħlul fl-ilma. Wara li jitnehhew jew jinstabulhom posthom is-sustanzi li jistgħu jfixxlu d-determinazzjoni kwantitattiva, il-potassju jkun preċipitat f'mezz ftit alkalini fil-forma ta' tetrafenilborat tal-potassju.

4. REAGENTI
- Ilma distillat jew demineralizzat.
- 4.1. Formaldeid.
- Soluzzjoni ta' formaldeid ċar f'25 sa 35 %.
- 4.2. Klorat tal-potassju għal analiżi.
- 4.3. Soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju: 10 N.
- Għandha tingħata attenzjoni sabiex ikun assigurat li jintuża biss idrossidu tas-sodju ħieles minn potassju.
- 4.4. Soluzzjoni indikatriċi.
- Holl 0.5 g ta'fenolftalin f'alkoħol ta' 90 % u ġib il-volum sa 100 ml.
- 4.5. Soluzzjoni EDTA.
- Holl 4 g tal-melħ disodju diidrat ta' acidu etilenedjamine-tetraacetiku fl-ilma f'kunjett bil-qisien ta' 100-ml. Ġib sal-volum u ħallat.
- Ahżen dan ir-reagent f'preċipjent tal-plastik.
- 4.6. Soluzzjoni STPD.
- Holl 32.5 g ta' sodju tetrafenilborat f'480 ml ta' ilma; żid 2 ml tas-soluzzjoni idrossidu tas-sodju (4.3) u 20 ml ta' soluzzjoni ta' klorat tal-manjesju (100 g ta'  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  kull litru).
- Hawwad għal 15-il minuta u ffiltra b'filtru fin, mingħajr irmied.
- Ahżen dan ir-reagent f'preċipjent tal-plastik.
- 4.7. Likwidu għal ħasil
- Żid 20 ml tas-soluzzjoni STPB (4.6) għal 1 000 ml b'ilma.
- 4.8. Ilma bromu.
- Soluzzjoni ta' dromu li jkun fiha l-ikbar ammont ta' ilma.
5. APPARAT
- 5.1. Kunjett bil-qisien ta' 1 000-ml.
- 5.2. Bekk ta' 250-ml.
- 5.3. Filtru griġjoli b'porożità ta' 5 sa 20  $\mu$ .
- 5.4. Forn regolat f'120  $\pm$  10 °C.
- 5.5. Nixxief.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

Fil-każ ta' mluha tal-potassju l-kampjun għandu jintahaan fin bizzejjed sabiex jinkiseb l-kampjun rappreżentattiv għal analiżi. Għal dawn il-prodotti għandu jintuża l-Metodu 1 (6) (a).

7. PROCEDURA

7.1. **Kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0.0001 g, 10 g tal-kampjun imhejji (5 g għal imluha tal-potassju li jkollhom iktar minn 50 % ta' ossidu tal-potassju). Qieghed dan il-kampjun prova f'bekk ta' 600-ml b'madwar 400 ml ta' ilma.

Sahhan sakemm jaghli u halli jaghli għal 30 minuta. Kessah, għaddi kwantitattivament għal go kunjett bil-qisien ta' 1 000-ml, gib sal-volum, hallat u ffiltragħal go reċipjent xott. Warrab l-ewwel 50 ml tal-filtrat (ara 7.6, nota dwar procedura).

7.2. **Thejjja tal-parti alikwot għal preċipitazzjoni**

Għaddi b'pipetta parti alikwot tal-filtrat li jkollu 25 sa 50 mg ta' potassju (ara Tabella 3) u qieghdha go bekk ta' 250-ml. Jekk ikun mehtieġ gib sa 50 ml bl-ilma.

Biex titnehha kull interferenza, žid 10 ml tas-soluzzjoni EDTA (4.5), għad ta' qtar tas-soluzzjoni fenolfitalin (4.4) u hawwad magħhom, qatra b'qatra, soluzzjoni ta' idrossidu tas-sodju (4.3) sakemm issir hamra, imbagħad fl-aħhar žid f'it iktar qtar ta' idrossidu tas-sodju sabiex tiżgura li jkun hemm żejjed (is-soltu 1 ml ta' idrossidu tas-sodju jkun bizzejjed sabiex jinnewtralizza l-kampjun u jassigura li jkun hemm iżzejjed).

Biex tnehi l-ammonja kważi kollha (ara 7.6 (b), nota dwar procedura) għalli bil-metodu għal 15-il minuta.

Jekk ikun mehtieġ žid l-ilma sabiex iġġib il-volum sa 60 ml.

Sahhan is-soluzzjoni sakemm taghli, nehhi l-bekk minn fuq in-nar u žid 10 ml ta' formaldeid (4.1). Žid għad ta' qtar ta' fenolfitalin u, jekk ikun mehtieġ, f'it aktar idrossidu tas-sodju, sakemm jibda jidher il-kulur aħmar ċar. Għatti l-bekk bi hġieġa trasparenti u qieghed f'banjumarija għal 15-il minuta.

7.3. **Użin tal-grigjol**

Ixxotta l-filtru grigjol (ara 5 "Apparat") piż kostanti (madwar 15-il minuta) f'forn ta' 120 °C (5.4).

Halli l-grigjol jiksah f'nixxiefa u wara iżnu.

7.4. **Preċipitazzjoni**

Nehhi l-bekk mill-banjumarija, hawwad qatra qatra 10 ml tas-soluzzjoni STPB (4.6). Din iż-żieda tiehu madwar żewġ minuti. Stenna għall-inqas 10 minuti qabel ma tiffiltra.

7.5. **Filtrazzjoni u hasil**

Saffi b'filtru taht vakwu għal go l-grigjol mwiežen, lahlah il-bekk bil-likwidu għall-hasil (4.7), aħsel il-preċipitat tlett darbjet bil-likwidu tal-hasil (60 ml b'kollox tal-likwidu tal-hasil) u darbtejn b'5 sa 10 ml ta' ilma.

Ixxotta sewwa l-preċipitat.

7.6. **Inxif u użin**

Imsaħ il-parti ta' barra tal-grigġol b'karta filtru. Qiegħed il-grigġol b'dak li jkun fih fil-forn għal siegħa u nofs f'temperatura ta' 120 °C. Halli l-grigġol jiksah f'nixxiefa f'temperatura tal-post u iżen malajr.

Nota dwar proċedura

(a) Jekk il-filtrat ikun skur fil-kulur, għaddi permezz ta' pipetta, parti alikwot li jkollha mhux iktar minn 100 mg ta' K<sub>2</sub>O u qiegħed f'kunjett bil-qisien ta' 100-ml, żid ilma bromu u għalli sabiex tneħhi kull bromu żejjed. Wara li jkun kesah ġib sal-volum, iffiltra u kwantitattivament ara kemm ikun hemm patassju f'parti alikwot tal-filtrat.

(b) meta jkun hemm frut jew xejn nitroġenu ammonijaku, ma jkunx meħtieġ li tgħalli għal 15-il minuta.

7.7. **Parijiet alikwot li għandhom jittieħdu bhala kampjuni u fatturi ta' konverzjoni**

Tabella 3

**Għal Metodu 4**

% K <sub>2</sub> O fil-fertilizzant	% K fil-fertilizzant	Kampjun għall-analiżi (g)	Kampjun tas-soluzzjoni ta' l-es-tratt għat-trattib (ml)	Trattib (lejn ml)	Parti ta' l-alikwot li għandha tittieħed bhala kampjun għall-precipitazzjoni (ml)	Fattur tal-konverzjoni % K <sub>2</sub> O g TPBK	Fattur tal-konverzjoni % K g TPBK
5-10	4.2-8.3	10	—	—	50	26 280	21 812
10-20	8.3-16.6	10	—	—	25	52 560	43 524
20-50	16.6-41.5	10	jew —	—	10	131 400	109 060
			inkella 50	250	50	131 400	109 060
aktar minn 50	aktar minn 41.5	5	jew —	—	10	262 800	218 120
			inkella 50	250	50	262 800	218 120

7.8. **Prova mingħajr il-kampjun**

Għal kull sensiela ta' determinazzjonijiet, aghmel prova mingħajr l-kampjun billi tuża biss ir-reagenti fil-proporzjonijiet użati fl-analiżi u aħseb għal dan meta tqis ir-riżultat finali.

7.9. **Prova tal-kontroll**

Biex ikun hemm kontroll għall-metodu ta' analiżi, aghmel determinazzjoni fuq parti alikwot ta' soluzzjoni bl-ilma ta' klorat tal-potassju, li jkollha mhux aktar minn 40 mg ta' K<sub>2</sub>O.



## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Jekk wiehed juża l-kampjuni għal analiżi u zieda bl-ilma murija fit-Tabella 3, il-formula li għandha tintuża hija din li ġejja:

$$\% \text{ K20 fil-fertilizzant} = (A - a) \times F$$

jew

$$\% \text{ K fil-fertilizzant} = (A - a) \times F$$

meta:

A = piż, fi grammi, tal-precipitat mill-kampjun,

a = piż, fi grammi, tal-precipita minn ta' mingħajr l-kampjun,

F u F' = fatturi (ara Tabella 3).

Ma' kampjuni u dilwiti mhux bħal daww murija fit-Tabella 3, uża l-formula li ġejja:

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

jew

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

meta:

f = fattur ta' konverżjoni, KTPB fK<sub>2</sub>O = 0.1314,

f' = fattur ta' konverżjoni, KTPB fK<sub>2</sub>O = 0.109,

D = fattur ta' dilwit.

M = piż, fi grammi, tal-kampjun għal analiżi.

*Metodu 5*

### MANJESJU

*Metodu 5.1*

#### DETERMINAZZJONI TA' MANJESJU LI JINHALL FL-ILMA

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura li tiddetermina manjesju li jinhall fl-ilma.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Għal fertilizzanti biss sempliċi li dwarhom l-Anness I A tad-Direttiva 76/116KEE jipprovdi għall-indikazzjoni ta' manjesju li jinhall fl-ilma.

## 3. PRINĊIPJU

Soluzzjoni ta' manjesju billi tghalli l-kampjun prova fl-ilma.

L-ewwel dożar b'EDTA ta' Ca + Mg meta jkun hemm erjokromju iswed-T. It-tieni dożar b'EDTA ta' Ca meta jkun hemm kalċejn jew aċidu karboniku. Determinazzjoni ta' manjesju b'differenza.

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demineralizzat.

4.1. Soluzzjoni *standard* ta' massa 0.05 ta' manjesju.

Iżen 2 016 g ta' ossidu tal-manjesju, miġjub f'kalċju minn qabel f'600 °C għal sagħtejn. Qieghed f'bekk b'100 ml ta' ilma. Hawwad f'120 ml ta' madwar 1 N aċidu idrokloriku. Wara li jinhall, għaddi kwantitattivament f'kunjett bil-qisien ta' litru, ġib il-volum bl-ilma u hawwad.

Ara li s-saħha tas-soluzzjoni gravimetrikament tkun sewwa bħal l-fosfat.

1 ml tas-soluzzjoni għandu jkollha 0.1216 g ta' Mg (= 0.2016 g ta' MgO).

## 4.2. Soluzzjoni ta' EDTA ta' massa 0.05.

Iżen 18.61 g tal-melħ ta' disodju diidrat ta' etilenedjamine tetraacetiku (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O), qieghdu f'bekk ta' litru u hollu f'600 sa 800 ml ta' ilma. Għaddi s-soluzzjoni kwantitattivament għal ġo kunjett bil-qisien ta' litru. Ġib il-volum u hallat. Qabbel din is-soluzzjoni mas-soluzzjoni *standard* (4.1) billi tiegħu l-kampjun ta' 20 ml ta' din ta' l-aħħar u b'dożar skond proċedura analitika (7.4.1).

1 ml tas-soluzzjoni EDTA għandha taqbel ma' 1 216 mg ta' Mg jew 2 016 mg ta' MgO u ma' 2 004 mg ta' Ca jew 2 804 mg ta' CaO (ara 9.1 u 9.6).

4.3. Soluzzjoni *standard* ta' kalċju ta' massa 0.05.

Iżen 5 004 g ta' karbonat tal-kalċju xott. Qieghed f'bekk b'100 ml ta' ilma. Kulma jmur hawwad f'120 ml ta' madwar 1 N aċidu idrokloriku.

Għalli sabiex tneħhi d-dijossidu karboniku, kessah, għaddi kwantitattivament għal ġo kunjett ta' litru bil-qisien, ġib il-volum bl-ilma u hallat. Qabbel din is-soluzzjoni mas-soluzzjoni EDTA (4.2) skond proċedura analitika 7.4.2. 1 ml ta' din is-soluzzjoni għandu jkollu 2 004 mg ta' Ca (= 2 804 mg ta' CaO) u għandu jaqbel ma' 1 ml tas-soluzzjoni EDTA ta' massa 0.05.

## 4.4. Indikatur kalċejn.

Hallat b'attenzjoni f'mehrież 1 g ta' kalċejn ma' 100 g ta' klorat tas-sodju. Uża 10 mg ta' din it-tahlita. L-indikatur jinbidel minn aħdar għal oranġjo. Id-dożar għandu jitkompla sakemm ikun hemm l-oranġju meħlus minn traċċi hodur.

## 4.5. Indikatur ta' aċidu karboniku kalkonju.

Holl 400 g ta' aċidu karboniku kalkonju f'100 ml ta' metanol. Uża tlett iqtar ta' din is-soluzzjoni. L-indikatur jinbidel minn aħdar għal oranġjo. Id-dożar għandu jitkompla sakemm ikun hemm lewn blu meħlus minn traċċi homor.

## 4.6. Indikatur iswed-T ta' l-erjokromju.

Holl 300 mg ta' erjokromju iswed-T f'tahlita ta' 25 ml ta' alkohol propil u 15-il ml ta' tritanolamin. Uża tlett iqtar ta' din is-soluzzjoni. Dan l-indikatur jinbidel minn aħmar għal blu u d-dożar għandu jitkompla sakemm ikun hemm il-lewn blu ħieles minn traċċi homor. Hija tibdel il-kulur biss meta jkun hemm il-manjesju. Jekk ikun meħtieġ zid 0.1 ml tas-soluzzjoni *standard* (4.1).

Meta jkun hemm kemm il-kalċju u kemm il-manjesju l-EDTA l-ewwel tifforma kumpless mal-kalċju u mbagħad mal-manjesju. F'dak il-każ dawn iż-żewġ elementi jkunu determinati flimkien.

4.7. janur tal-potassju.

Soluzzjoni kollha ilma ta' KCN at 2 %

4.8. Soluzzjoni ta' idrossidu tal-potassju u ċjanar tal-potassju.

Holl 280 g ta' KOH u 66 g ta' KCN fl-ilma, ġib il-volum sa litru u hallat.

4.9. Soluzzjoni pH 10 għall-konċentrazzjoni.

Holl 33 g ta' klorat ta' l-ammonju f'200 ml ta' ilma, žid 250 ta' ammonja ( $d = 0.91$ ), ġib il-volum sa 500 ml bl-ilma u hallat. Aghmel prova tal-pH ta' din is-soluzzjoni regolarment.

5. APPARAT

5.1. Apparat manjetiku jew mekkaniku li jhawwad.

5.2. Arlogg pH.

5.3. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

5.4. Bkuk ta' 300-ml.

6. THEJJJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

7. PROCEDURA

7.1. **Kampjun**

Qieghed 5 g tal-kampjun imhejji li jkun intiżen sa l-inqas 1 mg f'kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

7.2. **Soluzzjoni**

Žid madwar 300 ml ilma u għalli għal nofs siegħa. Kessah, ġib il-volum, hallat u ffiltra.

7.3. **Prova ta' kontroll**

Aghmel determinazzjoni ta' partijiet alikwot ta' soluzzjonijiet (4.1) u (4.3) b'metodu li l-proporzjon ta' Ca/Mg ikun daqs dak mistenni mill-kampjun.

Għal dan il-għan (a) millilitri ta' soluzzjoni *standard* (4.3) u (b - a) millilitri ta' soluzzjoni *standard* (4.1).

(a) u (b) huma l-għadd ta' millilitri ta' soluzzjoni ta' EDTA użata fiż-żewġ dożari waqt l-analiżi tal-kampjun. Din il-proċedura hija tajba biss jekk is-soluzzjoni *standard* ta' EDTA, kalċju u menjesju jkunu daqs xulxin eżatt. Jekk dan ma jkunx il-każ, ikun meħtieġ li jsiru t-tiswijiet xierqa.

7.4. **Determinazzjoni**7.4.1. *Dożar meta jkun hemm erjokromju iswed-T*

Għaddi b'pipetta parti alikwot tas-soluzzjoni għall-analiżi (7.5) għal go bekk u žid bl-ilma għal madwar 100 ml. Žid 5 ml tas-soluzzjoni ta' riżerva (4.9). Il-pH imkejjeġ bil-arloġġ għandu jkun  $10.5 \pm 0.1$ . Žid 2 ml tas-soluzzjoni taċ-ċjanur tal-potassju (4.7) u tlett iqtar ta' l-indikatur ta' l-erjokromju iswed-T (4.6). Hawwad bil-metodu u ddoża bis-soluzzjoni EDTA (4.2) (9.2, 9.3 u 9.4). Halli "b" tkun l-għadd ta' millilitri ta' soluzzjoni EDTA ta' massa 0.05.

7.4.2. *Dożar flimkien ma' kalċejn jew aċidu karboniku kalkonju*

Għaddi b'pipetta parti mis-soluzzjoni għal analiżi daqs dik meħuda għad-dożar imsemmi hawn fuq u qieghed f'bekk. Žid bl-ilma għal madwar 100 ml. Žid 10 ml tas-soluzzjoni KOH/KCN (4.8) u l-indikatur (4.4 or 4.5). Hawwad bil-metodu u ddoża bis-soluzzjoni EDTA (9.2, 9.3 u 9.4). Halli "a" tkun l-għadd ta' millilitri ta' soluzzjoni EDTA ta' massa 0.05.

7.5. **Partijiet alikwot li jittieħdu bhala l-kampjun għal dożar**

Tip ta' fertilizzant	Parti ta' l-alikwot li għandu jkun meħud bhala kampjun għal kull titrazzjoni (ml)	Kwantità tal-kampjun preżenti f'parti waħda ta' l-alikwot (g)
Nitrat tal-kalċju u tan-nitroġenu	20	0 200
Nitrat tas-sulfat ta' l-ammonju tal-manjeżju	50	0 500
Imluħa krudi tal-putassa	25	0 250
Klorid tal-manjeżju tal-putassa	25	0 250
Sulfat tal-putassa u tal-manjeżju	25	0 250

## Nota

- Għal dawn il-fertilizzanti kollha il-kampjun prova huwa 5 g u l-volum kollu tas-soluzzjoni li għandha tkun analizzata huwa 500 ml.
- Għal dożar b'erjokromju iswed-T, id-dożar m'għandux ikun iżjed minn 25 ml ta' EDTA, xort'ohra il-volum tal-parti alikwot għandu jitnaqqas.

Iżda dan ta' l-aħħar jista' jiżdied.

8. **ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT**

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

Jew

$$\% \text{ Mg fil-fertilizzant} = \frac{(b - a) \times T}{M}$$

meta:

T = qawwa tas-soluzzjoni EDTA,

T' = qawwa tas-soluzzjoni EDTA.

Jekk tkun 0.05 M eżatti, T tkun ugwali għal 0.20160 g MgO jew T' tkun ugwali għal 0.1216 g Mg.

M = il-piż tal-kampjun, muri fi grammi, li jkun hemm fil-parti alikwot meħuda bhala l-kampjun (7.5).

9. RIMARKI
- 9.1. Il-proporzjon stojkjometriku ta' EDTA-metalliku f'analizi kompleksometrika hija dejjem 1:1, tkun xi tkun il-valenza tal-metall, għalkemm EDTA hija kwadivalenti. Is-soluzzjoni tad-dożar ta' EDTA u s-soluzzjonijiet *standard* huma għalhekk ta' massa u mhux normali.
- 9.2. Indikaturi kumplessimetriċi huma sikwit sensitivi għal moviment ta' arja u soluzzjonijiet jista' jitnaqqsil-hom lewnhom matul id-dożar. Qatra jew tnejn ta' l-indikatur għandha mbagħad tiżdied. Dan l-effett ikun jidher meta jintużaw erjokromju iswed u aċidu ta' kalkun karboniku.
- 9.3. Il-kumplessi metall-indikaturi huma kultant stabbli u l-bidla fil-lewn tista' tiegħu xi ftit tal-hin.
- L-aħhar qatriet ta' EDTA għandhom għalhekk jiżdiedu bil-metodu u wiehed għandu jara li waqt il-bidla fil-lewn tiżdied qatra waħda tas-soluzzjoni ta' manjesju molar (4.1) jew ta' kalċju (4.3).
- Dan iġġod l-aktar għall-kumpless ta' erjokromju-manjesju.
- 9.4. Il-bidla fil-lewn ta' l-indikatur m'għandhiex tintwera minn fuq imma orizzontalment minn naħa għall-ohra tas-soluzzjoni u l-bekk għandu jitqiegħed fi sfond abjad u f'qagħda mdawla sewwa.
- Il-bidla fil-lewn tista' wkoll tkun tidher faċilment jekk il-bekk jitqiegħed fuq platt tal-ħġieġ imzelleġ imdawwal minn taht (bozza ta' 25-watt).
- 9.5. Għal din l-analizi jenhtieg li l-kimiku jkun wiehed b'esperjenza. Dan ta' l-aħhar għandu jagħmel dak li jista' sabiex fost kollox josserva l-bidliet fil-lewn bis-soluzzjonijiet *standard* (4.1 u 4.3).
- Ta' min jirrakkomanda li d-determinazzjonijiet isiru dejjem mill-istess kimiku.
- 9.6. L-użu ta' soluzzjoni EDTA ta' qawwa garantita (Titrisol jew Normex per eżempju) jistgħu ihaffu l-prova ta' l-ekwivalenza tas-soluzzjonijiet *standard* (4.1, 4.2 u 4.3).

#### Metodu 6

### KLORU

#### Metodu 6.1

#### DETERMINAZZJONI TA' KLORATI FIN-NUQQAS TA' MATERJAL ORGANIKU

1. SKOP
- Dan id-dokument ifisser il-proċedura għad-determinazzjoni ta' klorat, fin-nuqqas ta' materjal organiku.
2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI
- Fertilizzanti kollha hielsa minn materjal organiku.

## 3. PRINĊIPJU

Il-klorati, mahlulin fl-ilma, jiġu ppreċipitati b'mezz aċiduż b'soluzzjoni *standard* żejda ta' nitrat tal-fidda. Iż-żejjed jiġi ddożat b'soluzzjoni ta' tioċjanat fil-prezenza ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku (metodu Volhard).

## 4. REAGENTI

Ilma distillat jew demneralizzat, hieles minn klorati.

4.1. Nitrobenzina jew etere dietile.

4.2. Aċidu nitriku: 10 N.

4.3. Soluzzjoni indikatriċi.

Holl 40 g ta' sulfat ta' l-ammonju ferriku  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  fl-ilma u ġib sa litru.

4.4. Soluzzjoni *standard* ta' nitrat tal-fidda: 0.1 N.

4.5. Soluzzjoni *standard* ta' ammonju tioċjanat: 0.1 N.

Thejjija.

Billi dan il-melħ huwa igroskopiku u ma jistax jitnixxef mingħajr riskju ta' dekomposizzjoni, ta' min jirrakkomanda li jintiżnu madwar 9 g, jinthalu fl-ilma u jingieħ volum ta' litru. Wassal sa qawwa 0.1 N b'dożar ta'  $\text{AgNO}_3$  0.1 N.

## 5. APPARAT

5.1. Ċekċieka ċirkulari (35 sa 40 dawra kull minuta).

5.2. Buretti.

5.3. Kunjett bil-qisien ta' 500-ml.

5.4. Kunjett (Erlenmeyer) għamla konika ta' 250 ml.

## 6. THEJJIIJA TAL-KAMPJUN

Ara l-Metodu 1.

## 7. PROCĊEDURA

7.1. **Kampjun u thejjija tas-soluzzjoni**

Qieghed 5 g tal-kampjun, b'piż sa l-eqreb 0 001 g, f'kunjett bil-qisien ta' 500-ml u žid 450 ml ta' ilma. Hallat għal nofs siegħa fuq iċ-ċekċieka(5.1); ġib sa 500 ml b'ilma distillat; hallat u ffiltra għal ġo bekk.

7.2. **Determinazzjoni**

Hu parti alikwot tal-filtrat li jkollu mhux iktar minn 0 150 g ta' klorat. Per eżempju 25 ml (0.25 g), 50 ml (0.5 g) jew 100 ml (1 g). Jekk il-kampjun meħud ikun iżgħar minn 50 ml ikun meħtieġ li l-volum jingieħ għal 50 ml b'ilma distillat.

Žid 5 ml ta' aċidu nitriku 10 N (4.2), 20 ml tas-soluzzjoni indikatriċi (4.3), u żewġt iqtar ta' soluzzjoni *standard* ta' ammonju tiocjanat (il-kampjun ta' dan ir-reagent ta' l-aħħar jittiehed permezz ta' buretta miġjuba għal żero għal dan il-għan).

Imbagħad permezz ta' buretta žid nitrat tal-fidda fis-soluzzjoni *standard* (4.4) sakemm ikun hemm iżzejjed ta' 2 għal 5 ml. Žid 5 ml ta' nitrobenzina jew 5 ml ta' etere dietile (4.1) u xxejkja sewwa sabiex tgħaqqad flimkien il-precipitat. Iddoża n-nitrat tal-fidda żejjed b'ammonju tiocjanat 0.1 N (4.5) sakemm jibda jidher lewn kannella fl-aħmar li jibqa' hemm wara li l-kunjett ikun ġie xxejkjat ftit.

Nota

Nitrobenzina jew etere dietile (iżda fuq kollox nitrobenzina) ma jhallux lill-klorat tal-fidda milli jirreagixxi ma' joni tiocjanati. B'dan ikun hemm bidla ċara fil-lewn.

### 7.3. **Prova mingħajr l-kampjun**

Aghmel prova mingħajr l-kampjun fl-istess kondizzjonijiet u aħseb għaliha meta tqis ir-rizultat ta' l-aħħar.

### 7.4. **Prova ta' kontrol**

Qabel ma tagħmel l-istimi ara li l-metodu jkun preċiż billi tuża parti alikwot ta' soluzzjoni ta' klorat tal-potassju magħmula friska, b'metodu li din il-parti jkollha kwantità magħrufa f'għamla ta' 100 mg ta' klorat.

## 8. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Uri r-rizultat ta' l-analizi bħala l-perċentwali ta' klorat li jkun hemm fil-kampjun kif miġjub għal analizi.

Qis il-perċentwali ta' klorat (CI) bil-formula:

$$\% \text{ chloride} = 0,003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

meta:

$V_z$  = għadd ta' millilitri ta' nitrat tal-fidda 0.1 N,

$V_{cz}$  = għadd ta' millilitri ta' nitrat tal-fidda 0.1 N, użat fil-prova mingħajr l-kampjun,

$V_a$  = għadd ta' millilitri ta' ammonju tiocjanat 0.1 N,

$V_{ca}$  = għadd ta' millilitri ta' ammonju tiocjanat 0.1 N, użat fil-prova mingħajr l-kampjun,

M = piż, fi grammi, tal-kampjun meħud (7.2).

## Metodi 7

## KWALITÀ TAJBA TAT-THIN

## Metodu 7.1

## DETERMINAZZJONI TAL-KWALITÀ TAJBA TAT-THIN (PROCEDURA XOTTA)

## 1. SKOP

Dan id-dokument ifisser il-proċedura xotta għal determinazzjoni tal-kwalità tajba tat-thin.

## 2. QASAM TA' L-APPLIKAZZJONI

Il-fertilizzanti kollha tal-KEE li jkunu jenhtiegu kwalità tajba ta' thin billi jintużaw għarbiela ta' 0.63 u ta' 0.160 mm.

## 3. PRINĊIPJU

Permezz ta' għarbiel mekkaniku li jčekček jitqies l-għadd ta' prodotti b'qamha żgħira mhux ikbar minn 0.63 mm u dawk b'qamha żgħira ta' daqs bejn 0.16 u 0.63 mm, u ssir maghrufa l-perċentwali tal-kwalità tajba tat-thin.

## 4. APPARAT

## 4.1. Għarbiel ċekċieka mekkaniku

4.2. Għarbiela b'toqob ta' 0.16 u 0.63 mm rispettivament ta' qisien *standard* (20 ċm dijametru u 5 ċm għoli).

## 5. PROCEDURA

Iżen, sa l-eqreb 0.05 g, 50 g tas-sustanza. Għaqqad flimkien iż-żewġ għarbiela u r-riċipjent tal-ġbir fuq iċ-čekċieka (4.1). bl-għarbiel bit-toqob il-kbar jitqiegħed fuq. Qiegħed il-kampjun għal analiżi fuqnett. Għarbel għal 10 minuti u neħhi l-parti miġbura fil-qiegħ. Erġa' qabbad l-apparat mill-ġdid u wara minuta ara li l-ammont miġbur fil-qiegħ tul dak il-hin ma jkunx aktar minn 250 mg. Tenni l-proċess (għal minuta waħda kull darba) sakemm l-ammont miġbur ikun anqas minn 250 mg. Iżen il-materjal żejjed fuq iż-żewġ għarbiela kull wiehed għalih.

## 6. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

% kwalità tajba tal-kampjun murija bl-għarbiel b'toqob ta' 0.63 mm =  $(50 - M_1) \times 2$

% kwalità tajba tal-kampjun murija bl-għarbiel b'toqob ta' 0.16 mm =  $(50 - (M_1 + M_2)) \times 2$

meta:

$M_1$  = piż, fi grammi, ta' dak li jibqa' fl-għarbiel, b'toqob ta' 0.63 mm,

$M_2$  = piż, fi grammi, ta' dak li jibqa' fl-għarbiel, b'toqob ta' 0.16 mm.

Dak li ma jgħaddix mill-għarbiel b'toqob ta' 0.63 mm li jkun diġà ġie mneħhi.

Ir-riżultati ta' dawn il-kalkulazzjonijiet jingiebu sa l-anqas unità.



## Metodu 7.2.

## DETERMINAZZJONI TAL-KWALITÀ TAJBA TAT-THIN TA' FOSFATI NATURALI ROTOB

## 1. SKOP

Dan il-metodu huwa sabiex titqies il-kwalità tajba tat-thin ta' fosfati naturali rotob.

## 2. QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Fosfati naturali rotob.

## 3. PRINĊIPJU

Għal kampjuni ta' b'cejjeċ żgħar hafna, dawn jistghu jagħqudu u jkun diffiċli tgħarbilhom xotti. Għal din ir-raġuni aktarx li jintgħarblu mxarbin.

## 4. REAGENTI

Soluzzjoni ta' eksametafosfat tas-sodju: 1 %.

## 5. APPARAT

5.1. Għarbiela b'toqob ta' 0 063 u 0 125 mm rispettivament ta' qisien *standard* (20 ċm dijametru u 5 ċm għoli); reċipjenti tal-ġbir

5.2. Lenbut tal-ħġieġ b'dijametru ta' 20 ċm miżmum b'lasta.

5.3. Bkuk ta' 250-ml.

5.4. Forn sabiex inixxef.

## 6. METODU TA' ANALIŻI

6.1. **Tehid ta' l-kampjun**

Iżen, sa l-eqreb 0.05 g, 50 g tas-sustanza. Aħsel iż-żewġ naħat ta' l-għarbiel bl-ilma u qiegħed l-għarbiel b'toqob ta' 0 125 mm fuq l-għarbiel b'toqob ta' 0 063 mm.

6.2. **Proċedura**

Qiegħed il-kampjun għal analiżi fuq l-għarbiel ta' fuq. Għarbel taħt pressa żgħira ta' ilma kiesaħ (jista' jintuża ilma tal-vit) sakemm l-ilma jkun kważi ċċara meta jkun għaddej. Wieħed għandu joqgħod attent li jara li ma jgħaddix ilma tant li l-għarbiel ta' taħt jimtela'.

Meta dak li jibqa' fl-għarbiel ta' fuq ikun jidher li ser jibqa' aktarx l-istess, neħhi dan l-għarbiel u qiegħdu sadattant fuq reċipjenti tal-ġbir.

Kompli għarbel fl-imxarrab permezz ta' l-għarbiel t'isfel għal ftit minuti, sakemm l-ilma li jkun għaddej ikun kważi ċċara.

Ibdel l-għarbiel ta' 0 125 bl-għarbel ta' 0 063. Għaddi xi depożitu li jkun hemm fir-riċipjent tal-ġbir għal ġo l-għarbiel ta' fuq u ibda għarbel mill-ġdid taht pressa żgħira ta' ilma sakemm dan l-ilma jerga' jibda jċċara mill-ġdid.

Kwantitattivament għaddi dak kollu li jibqa' fi bkuk differenti permezz ta' lenbut. Issospendi kulma jibqa' billi timla l-bkuk bl-ilma. Halli joqghod għal madwar minuta, ferra', ilma kemm jista' jkun.

Qiegħed il-bkuk fil-forn sabiex jinxfu f'150 °C għal sagħtejn.

Hallihom jikshu, nehhi dak li jkun baqa' b'pinzell u erga' izen.

#### 7. ESPRESSJONI TAR-RIŻULTAT

Ir-riżultati ta' dawn il-kalkulazzjonijiet jingiebu sa l-inqas unità.

$$\% \text{ kwalità tajba murija b'dak li jkun baqa' fl-għarbiel ta' 0 125 mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ kwalità tajba murija b'dak li jkun baqa' fl-għarbiel ta' 0 063 mm} = (50 - (M_1 + M_2)) \times 2$$

meta:

$M_1$  = piż, fi grammi, ta' dak li jkun baqa' fl-għarbiel ta' 0 125 mm,

$M_2$  = piż, fi grammi, ta' dak li jkun baqa' fl-għarbiel ta' 0 063 mm,

#### 8. RIMARKI

Jekk jidher li jkun hemm hotob wara l-għarbla, l-analiżi għandu terġa' ssir kif ser jibgħad.

Bl-metodu ferra' 50 g tal-kampjun għal ġo kunjett ta' litru li jkollu soluzzjoni ta' 500 ml ta' eksametfosfat tas-sodju waqt li thawwad il-hin kollu. Għalaq il-flixxkun b'tapp u xxejkja bil-qawwi sabiex il-hotob jġitkissru. Għaddi s-sospenzjoni kollha għal ġo l-għarbiel ta' fuq u aħsel il-flixxkun sewwa. Kompli l-analiżi kif muri f'6.2.