

BILAGA IV

PROVTAGNINGS- OCH ANALYSMETODER

A. PROVTAGNINGSMETOD FÖR GÖDSELMEDEL

INLEDNING

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

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

1. ÄNDAMÅL OCH RÄCKVIDD

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

2. ANSVARIGA TJÄNSTEMÄN

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

3. DEFINITIONER

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

Stickprov: En mängd som tas från en punkt i denna provmängd.

Samplingsprov: En samling stickprov som tagits från samma provmängd.

Reducerat prov: En representativ del av samplingsprovet, som erhållits från/ur samplingsprovet genom reducering.

Slutligt prov: En representativ del av ett reducerat prov.

4. UTRUSTNING

4.1. **Provtagningsutrustningen skall vara tillverkad av material som inte kan påverka egenskaperna hos de produkter som skall provas. Medlemsstaterna kan officiellt godkänna sådan utrustning.**4.2. **Utrustning som rekommenderas för provtagning av fasta gödselmedel.**4.2.1. *Manuell provtagning*

4.2.1.1. Flatbottnad skovel med vertikala sidor.

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

4.2.2. *Mekanisk provtagning*

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

4.2.3. *Provdelare*

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

Onsdag 10 april 2002

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

4.3.1. *Manuell provtagning*

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

4.3.2. *Mekanisk provtagning*

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

5. **KVANTITATIVA KRAV**

5.1. **Provmängd**

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

5.2. **Stickprov**

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

5.2.1.1. Provmängder på högst 2,5 ton:

Minsta antal stickprov: sju

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

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

5.2.1.3. Provmängder på mer än 80 ton:

Minsta antal stickprov: 40

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

5.2.2.1. Förpackningar på mer än 1 kg

5.2.2.1.1. Provmängder på mindre än fem förpackningar:

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

5.2.2.1.2. Provmängder på mellan fem och sexton förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ⁽²⁾: fyra.

5.2.2.1.3. Provmängder på mellan 17 och 400 förpackningar:

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

5.2.2.1.4. Provmängder på mer än 400 förpackningar:

Minsta antal förpackningar i provet ⁽²⁾: 20.

5.2.2.2. Förpackningar på mindre än 1 kg:

Minsta antal förpackningar i provet ⁽²⁾: Se anmärkning 2.: fyra.

5.3. **Samlingsprov**

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

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

⁽¹⁾ Om det erhållna talet är ett bråk, skall detta avrundas till närmaste högre heltal.

⁽²⁾ För förpackningar på högst 1 kg skall ett stickprov utgöras av innehållet i en ursprunglig förpackning.

Onsdag 10 april 2002

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

5.3.2.1. Förpackningar på mer än 1 kg: 4 kg

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

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

5.4. **Slutliga prov**

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

5.4.1. *Fasta eller flytande gödselmedel*

5.4.2. *Provtagning på ammoniumnitratgödselmedel*

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

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

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

6. **ANVISNINGAR OM UTTAGNING, BEREDNING OCH FÖRPACKNING AV PROVEN**

6.1. **Allmänt**

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

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

6.2. **Stickprov**

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

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

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

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

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

Onsdag 10 april 2002

6.3. **Beredning av samlingsprov**

Stickproven skall blandas, så att ett enda samlingsprov erhålls.

6.4. **Beredning av slutligt prov**

Materialet i samlingsprovet skall blandas omsorgsfullt⁽¹⁾.

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

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

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

7. **FÖRPACKNING AV SLUTLIGA PROV**

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

8. **PROVNINGSPROTOKOLL**

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

9. **PROVENS DESTINATION**

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

B. ANALYSMETODER FÖR GÖDSELMEDEL

(Se innehållsförteckning s. 2.)

ALLMÄNNA ANMÄRKNINGAR

Laboratorieutrustning

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

Kontrollprovningar

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

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

Onsdag 10 april 2002

**ALLMÄNNA BESTÄMMELSER OM METODER
FÖR ANALYS AV GÖDSELMEDEL****1. Reagens**

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

2. Vatten

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

3. Laboratorieutrustning

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

*Metod 1***PROVBEREDNING FÖR ANALYS****1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

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

2. PRINCIP

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

- å ena sidan minsta invägda mängd som föreskrivs i analysmetoderna är representativ för laboratorieprovet,
- å andra sidan gödselmedlets finhetsgrad inte kan ha förändrats genom beredningen i så hög grad, att dess löslighet i olika extraktionsreagens tydligt påverkas.

3. UTRUSTNING

Enkel provdelare (valfri).

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

250 ml-kolvar med proppar.

Mortel med mortelstöt av porslin eller en kvarn.

Onsdag 10 april 2002**4. VAL AV BEHANDLING SOM SKALL ANVÄNDAS**

Inledande kommentar

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

4.1. Slutliga prov som inte får malas

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

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

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

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

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

5. METOD

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

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

6. SPECIALFALL**a) Gödselmedel som innehåller en blandning av flera kristallkategorier**

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

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

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

c) Produkter som sönderfaller vid uppvärmning

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

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

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

Onsdag 10 april 2002

Metod 2

KVÄVE

Metod 2.1

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM AMMONIAK

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

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

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

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

4.1 Utspädd saltsyra: en del HCl ($d_{20} = 1.18 \text{ g/ml}$) plus en del vatten

4.2. Saltsyralösning, 0,1 mol/l

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

} för variant a

4.4. Saltsyralösning, 0,2 mol/l

4.5. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.

} för variant b
(se anmärkning 2).

4.6. Saltsyralösning, 0,5 mol/l

4.7. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.

} för variant c
(se anmärkning 2).4.8. Natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH ($d_{20} = 1.33 \text{ g/ml}$) ammoniakfri

4.9. Indikatorlösningar.

4.9.1. Blandindikator.

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.9.2. Metylröttindikator.

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

Onsdag 10 april 2002

4.10. **Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**

4.11. **Ammoniumsulfat, pro analysi**

5. **UTRUSTNING**

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

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

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

5.3. **En 500 ml-mätkolv**

5.4. **Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **ANALYSMETOD**

7.1. **Beredning av lösningen**

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

a) *Produkter som är helt lösliga i vatten*

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

b) *Produkter som inte är helt lösliga i vatten*

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

7.2. **Analys av lösningen**

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

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

⁽¹⁾ Mängden ammoniak-kväve i alikvot enligt tabell 1 blir ungefär:

- 0,15 g för variant a,
- 0,10 g för variant b,
- 0,20 g för variant c.

Onsdag 10 april 2002

Montera ihop destillationsapparaten och tillsätt försiktigt, så att ingen ammoniak går förlorad, 10 ml koncentrerad natriumhydroxidlösning (4.8) till innehållet i destillationskolven eller 20 ml av lösningen, om 20 ml saltsyra har använts för att lösa upp provet (4.1). Värm kolven gradvis, för att undvika kraftig kokning. Destillera när kokningen börjar med en hastighet av ungefär 100 ml på 10 till 15 minuter. Hela volymen destillat bör vara omkring 250 ml⁽¹⁾. När man inte längre kan räkna med att mer ammoniak utvecklas, sänks förlaget så att röret från kylaren kommer ovanför vätskeytan.

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

7.3. Anmärkning 2: Standardlösningar med olika koncentrationer kan användas för återtitreringen, under förutsättning att de mängder som används för titreringen om möjligt inte överstiger 40-45 ml.

7.3. Blindtest

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

7.4. Kontrollprovningar

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa analysresultatet som den procentuella andelen ammoniak-kväve i det gödselmedel som erhållits för analys.

9. BILAGOR

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

Tabell 1.

Bestämning av kväve som ammoniakoch ammoniak- och nitratkväve i gödselmedel

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

Variant a

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 50 mg.

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

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

Innehållsdeklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet ^(*) (% N = (50 - A) F)
0 - 5	10	500	50	(50 - A) × 0,14
5 - 10	10	500	25	(50 - A) × 0,28
10 - 15	7	500	25	(50 - A) × 0,40
15 - 20	5	500	25	(50 - A) × 0,56
20 - 40	7	500	10	(50 - A) × 1,00

^(*) För redovisningsformeln gäller:

— 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;

— A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtitreringen;

— F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den aliquot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

⁽¹⁾ Kylaren måste regleras så att den ger ett jämnt flöde av kondensat. Destillationen bör vara avslutad inom 30-40 minuter.

Onsdag 10 april 2002

Variant b

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 100 mg.

Svavelsyra 0,2 mol/l som skall tillsättas förlaget: 50 ml.

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

Innehållsdeklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet ^(*) (% 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	$(50 - A) \times 1,00$

^(*) För redovisningsformeln gäller:

– 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;

– A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtireringen;

– F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den aliquot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

Variant c

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 200 mg.

Svavelsyra 0,5 mol/l som skall tillsättas förlaget: 35 ml.

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

Innehållsdeklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultatet ^(*) (% N = (35 - 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	5	500	50	$(35 - A) \times 1,400$

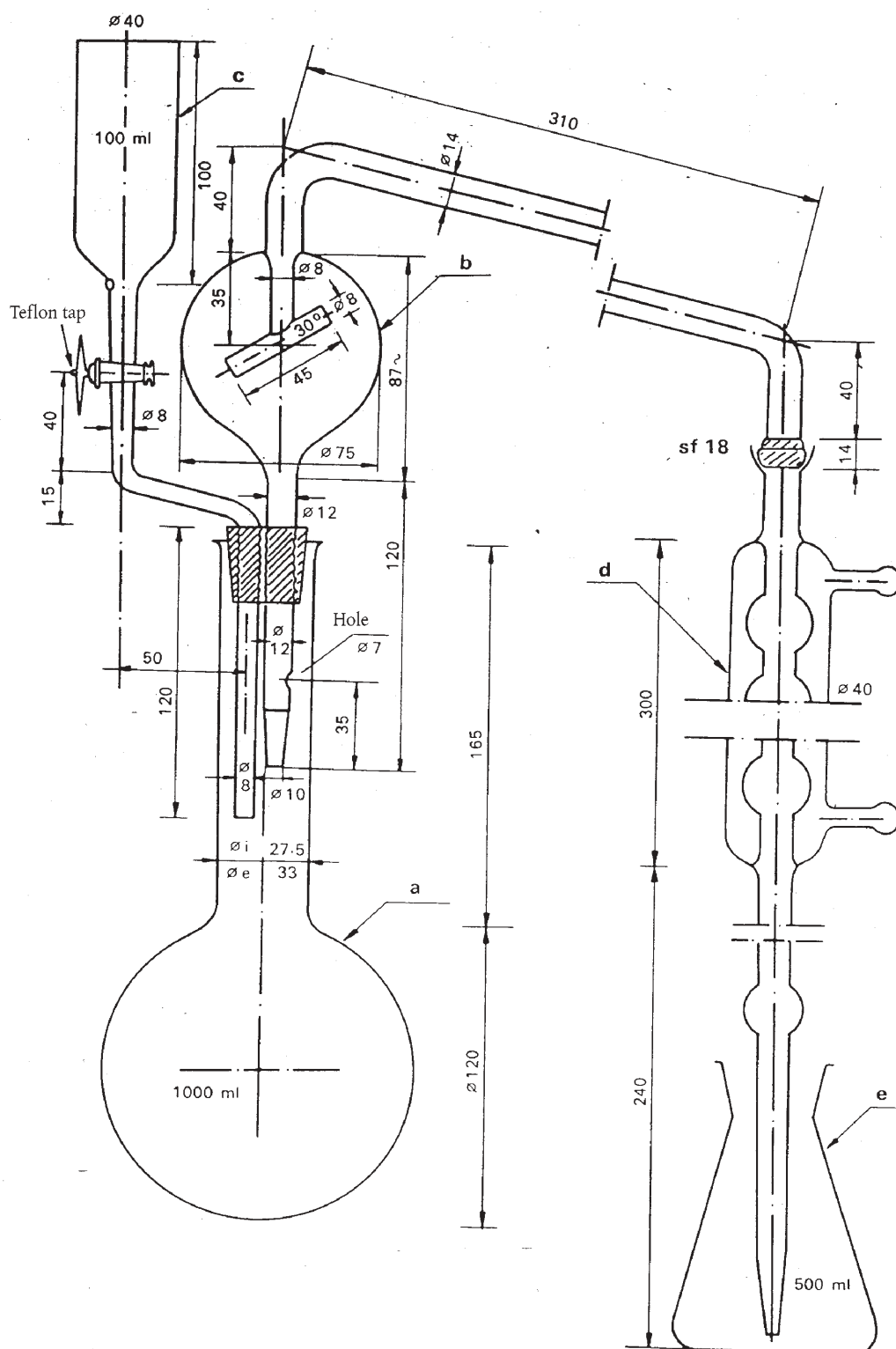
^(*) För redovisningsformeln gäller:

– 50 eller 35 = ml ställd svavelsyralösning som skall tillsättas i förlaget;

– A = ml natrium- eller kaliumhydroxid för återtireringen;

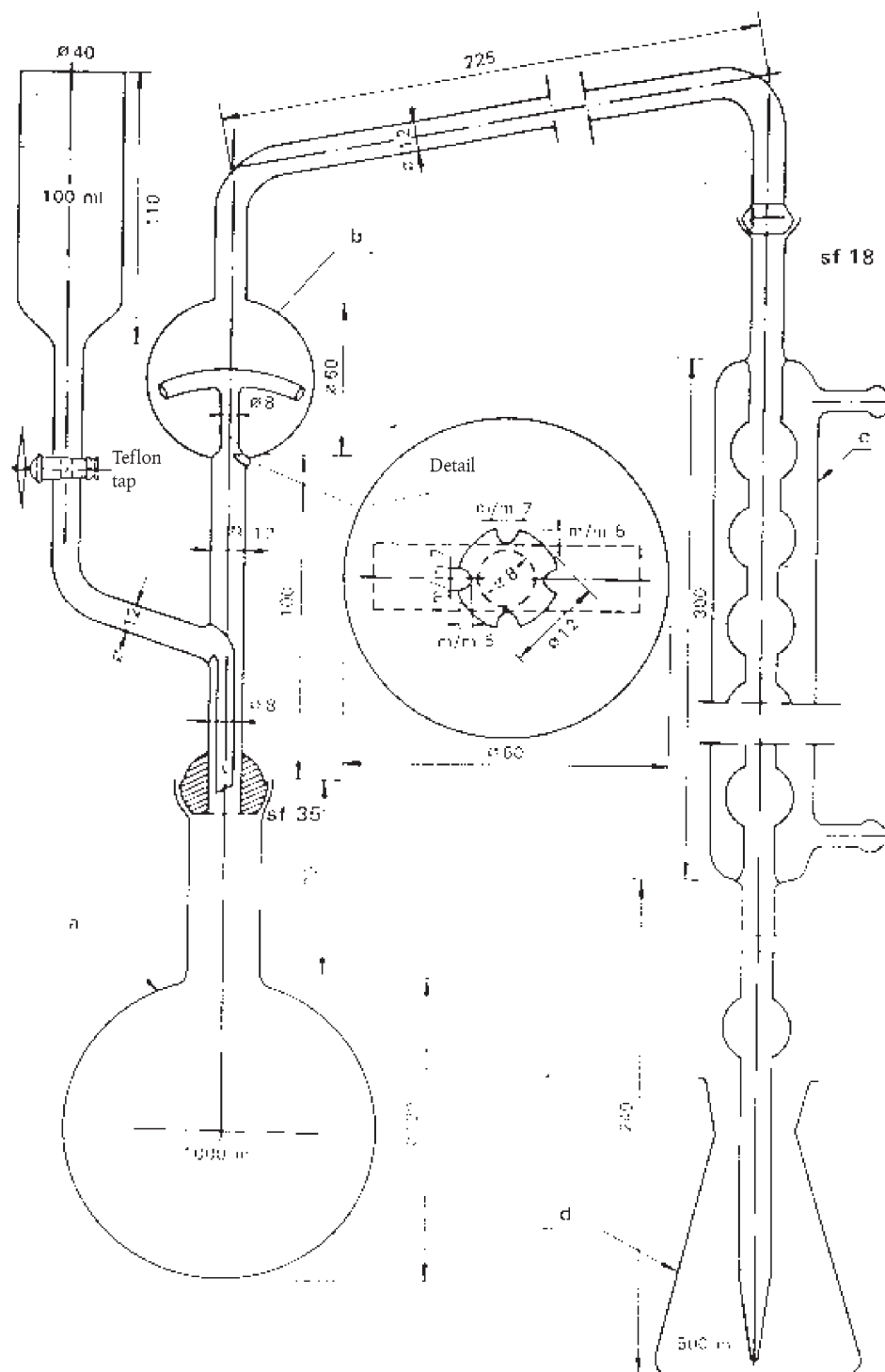
– F = faktor för invägd mängd, utspädningen, den aliquot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalensen.

Figur 1

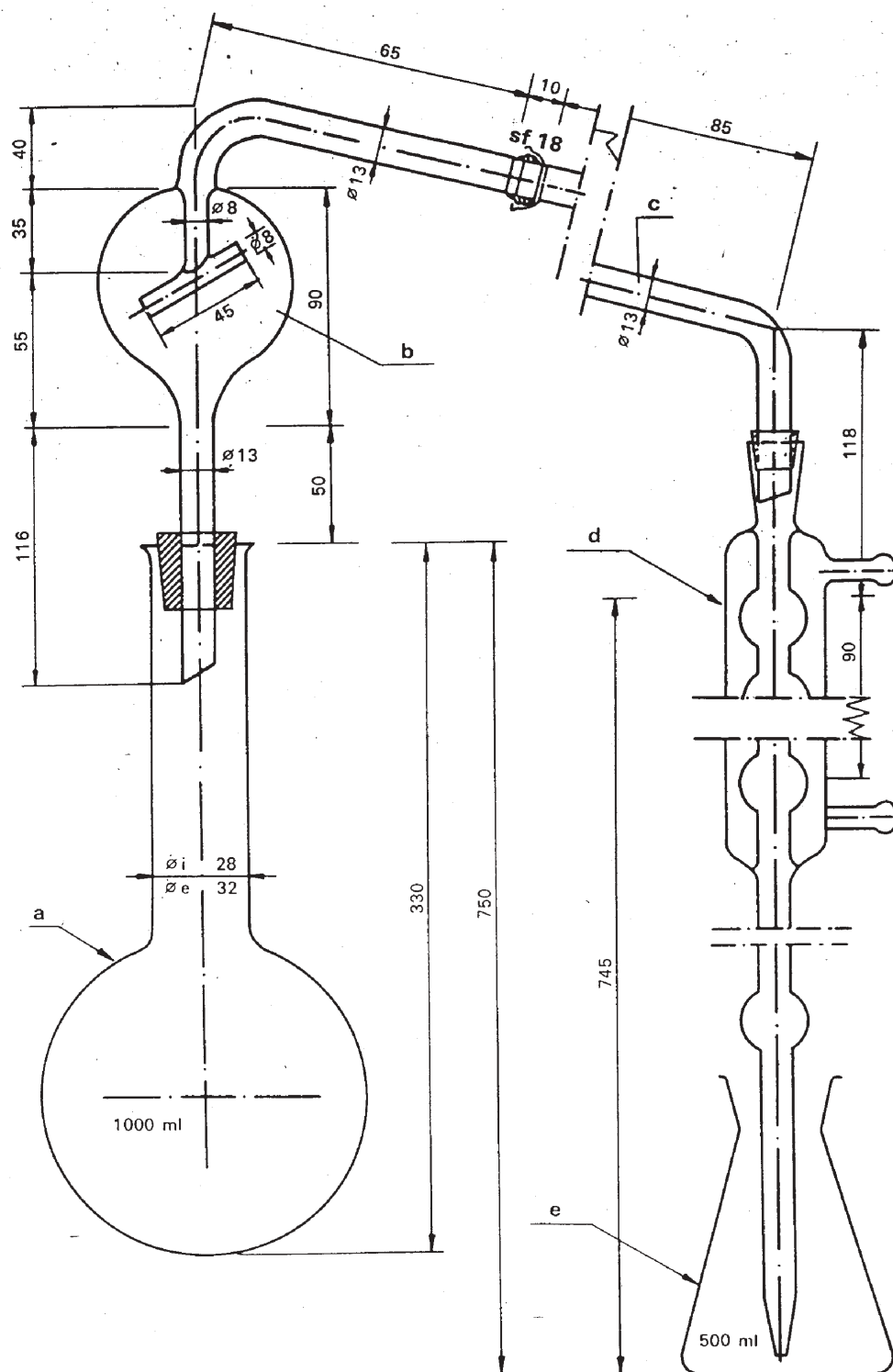


Onsdag 10 april 2002

Figur 2



Figur 3



Onsdag 10 april 2002

Förklaringar till fig. 1, 2, 3 och 4*Figur 1*

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1 000 ml.
- b) Destillationsrör med droppfångare, anslutet till kylaren via en kulslipning (nr 18) (kulslipningen för anslutning till kylaren kan bytas mot en lämplig gummianslutning).
- c) Tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid (kranen kan också bytas ut mot en gummianslutning med en klämma).
- d) Ahlinkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan kulslipningen bytas ut mot en lämplig gummiprop).
- e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 2

- a) Rundkolv med kort hals, kapacitet 1 000 ml, med kulslipning (nr 35).
- b) Destillationsrör med droppfångare, försedd med kulslipning (nr 35) vid inloppet och en kulslipning (nr 18) vid utloppet, vid sidan ansluten till en tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid.
- c) Ahlinkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang.
- d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 3

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1 000 ml, med utkragad mynning.
- b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet.
- c) Krökt rör med kulslipning, nr 18, vid inloppet och en droppkon (anslutningen till destillationsröret kan göras med hjälp av en gummislang i stället för en kulslipning).
- d) Ahlinkylare (sex kulor) med utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang.
- e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 4

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1 000 ml, med utkragad mynning.
- b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet, vid sidan ansluten till en tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid (en lämplig gummiprop kan användas i stället för kulslipningen; kranen kan ersättas av en gummislang med lämplig klämma).

Onsdag 10 april 2002

- c) Ahlinkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan kulslipningen bytas ut mot en lämplig gummipropp).
- d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Metod 2.2

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK

Metod 2.2.1

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT ULSCH

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

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

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

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

4.2. Saltsyralösning, 0,1 mol/l

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

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

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

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

4.7. Indikatorlösningar

4.7.1. Blandindikator.

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

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

Onsdag 10 april 2002

Blanda en del A med två delar B.

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

4.7.2. *Metylröttindikator.*

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

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

4.8. **Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**

4.9. **Natriumnitrat, pro analysi**

5. **UTRUSTNING**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1 "Provberedning".

7. **ANALYSMETOD**

7.1. **Beredning av lösningen**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2. **Förfarande**

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

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

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

7.3. **Blindtest**

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

7.4. **Kontrollprovningar**

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

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

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

Onsdag 10 april 2002

Metod 2.2.2

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT ARND

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Se metod 2.2.1.

3. PRINCIP

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

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

4. REAGENS

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

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

4.2. Saltsyralösning, 0,1 mol/l

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

} för variant a

4.4. Saltsyralösning, 0,2 mol/l

4.5. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.

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

4.6. Saltsyralösning, 0,5 mol/l

4.7. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.

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

4.8. Natriumhydroxidlösning: ca 2 mol/l.

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

4.10. 20 %-ig lösning av magnesiumklorid

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

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

Onsdag 10 april 2002

4.11. Indikatorlösningar**4.11.1. Blandindikator.**

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.11.2. Metylröttindikator.

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

4.11.3. Indikatorlösning av kongorött

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

4.12. Koksten: pimpstensorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**4.13. Natriumnitrat, pro analysi****5. UTRUSTNING**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. ANALYSMETOD**7.1. Beredning av lösningen för analys.**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2. Analys av lösningen

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

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

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

Onsdag 10 april 2002

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

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

7.3. **Blindtest**

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

7.4. **Kontrollprovningar**

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

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

Se metod 2.2.1.

Metod 2.2.3

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH
AMMONIAK ENLIGT DEVARDA

1. **RÄCKVIDD**

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

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Se metod 2.2.1.

3. **PRINCIP**

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

4. **REAGENS**

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

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

4.2 **Saltsyralösning, 0,1 mol/l**

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

för variant a

4.4 **Saltsyralösning, 0,2 mol/l**

4.5 **Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.**

för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1).

Onsdag 10 april 2002

- 4.6 **Saltsyralösning, 0,5 mol/l**
- 4.7 **Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.**
- } för variant c
(se anmärkning 2, metod 2.1).
- 4.8 **Devardas legering pro analysi**
Pulveriserad så att:
- 90-100 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,25 mm² och
 - 50-75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än 0,075 mm².
- Förförpackade flaskor med högst 100 g rekommenderas.
- 4.9. **Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml) ammoniakfri**
- 4.10. **Indikatorlösningar**
- 4.10.1. *Blandindikator.*
Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.
Blanda en del A med två delar B.
indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).
- 4.10.2. *Metylröttindikator*
Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på med vatten till 100 ml och filtrera om så behövs.
Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.
- 4.11. **Etanol, 95-96 %-ig**
- 4.12. **Natriumnitrat, pro analysi**
5. **UTRUSTNING**
Se metod 2.1.
- 5.1. **Destillationsutrustning bestående av en rundkolv av lämplig kapacitet ansluten till en kylare via ett destillationsrör med droppfångare, dessutom försedd med en bubbelfälla på förlaget för att förhindra varje förlust av ammoniak**
Den typ av apparat som godkänts för denna bestämning visas med alla konstruktionsdetaljer i fig. 5.
- 5.2. **Pipetter på 10, 20, 25, 50, 100 och 200 ml**
- 5.3. **En 500 ml-mätkolv**
- 5.4. **Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**
6. **BEREDNING AV PROVET**
Se metod 1.

Onsdag 10 april 2002

7. **FÖRFARANDE**

7.1 **Beredning av lösningen för analys.**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2 **Analys av lösningen**

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

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

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

Tillsätt så mycket vatten i destillationskolven att det blir en total volym på 250 à 300 ml, 5 ml etanol (4.1.1) och 4 g Devardas legering (4.8). (Se anmärkning 2.)

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

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

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

Anmärkning 2: När det förekommer kalciumsalter såsom kalciumnitrat och kalciumammoniumnitrat, måste man förhindra bildning av Ca(OH)_2 genom att före destillationen tillsätta 0,700 g natriumfosfat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) för varje gram i den uttagna delen av provet.

7.3. **Blindtest**

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

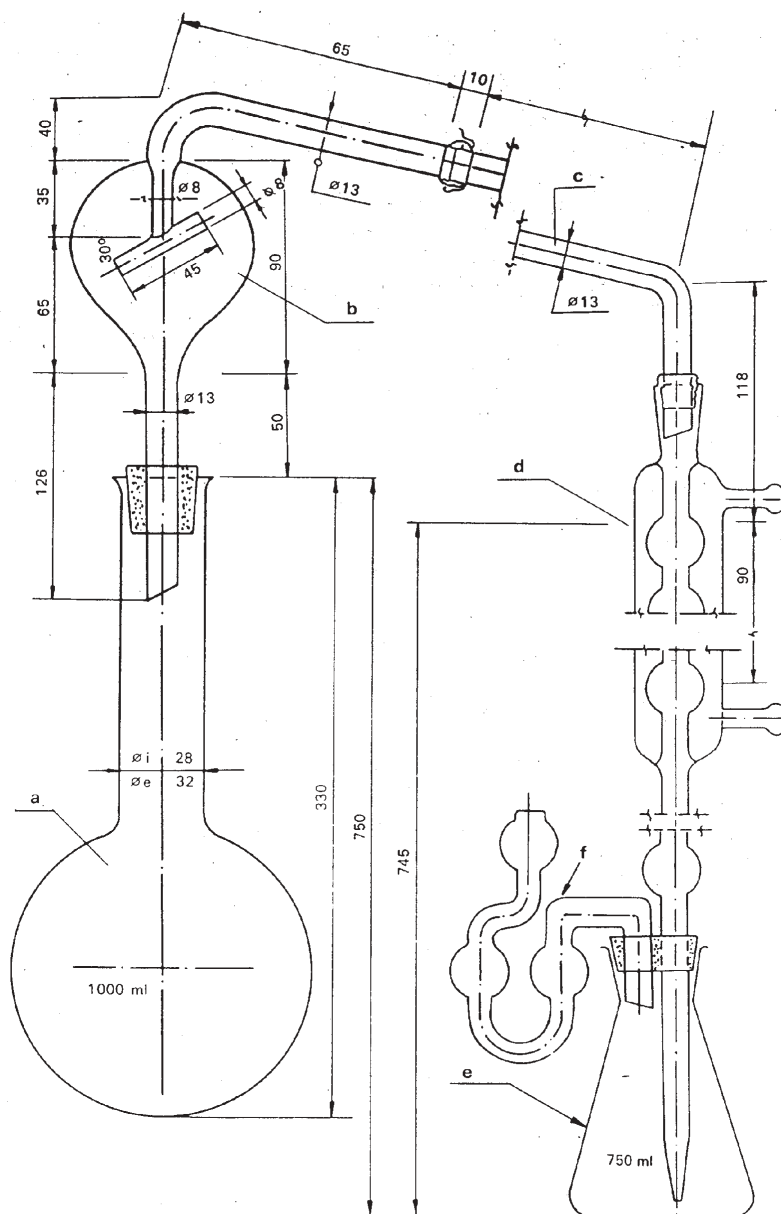
7.4. **Kontrollprovningar**

Kontrollera innan analysen utförs att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används på rätt sätt och använd därvid en del av en nyligen beredd ammoniumsulfatlösning (4.1.2) som innehåller den maximala kvävehalt som föreskrivits för den valda varianten (0,050-0,150 g).

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

Se metod 2.2.1.

Figur 5

**Förklaring till figur 5**

- a) Långhalsad 750 ml-rundkolv (1 000 ml) med utkragad mynning.
- b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning, nr 18, vid utloppet.
- c) Böjt rör med kulslipning, nr 18, vid inloppet och en droppkon vid utloppet (en lämplig gummianslutning kan användas i stället för kulslipningen).
- d) Allihnkylare (sex kulatorer) och ett förlängningsrör monterat på en gummipropp som håller bubbelfällan.

Onsdag 10 april 2002

- e) 750 ml-kolv som förlag.
- f) Bubbelfälla för att förhindra ammoniakförlust.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Metod 2.3

BESTÄMNING AV KVÄVE TOTALT

Metod 2.3.1

**BESTÄMNING AV DEN TOTALA FÖREKOMSTEN
AV KVÄVE I NITRATFRI KALCIUMCYANAMID**

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Uteslutande för kalciumcyanamid (nitratfri).

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

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

4.2. Ammoniumsulfat, pro analysi

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

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

4.5. Saltsyralösning, 0,1 mol/l

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

för variant a
(metod 2.1).

4.7. Saltsyralösning, 0,2 mol/l

4.8. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.

för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1).

Onsdag 10 april 2002

- 4.9. **Saltsyralösning, 0,5 mol/l**
- 4.10. **Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.**
- 4.11. **Indikatorlösningar**
- 4.11.1. *Blandindikator.*
- Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
- Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.
- Blanda en del A med två delar B.
- Indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).
- 4.11.2. *Metylröttindikator*
- Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll till 100 ml med vatten. Filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.
- 4.12. **Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**
- 4.13. **Kaliumtiocyanat, pro analysi**
5. **UTRUSTNING**
- 5.1. **Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".**
- 5.2. **Långhalsad Kjeldahlkolv av lämplig storlek**
- 5.3. **Pipetter på 50, 100 och 200 ml.**
- 5.4. **En 250 ml-mätkolv**
6. **BEREDNING AV PROVET**
- Se metod 1.
7. **FÖRFARANDE**
- 7.1 **Beredning av lösningen för analys.**
- Väg 1 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i Kjeldahlkolven. Tillsätt 50 ml utspädd svavelsyra (4.1), 10 till 15 g kaliumsulfat (4.2) och den föreskrivna katalysatorn (4.3). Värm långsamt för att driva ut vattnet, koka försiktigt i två timmar, låt svalna och späd med 100-150 ml vatten. Låt åter svalna, överför suspensionen kvantitativt till en mätkolv på 250 ml, fyll på vatten så att den blir full, skaka och filtrera med ett torrt filter till en torr kolv.
- 7.2 **Analys av lösningen**
- Överför med pipett 50, 100 eller 200 ml av den erhållna lösningen, beroende på vilken variant som har valts (se metod 2.1) och destillera ammoniak enligt beskrivningen för metod 2.1 med tillsats av så mycket NaOH-lösning (4.4) att det blir ett ordentligt överskott.
- 7.3 **Blindtest**
- Utför ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och ta hänsyn till detta vid beräkningen av slutresultatet.

Onsdag 10 april 2002

7.4. Kontrollprovningar

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

Variant a: % N = $(5 - A) \times 0,7$

Variant b: % N = $(50 - A) \times 0,7$

Variant c: % N = $(35 - A) \times 0,875$

*Metod 2.3.2***BESTÄMNING AV TOTAL FÖREKOMST AV KVÄVE
I KALCIUMCYANAMID SOM INNEHÅLLER NITRATER****1. RÄCKVIDD**

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden är tillämplig på kalciumcyanamid som innehåller nitrater.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

4.1. Svavelsyra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)**4.2. Pulveriserat järn, reducerat i väte****4.3. Kaliumsulfat, finpulveriserat, pro analysi****4.4. Saltsyralösning, 0,1 mol/l****4.5. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 mol/l.**

för variant a
(metod 2.1).

4.6. Saltsyralösning, 0,2 mol/l**4.7. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.**

för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1).

Onsdag 10 april 2002

- 4.8. **Saltsyralösning, 0,5 mol/l**
- 4.9. **Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.**
- } för variant c
(se anmärkning 2, metod 2.1).
- 4.10. **Indikatorlösningar**
- 4.10.1. *Blandindikator.*
- Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
- Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.
- Blanda en del A med två delar B.
- 4.10.2. indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar) av denna indikatorlösning.
- 4.10.2 *Metylröttindikator*
- Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på till 100 ml med vatten och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.
- 4.11. **Lösning av tennklorid**
- Lös 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 400 ml koncentrerad saltsyra ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) och fyll på vatten så att det blir en liter. Lösningen måste vara fullständigt klar och skall beredas omedelbart före användningen. Kom ihåg att kontrollera tennkloridens reduceringsförmåga.
- Anmärkning:*
- Lös 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 2 ml koncentrerad saltsyra ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) och fyll på vatten så att det blir en liter. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och så mycket natriumbikarbonat som behövs för att lösningen skall reagera basiskt vid ett prov med lackmus.
- Titra med 0,1 mol/l jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.
- 1 ml jodlösning 0,1 mol/l motsvarar 0,01128 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- Minst 80 % av allt tenn i en lösning som beretts på detta sätt måste vara i tvåvärd form. För titreringen bör man använda minst 35 ml jodlösning 0,1 mol/l.
- 4.12. **Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH ($d_{20} = 1,33 \text{ g/ml}$) ammoniakfri**
- 4.13. **En standardlösning av nitrat-ammoniak**
- Väg in 2,5 g kaliumnitrat, pro analysi och 10,16 g ammoniumsulfat, pro analysi och placera dem i en 250 ml-mätkolv. Lös i vatten och fyll på till 250 ml. 1 ml av denna lösning innehåller 0,01 g kväve.
- 4.14 **Koksten: pimpstensorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**
5. **UTRUSTNING**
- Se metod 2.3.1.
6. **BEREDNING AV PROVET**
- Se metod 1.

Onsdag 10 april 2002

7. FÖRFARANDE**7.1 Beredning av lösningen**

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

7.2. Analys av lösningen

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

7.3. Blindtest

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

7.4. Kontrollprovningar

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

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

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

Variant a: % N = $(50 - A) \times 0,7$

Variant b: % N = $(50 - A) \times 0,7$

Variant c: % N = $(35 - A) \times 0,875$

Metod 2.3.3**BESTÄMNING AV TOTAL FÖREKOMST AV KVÄVE I UREA****1. RÄCKVIDD**

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden används uteslutande för nitratfria gödselmedel av urea.

Onsdag 10 april 2002

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

4.1. Koncentrerad svavelsyra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)**4.2. Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml) ammoniakfri****4.3. Saltsyralösning, 0,1 mol/l****4.4. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 mol/l.**

för variant a
(metod 2.1).

4.5. Saltsyralösning, 0,2 mol/l**4.6. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 mol/l.**

för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1).

4.7. Saltsyralösning, 0,5 mol/l**4.8. Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 mol/l.**

för variant c
(se anmärkning 2, metod 2.1).

4.9. Indikatorlösningar**4.9.1 Blandindikator.**

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.9.2. Metylröttindikator.

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

4.10. Koksten: pimpstensorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**4.11. Urea, pro analysi****5. UTRUSTNING****5.1. Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".****5.2. En 500 ml-mätkolv****5.3. Pipetter på 25, 50 och 100 ml.**

Onsdag 10 april 2002**6. BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1 Beredning av lösningen**

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

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

7.2. Analys av lösningen

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

7.3. Blindtest

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

7.4. Kontrollprovningar

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

Variant a: % N = $(50 - A) \times 1,12$

Variant b: % N = $(50 - A) \times 1,12$

Variant c: % N = $(35 - A) \times 1,40$

*Metod 2.4***BESTÄMNING AV KVÄVE SOM CYANAMID****1. RÄCKVIDD**

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Kalciumcyanamid och blandningar av kalciumcyanamid och nitrat.

3. PRINCIP

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

Onsdag 10 april 2002

4. REAGENS

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

4.1. Ättiksyra**4.2. Ammoniäklösning innehållande 10 % (massprocent) ammoniakgas ($d_{20} = 0,96$ g/ml)****4.3. Ammoniakalisk silverlösning (Tollens reagens)**

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

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

4.4. Koncentrerad svavelsyra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)**4.5. Ammoniumsulfat, pro analysi****4.6. Kopparoxid (CuO), 0,3 till 0,4 g för varje bestämning eller en motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, mellan 0,95 och 1,25 g för varje bestämning****4.7. Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH ($d_{20} = 1,33$ g/ml) ammoniakfri****4.8. Saltsyralösning, 0,1 mol/l****4.9. Natrium- eller kaliumhydroxidlösning, 0,1 mol/l.****4.10. Indikatorlösningar****4.10.1. Blandindikator.**

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

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

Blanda en del A med två delar B.

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

4.10.2. Metylröttindikator.

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

4.11. Koksten: pimpstensorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats**4.12. Kaliumtiocyanat, pro analysi****5. UTRUSTNING****5.1. Destillationsutrustning, se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".****5.2. En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann)****5.3. Långhalsad Kjeldahlkolv av lämplig kapacitet (300 till 500 ml)****5.4. En 50 ml-pipett****5.5. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**

Onsdag 10 april 2002

6. **BEREDNING**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Säkerhetsåtgärder**

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

7.2. **Beredning av lösningen för analys.**

Väg in 2,5 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en liten glasmortel. Finfördela provet i vatten tre gånger efter varandra och håll varje gång av vattnet i en 500 ml-Stohmannkolv. Överför kvantitativt provet till Stohmannkolven, tvätta morteln, mortelstöten och tratten med vatten. Fyll på vatten så att det blir ungefär 400 ml. Låt skaka i den roterande skakapparaten i två timmar (5.5).

Fyll till 500 ml med vatten, blanda och filtrera.

Analysen måste utföras så snabbt som möjligt.

7.3. **Analys av lösningen**

Överför 50 ml av filtratet till en 250 ml-bägare.

Tillsätt ammoniaklösning (4.2) tills blandningen är lätt alkalisk och tillsätt 30 ml uppvärmd ammoniakalisk silvernitratlösning (4.3) för att fälla ut cyanamidens gula silverförening.

Låt provet stå till nästa dag, filtrera och tvätta fällningen med kallt vatten tills den är helt fri från ammoniak.

Placera filtret och den alltför fuktiga fällningen i en Kjeldahlkolv, tillsätt 10-15 g kaliumsulfat (4.5), katalysator (4.6) i föreskriven mängd och därefter 50 ml vatten och 25 ml koncentrerad svavelsyra (4.4).

Värm långsamt upp kolven under varsam skakning tills innehållet börjar koka. Öka värmen och låt koka tills kolvens innehåll blir färglöst eller blekt grönt.

Fortsätt kokningen i en timme och låt sedan kolvens innehåll svalna.

Överför vätskan kvantitativt från Kjeldahlkolven till destillationskolven, tillsätt lite koksten i form av några pimpstenskorn (4.11) och fyll på vatten så att det blir totalt ca 350 ml. Blanda och låt svalna.

Destillera ammoniakalen enligt metod 2.1, variant a och tillsätt så mycket NaOH-lösning (4.7), att det blir ett stort överskott.

7.4. **Blindtest**

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

7.5. **Kontrollprovningar**

Kontrollera innan analysen utförs, att utrustningen fungerar riktigt och att metoden används rätt genom att använda en lika stor del ställd kaliumtiocyanatlösning (4.12), motsvarande 0,05 g kväve.

Onsdag 10 april 2002

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Redovisa resultatet som den procentuella andelen kväve som cyanamid i det gödselmedel som har mottagits för analys.

$$\% \text{ N} = (50 - A) \times 0,56$$

*Metod 2.5***SPEKTROFOTOMETRISK BESTÄMNING AV BIURET I UREA****1. RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av biuret i urea.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden gäller enbart för urea.

3. PRINCIP

I alkalisk lösning bildar biuret och tvåvärd koppar en violett kopparförening i närvaro av kaliumnatriumtartrat. Lösningens absorbans mäts vid en våglängd på ca 546 nm (nanometer).

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från koldioxid och ammoniak. Vattnets kvalitet är särskilt viktig för denna bestämning.

4.1. Metanol**4.2. Svavelsyralösning, ca 0,1 mol/l****4.3. Natriumhydroxidlösning, ca 0,1 mol/l.****4.4. Alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat**

Lös 40 g natriumhydroxid i 500 ml vatten i en enliters mätkolv och låt svalna. Tillsätt 50 g kaliumnatriumtartrat ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Fyll på vatten till litermärket. Låt lösningen stå i ett dygn innan den används.

4.5. Kopparsulfatlösning

Lös 15 g kopparsulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) i 500 ml vatten i en enliters mätkolv. Fyll på vatten till litermärket.

4.6. Standardlösning av biuret, som används direkt efter beredningen

Lös 0,250 g ren biuret ⁽¹⁾ i vatten i en mätkolv på 250 ml. Fyll på så att det blir 250 ml. 1 ml av denna lösning innehåller 0.001 g biuret.

4.7. Indikatorlösning

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol i en mätkolv på 100 ml och fyll på vatten så att det blir 100 ml. Filtrera om något olöst material återstår.

5. UTRUSTNING**5.1. Spektrometer eller fotometer med filter med en känslighet och noggrannhet som reproducerar mätningar vid T mindre än 0,5 % ⁽²⁾.****5.2. Mätkolvar på 100, 250 och 1000 ml.**

⁽¹⁾ Biuret kan renas i förväg genom tvättning med ammoniaklösning (10 %), därefter med aceton och torkning i vacuum.

⁽²⁾ Se punkt 9 i "Bilagan".

Onsdag 10 april 2002

5.3. **Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25 och 50 ml eller en 25 ml-byrett med 0,05 ml-gradering.**

5.4. **En 250 ml-bägare**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Uppritning av kalibreringskurva**

Överför alikvoter av den ställda biuretlösningen (4.6) på 0, 2, 5, 10, 20, 25 och 50 ml till en serie på sju mätkolvar på 100 ml. Fyll på vatten så att det blir ungefär 50 ml, tillsätt 1 droppe indikatorlösning (4.7) och neutralisera om så behövs med svavelsyra 0,1 mol/l (4.2). Rör i 20 ml alkalisk tartratlösning (4.4) och därefter 20 ml kopparsulfatlösning (4.5).

Anmärkning

Dessa lösningar måste doseras med två precisionsbyretter eller ännu hellre med pipetter.

Fyll på destillerat vatten, så att det blir 100 ml, blanda och låt stå i 15 minuter vid 30 ± 2 °C.

Använd "0"-standardlösningen av biuret som referens och mät varje lösnings absorbans vid en våglängd på ca 546 nm med celler av lämplig tjocklek.

Rita upp kalibreringskurvan med absorbansvärdena på ordinatan(5) och motsvarande mängder biuret i mg på abskissan.

7.2. **Beredning av den lösning som skall analyseras**

Väg in 10 g av ämnet, med en noggrannhet på 0,001 g; lös i ca 150 ml vatten i en 250 ml-mätkolv och fyll till märket. Filtrera om så behövs.

Anmärkning 1

Om det prov som skall analyseras innehåller mer än 0,015 g kväve som ammoniak, skall det lösas upp i 50 ml metanol (4.1) i en 250 ml-bägare. reducera genom avdunstning till en volym på ca 25 ml. Överför kvantitativt till en 250 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten. Filtrera vid behov genom ett torrt veckat filter till en torr behållare.

Anmärkning 2

Eliminering av opalescensen: Om något kolloidalt ämne är närvarande kan det uppstå problem vid filtreringen. I så fall bereds analyslösningen på följande sätt: Lös analysprovet i 150 ml vatten, tillsätt 2 ml saltsyra (1 N) och filtrera lösningen genom två mycket fina filter till en 250 ml-mätkolv. Tvätta filtren med vatten och fyll kolven med vatten. Fortsätt processen enligt den metod som beskrivs i 7.3, "Analys".

7.3. **Bestämning**

Överför 25 eller 50 ml (beroende på antagen biurethalt) från den lösning som nämns i 7.2 med en pipett till en 100 ml-mätkolv, neutralisera vid behov med en 0,1 N reagens (4.2 eller 4.3) med metylrött som indikator och tillsätt 20 ml alkalisk lösning av kaliumnatriumtartrat (4.4) och 20 ml av kopparlösningen (4.5) med samma noggrannhet som när standardkurvan ritades upp. Fyll på vatten till full volym, blanda noga och låt stå i 15 minuter vid 30 ± 2 °C.

Utför sedan de fotometriska mätningarna och beräkna mängden biuret i urean.

Onsdag 10 april 2002

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

$$\% \text{ biuret} = \frac{C \times 2.5}{V}$$

där:

Avläs halten biuret från kalibreringskurvan, där "C" är massan i mg,

"V" är den uttagna alikvotens volym:

9. **BILAGA**

Om "J₀" är intensiteten i en monokromatisk stråle (vid en viss våglängd) innan den passerar genom en transparent kropp och "J" är strålens intensitet efter passagen, blir:

- Transmissionsfaktor: $T = \frac{J}{J_0}$
- graden av ogenomskinlighet, "opaciteten" $O = \frac{J_0}{J}$
- optisk täthet: $E = \log O$
- optiskt täthet per längdenhet i ljusspassagen: $k = \frac{E}{s}$
- koefficient för specifik optisk täthet: $K = \frac{E}{C \times S}$

där:

s = skiktets tjocklek i cm.

c = koncentration i mg per liter.

k = specifik faktor för varje substans enligt Lambert-Beers lag.

*Metod 2.6***BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE I SAMMA PROV***Metod 2.6.1***BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE I SAMMA PROV AV GÖDSELMEDEL
SOM INNEHÅLLER KVÄVE SOM NITRAT, AMMONIAK, UREA OCH CYANAMID**1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av varje form av kväve i närvaro av varje annan form.

2. **TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Varje gödselmedel i bilaga I som innehåller kväve i olika former.

Onsdag 10 april 2002

3. **PRINCIP**

3.1 **Lösligt och olösligt kväve totalt**

Enligt listan över standardgödselmedel (bilaga 1) gäller denna bestämning produkter som innehåller kalciumcyanamid.

3.1.1. *Om inga nitrater förekommer, mineraliseras provet genom direkt Kjeldahluppslutning*

3.1.2. *Om nitrater förekommer i provet, mineraliseras det genom Kjeldahluppslutning efter reduktion med hjälp av metalliskt järn och tenn(II)klorid*

I båda fallen bestäms ammoniaken enligt metod 2.1.

Anmärkning:

Om analysen visar att halten av olösligt kväve är högre än 0,5 %, kan man dra slutsatsen att gödselmedlet innehåller andra former av olösligt kväve som inte finns med i listan i bilaga I.

3.2. **Former av lösligt kväve**

Nedanstående bestäms ur olika alikvoter som tas från samma provlösning:

3.2.1. *Allt lösligt kväve.*

3.2.1.1. *i frånvaro av nitrater genom direkt Kjeldahluppslutning*

3.2.1.2. *i närvaro av nitrater, genom Kjeldahluppslutning av en alikvot som tas från lösningen efter reduktion enligt Ulsch, varvid ammoniaken i båda fallen bestäms enligt metod 2.1.*

3.2.2. *Total mängd lösligt kväve utom kväve som nitrat genom Kjeldahluppslutning efter eliminering av kväve som nitrat i sur lösning med järnsulfat, varvid ammoniaken bestäms enligt beskrivningen för metod 2.1.*

3.2.3. *Kväve som nitrat genom skillnadsbestämning:*

3.2.3.1. *i frånvaro av kalciumcyanamid mellan 3.2.1.2 och 3.2.2 eller mellan total mängd lösligt kväve (3.2.1.2) och summan av kväve som ammoniak och organiskt kväve som urea (3.2.4 + 3.2.5),*

3.2.3.2. *vid förekomst av kalciumcyanamid, mellan 3.2.1.2 och 3.2.2 eller mellan 3.2.1.2 och summan av 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6.*

3.2.4. *Kväve som ammoniak:*

3.2.4.1. *enbart vid förekomst av kväve som ammoniak eller ammoniak plus nitrat, genom att använda metod 1,*

3.2.4.2. *vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid genom kalldestillation efter lätt alkalisering, varvid ammoniaken absorberas i en standardlösning av svavelsyra enligt beskrivningen för metod 2.1.*

3.2.5. *Kväve som urea:*

3.2.5.1. *genom omvandling med urea till ammoniak, som titreras med en ställd saltsyrelösning, eller*

3.2.5.2. *gravimetriskt med xanthydrol: utfälld biuret kan räknas med kväve som urea utan större fel eftersom innehållet i allmänhet förblir lågt i absolut värde i sammansatta gödselmedel, eller*

Onsdag 10 april 2002

3.2.5.3. genom skillnadsbestämning enligt följande tabell:

Fall	Kväve som nitrat	Kväve som ammoniak	Kväve som cyanamid	skillnad
1	Saknas	Finns	Finns	$(3.2.1.1) - (3.2.4.2 + 3.2.6)$
2	Finns	Finns	Finns	$(3.2.2) - (3.2.4.2 + 3.2.6)$
3	Saknas	Finns	Saknas	$(3.2.1.1) - (3.2.4.2)$
4	Finns	Finns	Saknas	$(3.2.2) - (3.2.4.2)$

3.2.6. *Kväve som cyanamid genom fällning som silverförening varvid kvävet i fällningen bestäms med Kjeldahls metod*

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Ammoniumsulfat, pro analysi

4.2. **Pulvriserat järn, som reducerats med väte (föreskriven mängd järn måste kunna reducera minst 50 g kväve som nitrat)**

4.3. Kaliumtiocyanat, pro analysi

4.4. Kaliumnitrat, pro analysi

4.5. Ammoniumsulfat, pro analysi

4.6. Urea, pro analysi

4.7. **Utspädd svavelsyra i förhållandet 1: 1 (volym): en del svavelsyra ($d_{20} = 1.84$ g/ml) i en del vatten**

4.8. **Ställd svavelsyralösning: 0,2 mol/l**

4.9. **Koncentrerad lösning av natriumhydroxid. Vattenhalt ca 30 % (massa/volym) NaOH, ammoniakfri**

4.10. **Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,2 mol/l, karbonatfri**

4.11. Tenn(II)kloridlösning

Lös 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 400 ml koncentrerad saltsyra ($d_{20} = 1.18$ g/ml) och fyll på vatten så att det blir en liter. Lösningen måste vara absolut klar och skall beredas omedelbart före användning.

Anmärkning:

Det är viktigt att man kontrollerar tenn(II)kloridens reduceringsförmåga. Lös 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 2 ml koncentrerad saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) och fyll på vatten så att det blir 50 ml. Tillsätt sedan 5 g Rochellesalt (natriumkaliumtartrat) och därefter så mycket natriumbikarbonat som krävs för att lösningen skall ge alkaliskt utslag på lackmuspapper.

Titra med 0,1 N jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.

4.12. 1 ml jodlösning 0,1 N motsvarar 0,01128 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Minst 80 % av allt tenn i denna lösning måste vara i tvåvärd form. För titreringen måste man därför använda minst 35 ml jodlösning 0,1 N.

Onsdag 10 april 2002

- 4.12. **Svavelsyra ($d_{20} = 1,84$ g/ml)**
- 4.13. **Utspädd saltsyra: en del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten**
- 4.14. **Ättiksyra: 96 till 100 %**
- 4.15. **Lösning av svavelsyra, innehållande ungefär 30 % H_2SO_4 (massa/volym)**
- 4.16. **Järnsulfat, kristallin $FeSO_4 \cdot 7H_2O$**
- 4.17. **Ställd svavelsyralösning: 0,1 mol/l**
- 4.18. **Oktylalkohol**
- 4.19. **Mättad kaliumkarbonatlösning**
- 4.20. **Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,1 mol/l, karbonatfri**
- 4.21. **Mättad bariumhydroxidlösning**
- 4.22. **Natriumkarbonatlösning: 10 % (massa/volym)**
- 4.23. **Saltsyralösning, 2 mol/l.**
- 4.24. **Ställd svavelsyralösning: 0,1 mol/l**
- 4.25. **Ureaslösning**
Tillsätt 0,5 g aktiv ureas till 100 ml destillerat vatten. Justera pH-värdet till 5,4 med 0,1 mol/l saltsyra (4.24), varvid värdet mäts med en pH-mätare.
- 4.26. **Xanthydrol.**
Lösning på 5 % i etanol eller metanol (4.31) (använd inte produkter som ger en hög andel olösligt material). Lösningen kan förvaras i tre månader, väl ljusskyddad i en väl tillsluten flaska.
- 4.27. **Kopparoxid (CuO): 0,3-0,4 g per bestämning eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, 0,95-1,25 g per bestämning**
- 4.28. **Koksten: pimpstenskor som tvättats i saltsyra och kalcinerats.**
- 4.29. **Indikatorlösningar**
- 4.29.1. *Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.*
Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.
Blanda en del A med två delar B.
Denna indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar) av denna indikatorlösning.
- 4.29.2. *Metylröttindikator.*
Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på med vatten till 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.
- 4.30. **Indikatorpapper**
Lackmuspapper, bromtymolblått (eller annat papper som reagerar på pH 6 till 8).
- 4.31. **Etanol eller metanol: lösning 95 %**

Onsdag 10 april 2002

5. UTRUSTNING**5.1. Destillationsutrustning**

Se metod 2.1.

5.2. Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak enligt analysteknik 7.2.5.3 (se fig. 6)

Utrustningen består av ett specialformat kärl med hals av slipat glas, en sidohals, ett anslutningsrör med droppfångare och ett vinkelrätt böjt rör för luftinsläpp. Rören kan anslutas till kärlet med en enkel genomborrad gummipropp. Det är viktigt att ändarna på rören för luftinsläpp är utformade på lämpligt sätt, eftersom gasbubblorna måste bli jämnt fördelade i lösningarna i kärlet och absorptionskärlet. Det bästa arrangemanget är små, svampformade rörändar med en ytterdiameter på 20 mm och med sex 1-mm hål runt periferin.

5.3. Utrustning för bestämning av kväve som urea enligt ureastekniken (7.2.6.1)

Den består av en Erlenmeyerkolv på 300 ml med en separationstratt och ett litet absorptionskärl (se fig. 7).

5.4. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**5.5. pH-mätare****5.6. Justerbar ugn****5.7. Glasutrustning:**

- Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25, 50 och 100 ml,
- långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar,
- mätkolvar på 100, 250, 500 och 1000 ml,
- deglar av sintrat glas, pordiameter 5-15 μ ,
- mortlar.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. ANALYTEKNIK**7.1. Lösligt och olösligt kväve totalt****7.1.1. Utan nitrater****7.1.1.1. Uppslutning**

Väg in en mängd av provet som innehåller högst 100 mg kväve (noggrannhet 0,001 g). Placera den i destillationskolven (5.1.). Tillsätt 10 till 15 g kaliumsulfat (4.1), katalysatorn (4.27) och några pimpstenskor (4.28). Tillsätt sedan 50 ml utspädd svavelsyra (4.7) och blanda omsorgsfullt. Värm först varsamt under långsam omrörning tills skumbildningen upphör. Värm sedan så att vätskan kommer i jämn kokning och håll den kokande i en timme efter det att lösningen har blivit klar och se till att ingen organisk substans fastnar längs kolvens sidor. Låt svalna. Tillsätt försiktigt ungefär 350 ml vatten under omrörning. Se till att upplösningen blir så fullständig som möjligt. Låt svalna och anslut kolven till destillationsapparaten (5.1).

7.1.1.2. Destillation av ammoniak

7.1.1.3. Överför med en precisionspipett 50 ml ställd 0,2 mol/l svavelsyralösning (4.8) till förlaget. Tillsätt indikatorlösning (4.29.1 eller 4.29.2). Se till att kylarens spets är minst 1 cm under lösningens yta.

Onsdag 10 april 2002

Vidta de försiktighetsåtgärder som behövs för att förhindra förlust av ammoniak och tillsätt försiktigt så mycket koncentrerad natriumhydroxidlösning (4.9) som behövs för att lösningen i destillationskolven skall bli starkt alkalisk (120 ml är vanligen tillräckligt), och gör en kontroll genom att tillsätta några droppar fenolftalein. check by adding a few drops of phenolphthalein. Vid slutet av destillationen skall lösningen i kolven fortfarande vara klart alkalisk. Justera uppvärmningen av kolven, så att 150 ml destilleras på en halvtimme. Kontrollera med indikatorpapper (4.30) att destillationen är fullständig. Om så inte är fallet, destillera ytterligare 50 ml och upprepa provet tills det extra destillatet reagerar neutralt på indikatorpapperet (4.30). Sänk sedan förlaget, destillera ytterligare några ml och skölj av spetsen på kylaren. Titrera överskottet syra med en ställd 0,2 mol/l kalium- eller natriumhydroxidlösning (4.10) tills indikatorn ändrar färg.

7.1.1.3. Blindtest

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

7.1.1.4. Redovisning av resultatet

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

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 mol/l (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram.

7.1.2. Vid förekomst av nitrat

7.1.2.1. Prov

Väg in en mängd av provet som inte innehåller mer än 40 mg kväve som nitrat (noggrannhet 0,001 g).

7.1.2.2. Reduktion av nitraten

Blanda provet med 50 ml vatten i en liten mortel. Överför det med en minimimängd destillerat vatten till en 500 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 5 g reducerat järn (4.2) och 50 ml tenn (II) kloridlösning (4.11). Skaka och låt stå i en halvtimme. Rör om efter 10 och efter 20 minuter.

7.1.2.3. Kjeldahluppslutning

Tillsätt 30 ml svavelsyra (4.12), 5 g kaliumsulfat (4.1), föreskriven mängd katalysator (4.27) och lite koksten (4.28). Värm försiktigt upp lösningen med kolven något lutande. Öka långsamt värmen och skaka lösningen ofta för att hålla blandningen suspenderad. Vätskan mörknar och klarnar sedan under bildning av en gulgrön, vattenfri suspension av järnsulfat. Fortsätt uppvärmningen i ytterligare 1 timme efter det att lösningen har klarnat. Låt den svalna. Ta försiktigt upp kolvens innehåll i lite vatten och tillsätt 100 ml vatten i små portioner. Blanda och överför kolvens innehåll till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket, blanda och filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.1.2.4. Analys av lösningen

Överför med pipett till destillationsapparatus kolv (5.1) en aliquot innehållande högst 100 mg kväve. Späd med destillerat vatten till ungefär 350 ml, tillsätt lite koksten (4.28), anslut flaskan till destillationsapparaten och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.1.2.5. Blindtest

Se 7.1.1.3

Onsdag 10 april 2002

7.1.2.6. Redovisning av resultatet

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

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 mol/l (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.1.2.4.

7.2. **Former av lösligt kväve**7.2.1. *Beredning av den lösning som skall analyseras*

Väg in 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och överför till en 500 ml-mätkolv.

7.2.1.1. För gödselmedel som inte innehåller kväve som cyanamid

Tillsätt 50 ml vatten i kolven och därefter 20 ml utspädd saltsyra (4.13). Skaka om och låt lösningen stå, tills utvecklingen av koldioxid har upphört. Tillsätt sedan 400 ml vatten och skaka i en halvtimme i en roterande skakapparat (5.4). Fyll på vatten till 500 ml, blanda och filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.2.1.2. För gödselmedel som innehåller kväve som cyanamid

Tillsätt 400 ml vatten i kolven och några droppar metylrött (4.29.2). Gör om så behövs lösningen sur med ättiksyra (4.14). Tillsätt 15 ml ättiksyra (4.14). Låt skaka i den roterande skakapparaten i två timmar (5.4). Upprepa om så behövs syrsättningen av lösningen genom att tillsätta mer ättiksyra (4.14) medan skakningen pågår. Fyll på vatten till 500 ml, blanda och filtrera omedelbart genom ett torrt filter till ett torrt kärl och bestäm omedelbart halten av kväve som cyanamid.

I båda fallen bestäms de olika lösliga formerna av kväve samma dag som lösningen bereds, först kväve som cyanamid och därefter kväve som urea om båda förekommer.

7.2.2. *Allt lösligt kväve*

7.2.2.1. Utan nitrat

I en 300 ml-Kjeldahlkolv överförs med pipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 100 mg kväve. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.12), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.27) och några pimpstenskor (4.28). Värm först upp långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor blir tydligt synliga. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskor (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.2. Vid förekomst av nitrat

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 40 mg kväve som nitrat till en 500 ml-Erlenmeyer-kolv. I denna fas av analysen är totalmängden kväve inte väsentlig. Tillsätt 10 ml 30 %-ig svavelsyra (4.15), 5 g reducerat järn (4.2) och täck omedelbart över kolven med ett urglas. Värm försiktigt tills reaktionen kommer igång ordentligt utan att bli våldsam. Avsluta då uppvärmningen och låt kolven stå i minst tre timmar i rumstemperatur. Överför vätskan kvantitativt med vatten till en 250 ml-mätkolv, så att oupplöst järn blir kvar och fyll på vatten till märket. Blanda omsorgsfullt och överför med precisionspipett en alikvot innehållande högst 100 mg kväve till en 300 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.12), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.27) och några pimpstenskor (4.28). Värm först upp långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas.

Onsdag 10 april 2002

Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.3. Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.2.4. Redovisning av resultatet

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

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 mol/l (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.2.2.1 eller 7.2.2.2.

7.2.3. Totalt lösligt kväve med undantag av kväve som nitrat

Överför med en precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) till en 300 ml-Kjeldahlkolv, varvid mängden ej får innehålla mer än 50 mg kväve som skall bestämmas. Späd med vatten till 100 ml, tillsätt 5 g järnsulfat (4.16), 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.1) och några pimpstenskorn (4.28). Värm först upp försiktigt och öka sedan värmen tills vita ångor kan skönjas. Fortsätt uppslutningen i 15 minuter. Avsluta då uppvärmningen, tillför kopparoxid (4.27) som katalysator och håll lösningen vid en sådan temperatur att vita ångor avges i ytterligare 10-15 minuter. Låt lösningen svalna och överför sedan kvantitativt innehållet i Kjeldahlkolven till apparatens destillationskolv (5.1). Späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.3.1. Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.3.2. Redovisning av resultatet

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

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 mol/l (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för bedömningen.

7.2.4. Kväve som nitrat**7.2.4.1. Utan kalciumcyanamid**

Erhålls genom skillnaden mellan resultaten från 7.2.2.4 och 7.2.3.2 och mellan resultatet från 7.2.2.4 och summan som erhålls av resultaten från (7.2.5.2 eller 7.2.5.5) och (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6).

Onsdag 10 april 2002

7.2.4.2. Vid förekomst av kalciumcyanamid

Erhålls genom skillnaden mellan resultaten från 7.2.2.4 och 7.2.3.2 och mellan resultatet från 7.2.2.4 och summan av resultaten från (7.2.5.5), (7.2.6.3 eller 7.2.6.5 eller 7.2.6.6) och (7.2.7).

7.2.5. *Kväve som ammoniak*

7.2.5.1. Endast närvaro av kväve som ammoniak och kväve som ammoniak plus nitrat

Överför med precisionspipett en aliquot av filtratet (7.2.1.1) till destillationsapparatusens kolv (5.1), innehållande högst 100 mg kväve som ammoniak. Tillsätt vatten så att det blir totalt ca 350 ml och några pimpstenskor (4.28) för att underlätta kokningen. Anslut kolven till destillationsapparaten, tillsätt 20 ml natriumhydroxidlösning (4.9) och destillera enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.5.2. Redovisning av resultatet

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

där:

a = antal ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 mol/l (4.8) överförs till förlaget med pipett (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den aliquot som togs för bedömningen.

7.2.5.3. Vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid

Överför med precisionspipett till apparatusens torra kolv (5.2) en aliquot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 20 mg kväve som ammoniak. Montera sedan upp utrustningen. Överför med pipett 50 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.17) till en 300 ml-Erlenmeyer-kolv och så mycket destillerat vatten att vätskans yta kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets öppning. Håll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktyalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen. Gör sedan lösningen alkalisk med 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.19) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. För detta erfordras en kraftig luftström (ca 3 liter per minut), som på förhand skall renas genom passering genom tvättflaskor som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man också arbeta i vacuum (vattensug), under förutsättning att inloppsröret är tillräckligt lufttätt anslutet till det kärl där ammoniak samlas upp. Elimineringen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter tre timmar. Det är dock lämpligt att säkerställa detta genom att byta ut mottagarkolven. När detta är klart skiljer man kolven från utrustningen och sköljer spetsen på röret och kolvens sidor med lite destillerat vatten. Titrera överskottet syra med en ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.20) tills indikatorn gråfärgas (4.29.1).

7.2.5.4. Blindtest

Se 7.1.1.3

Onsdag 10 april 2002

7.2.5.5. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en ställd 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom överföring av 50 ml ställd svavelsyralösning 0,1 mol/l (4.17) med en pipett till apparatens Erlenmeyerkolv (5.2),

A = ml av en ställd 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som används för analysen.

7.2.6. *Kväve som urea*

7.2.6.1. Ureasmetoden

Överför med precisionspipett en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) till en 500 ml-mätkolv, varvid alikvoten inte får innehålla mer än 250 mg kväve som urea. För att fälla ut fosfaterna tillsätter man mättad bariumhydroxidlösning (4.21) tills ingen ytterligare fällning sker. Eliminera sedan överskottet bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10 %-ig natriumkarbonatlösning (4.22).

Låt lösningen sedimentera och kontrollera att utfällningen är fullständig. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera genom ett veckat filter. Överför 50 ml av filtratet med pipett till apparatens 300 ml-Erlenmeyerkolv (5.3). Gör filtratet surt med 2 mol/l saltsyra (4.23) tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare (5.5). Öka sedan pH-värdet till 5,4 med 0,1 mol/l natriumhydroxid (4.20).

För att undvika ammoniakförluster vid nedbrytningen med ureas tillsluter man Erlenmeyerkolven med en propp försedd med separertratt och en liten bubbelfälla, som innehåller exakt 2 ml ställd 0,1 mol/l saltsyralösning (4.24). Tillsätt 20 ml av urealösningen (4.25) genom separertratten och låt den stå i en timme vid 20 till 25 °C. Överför sedan 25 ml ställd 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.24) med pipett till separertratten och låt den rinna ner i lösningen och skölj med lite vatten. På samma sätt överför man kvantitativt innehållet i bubbelfällan till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titrera överskottet syra med ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.20) tills pH-mätaren ger pH-värdet 5,4.

7.2.6.2. Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.6.3. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en ställd natrium- eller 0,1 mol/l kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, vilket utförs under exakt samma betingelser som analysen,

A = ml av en ställd 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som används för analysen.

Onsdag 10 april 2002

Anmärkningar:

- (1) Fyll vatten till märket efter fällning med lösningarna av bariumhydroxid och natriumkarbonat, filtrera och neutralisera så snabbt som möjligt.
- (2) Titreringsprovet kan också utföras med indikatorn (4.29.2) men då är slutpunkten svårare att uppfatta.

7.2.6.4. Gravimetrisk analys med xanthydrol

Överför med precisionspipett till en 250 ml-bägare en aliquot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som inte innehåller mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.14). Rör om med en glasstav i en minut och låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera på ett plant filter till en 100 ml-bägare, tvätta med flera milliliter ättiksyra (4.14) och tillsätt sedan 10 ml xanthydrol (4.26) till filtratet, droppe för droppe, under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då i ett par minuter till. Låt sedan lösningen stå i ytterligare en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel, som tidigare torkats och vägts; tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.3) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Placera lösningen i ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt den svalna i en torkugn och väg den.

7.2.6.5. Redovisning av resultatet (fattas ekvation)

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

där:

m_1 = den erhållna fällningens vikt i gram

M_2 = provets vikt i gram närvarande i den aliquot som togs ut för bestämningen.

Justera för blindtest. Biuret kan rent allmänt mätas tillsammans med urea utan större fel, eftersom dess halt i sammansatta gödselmedel är liten i absoluta tal.

7.2.6.6. Genom skillnadsberäkning

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

Fall	Nitrat N	Ammoniak N	Cyanamid N	Urea N
1	Saknas	Finns	Finns	(7.2.2.4) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Finns	Finns	Finns	(7.2.3.2) – (7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Saknas	Finns	Saknas	(7.2.2.4) – (7.2.5.5)
4	Finns	Finns	Saknas	(7.2.3.2) – (7.2.5.5)

7.2.7. Kväve som cyanamid

Tag ut en aliquot av filtratet (7.2.1.2) innehållande 10 till 30 mg kväve som cyanamid och placera det i en bägare på 250 ml. Fortsätt analysen enligt metod 2.4.

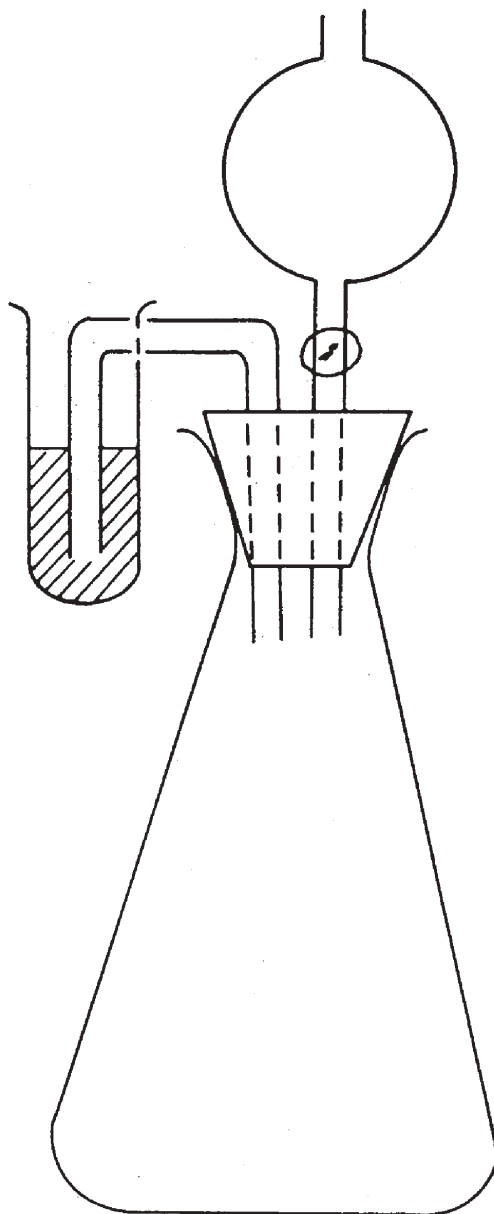
8. REDOVISNING AV RESULTATET

8.1. I vissa fall kan det finnas en skillnad mellan totalt kväve, erhållet direkt från ett invägt prov (7.1) och totalt lösligt kväve (7.2.2). Denna skillnad bör dock inte vara större än 0,5 %. Om så inte är fallet innehåller gödselmedlet olösligt kväve i former som inte finns med i förteckningen i bilaga I.

8.2. Kontrollera före varje analys att utrustningen fungerar korrekt och att metoden används på rätt sätt med hjälp av en standardlösning som innehåller de olika formerna av kväve i proportioner jämförbara med dem som finns i provet. Denna standardlösning bereds av standardlösningar av kaliumtiocyanat (4.3), kaliumnitrat (4.4), ammoniumsulfat (4.5) och urea (4.6).

Figur 7

Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.2.6.1)



Metod 2.6.2

BESTÄMNING AV OLIKA FORMER AV KVÄVE
I GÖDSELMEDEL INNEHÅLLANDE KVÄVE ENBART
SOM NITRAT, AMMONIAK OCH UREA

1. ÄNDAMÅL

Detta dokument är avsett att ange en förenklad metod för bestämning av olika former av kväve i gödselmedel som innehåller kväve endast i form av nitrat, ammoniak och urea.

Onsdag 10 april 2002

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Denna metod kan användas för alla gödselmedel som nämns i bilaga I och som innehåller kväve endast som nitrat, ammoniak eller urea.

3. PRINCIP

Följande bestämningar skall göras på olika delar av samma provlösning:

3.1. Allt lösligt kväve.

3.1.1. Om nitrater inte förekommer: genom direkt Kjeldahluppslutning av lösningen.

3.1.2. Vid förekomst av nitrater: genom Kjeldahluppslutning av en del av lösningen efter reduktion enligt Ulsch. Ammoniak bestäms i båda fallen enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.2. Allt lösligt kväve utom kväve som nitrat genom Kjeldahluppslutning efter eliminering av kväve som nitrat i sur lösning med hjälp av järnsulfat. Ammoniak bestäms enligt beskrivningen för metod 2.1.

3.3. Kväve som nitrat genom skillnadsberäkning mellan 3.1.2 och 3.2, eller mellan allt lösligt kväve (3.1.2) och summan av kväve som ammoniak och som urea (3.4 + 3.5).

3.4. Kväve som ammoniak genom kaldestillation efter alkalisering. Ammoniaken erhålls i en lösning av svavelsyra. Bestäms som i metod 2.1.

3.5. Kväve som urea, antingen

3.5.1. genom omvandling med ureas till ammoniak, som bestäms genom titrering med en ställd saltsyrelösning,

3.5.2. genom gravimetrisk analys med xanhydrol: utfälld biuret kan räknas med kväve som urea utan större fel; innehållet förblir i allmänhet lågt i absolut värde i sammansatta gödselmedel;

3.5.3. genom skillnadsberäkning enligt tabellen:

Fall	Kväve som nitrat	Kväve som ammoniak	skillnad
1	Saknas	Finns	(3.1.1) – (3.4)
2	Finns	Finns	(3.2) – (3.4)

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Ammoniumsulfat, pro analysi

4.2. Järn, pro analysi, vätereducerat (angiven mängd järn måste kunna reducera minst 50 mg kväve som nitrat)

4.3. Kaliumnitrat, pro analysi**4.4. Ammoniumsulfat, pro analysi****4.5. Urea, pro analysi****4.6. Svavelsyralösning, 0,2 mol/l.**

4.7. Koncentrerad natriumhydroxidlösning: ca 30 % (massa/volym) vattenhaltig lösning av NaOH, ammoniakfri

Onsdag 10 april 2002

- 4.8. **Natrium- eller kaliumhydroxidlösning: 0,2 mol/l, karbonatfri**
- 4.9. **Svavelsyradensitet ($d_{20} = 1,84$ g/ml)**
- 4.10. **Utspädd saltsyra: en del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten.**
- 4.11. **Ättiksyra: 96 till 100 %**
- 4.12. **Svavelsyralösning innehållande ca 30 % H_2SO_4 (massa/volym) ammoniakfri.**
- 4.13. **Järnsulfat, kristallin $FeSO_4 \cdot 7H_2O$**
- 4.14. **Titrerad svavelsyralösning: 0,1 mol/l**
- 4.15. **Oktylalkohol**
- 4.16. **Mättad kaliumkarbonatlösning**
- 4.17. **Natrium- eller kaliumhydroxidlösning: 0,1 mol/l**
- 4.18. **Mättad bariumhydroxidlösning**
- 4.19. **Natriumkarbonatlösning: 10 % (massa/volym)**
- 4.20. **Saltsyralösning, 2 mol/l**
- 4.21. **Saltsyralösning, 0,1 mol/l**
- 4.22. **Urealslösning**
Gör en suspension av 0,5 g aktiv ureas i 100 ml destillerat vatten med 0,1 mol/l saltsyra (4.21). Justera pH-värdet till 5,4 med hjälp av en pH-mätare (5.5).
- 4.23. **Xanthydrol.**
5-procentig lösning i etanol eller metanol (4.28) (använd inte produkter som ger en hög andel olösligt material). Lösningen håller sig i 3 månader om den förvaras mörkt i en väl tillsluten flaska.
- 4.24. **Katalysator**
Kopparoxid (CuO): 0,3-0,4 g per bestämning eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat av 0,95-1,25 g.
- 4.25. **Pimpstenskorn, tvättade med saltsyra och kalcinerade**
- 4.26. **Indikatorlösningar**
- 4.26.1. *Blandindikator.*
Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll till en liter.
Blanda en del A med två delar B.
Denna indikator är violett i sur lösning, grå i neutral lösning och grön i alkalisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar) av denna indikatorlösning.
- 4.26.2. *Metylröttindikator.*
Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på med vatten till 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.

Onsdag 10 april 2002

4.27. **Indikatorpapper**

Lackmuspapper, bromtymolblått (eller andra papper som kan registrera pH mellan 6 och 8).

4.28. **Etanol eller metanol: 95 %-ig (massa/volym)**

5. **UTRUSTNING**

5.1. **Destillationsutrustning**

Se metod 2.1.

5.2. **Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak (7.5.1)**

Se metod 2.6.1 och fig. 6.

5.3. **Utrustning för bestämning av kväve som urea med ureasmetoden (7.6.1)**

Se metod 2.6.1 och fig. 7.

5.4. **Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**

5.5. **pH-mätare**

5.6. **Glasutrustning:**

- Pipetter på 2, 5, 10, 20, 25, 50 och 100 ml,
- långhalsade 300 och 500 ml-Kjeldahlkolvar,
- mätkolvar på 100, 250, 500 och 1000 ml,
- deglar av sintrat glas, pordiameter 5-15 µm,
- mortel.

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **METODER**

7.1. **Beredning av lösning som skall analyseras**

Väg in 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och överför andelen till en 500 ml-mätkolv. Tillsätt 50 ml vatten och därefter 20 ml utspädd saltsyra (4.10). Skaka. Låt lösningen stå tills eventuell CO₂-utveckling är avslutad. Tillsätt 400 ml vatten; skaka i en halvtimme; fyll till märket, homogenisera, filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.2. **Total- kväve**

7.2.1. *Utan nitrater*

I en 300 ml-Kjeldahlkolv införs med pipett en aliquot av filtratet (7.1) som innehåller högst 100 mg N. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.9), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g koppar-sulfat (4.24) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.25). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.2.2. *Vid förekomst av nitrater*

Överför med pipett en aliquot av filtratet (7.1) som inte innehåller mer än 40 mg kväve som nitrat, till en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Under denna fas av analysen är totalmängden kväve inte väsentlig. Tillsätt 10 ml 30 %-ig svavelsyra (4.12), 5 g reducerat järn (4.2) och täck omedelbart över kolven med ett urglas. Värm försiktigt tills reaktionen kommer igång ordentligt utan att bli

Onsdag 10 april 2002

våldsam. Sluta uppvärmningen och låt kolven stå i minst 3 timmar vid rumstemperatur. Överför vätskan kvantitativt till en 250 ml-mätkolv utan hänsyn till oupplost järn. Fyll till märket med vatten. Blanda omsorgsfullt. Överför med pipett en alikvot innehållande högst 100 mg kväve till en 300 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.9), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.24) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.25). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.2.3. Blindtest

Utför ett blindtest (utan provet) under samma betingelser och använd resultatet vid beräkningen av slutresultatet.

7.2.4. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,2 mol/l svavelsyralösning placeras i utrustningens förlag (4.6),

A = ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs i 7.2.1 eller 7.2.2.

7.3. Allt kväve utom kväve som nitrat

7.3.1. Analys

Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) till en 300 ml-Kjeldahlkolv, varvid mängden inte får innehålla mer än 50 mg av det kväve som skall bestämmas. Späd med vatten till 100 ml, tillsätt 5 g järnsulfat (4.13), 20 ml koncentrerad svavelsyra (4.9) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först försiktigt och öka sedan värmen tills vita ångor kan skönjas. Fortsätt reaktionen i 15 minuter. Avsluta uppvärmningen och tillför 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.24) som katalysator. Påbörja uppvärmningen igen till en sådan temperatur att vita ångor avges och håll denna temperatur i ytterligare 10 till 15 minuter. Låt lösningen svalna och överför sedan kvantitativt innehållet i Kjeldahlkolven till destillationskärlet (5.1). Späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.2). Anslut kolven till destillationsapparaten och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.3.2. Blindtest

Se 7.2.3.

7.3.3. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml titrerad 0,2 mol/l svavelsyralösning (4.6) överförs med en pipett till utrustningens förlag (4.8),

A = ml av en titrerad 0,2 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som användes för bestämningen.

Onsdag 10 april 2002

7.4. Kväve som nitrat

Erhålls genom beräkning av skillnaden mellan:

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)$$

eller

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)$$

7.5. eller

$$7.5.1. - (7.5.3 + 7.6.6)$$

7.5. Kväve som ammoniak**7.5.1. Analys**

Överför med pipett en del av filtratet (7.1) innehållande högst 20 mg kväve som ammoniak till utrustningens torra kolv (5.2). Montera upp utrustningen. Överför med pipett exakt 50 ml titrerad 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.14) till 300 ml-Erlenmeyerkolven och så mycket destillerat vatten att vätskans nivå kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets mynning. Håll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktyalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen. Tillsätt 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.16) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. Det intensiva luftflöde som behövs för detta (ca 3 liter per minut) har tidigare renats genom passering genom tvättflaskor, som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man använda vakuum (vattensugpump), under förutsättning att anslutningarna mellan apparatens delar är lufttäta.

Utdrivningen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter 3 timmar.

Detta bör man emellertid förvissa sig om genom att byta ut Erlenmeyerkolven. När processen är avslutad, lossar man Erlenmeyerkolven från utrustningen, sköljer inloppsrörets ände och kolvens väggar med lite destillerat vatten och titrerar överskottet syra mot en ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.17).

7.5.2. Blindtest

Se 7.2.3.

7.5.3. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en titrerad natrium- eller kaliumhydroxidlösning 0,1 mol/l (4.17), som används för blindtestet, utfört genom att 50 ml titrerad 0,1 mol/l svavelsyralösning (4.14) med pipett överförs till apparatens Erlenmeyerkolv på 300 ml (5.2),

A = ml av en titrerad natrium- eller 0,1 mol/l kaliumhydroxidlösning, som används för analysen (4.17),

M = provets massa i gram, närvarande i den alikvot som används för analysen.

7.6. Kväve som urea**7.6.1. Ureasmetoden**

1. Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) innehållande högst 250 mg kväve som urea, till en 500 ml-mätkolv. Fäll ut fosfaterna genom att tillsätta en lämplig mängd mättad bariumhydroxidlösning (4.18) tills ytterligare tillsats inte leder till att mera fällning bildas. Eliminera sedan överflödiga bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10 %-ig natriumkarbonatlösning (4.19). Låt lösningen sedimentera och kontrollera att utfällningen är fullständig. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera genom ett veckat filter. Överför 50 ml av filtratet med pipett till utrustningens 300 ml-Erlenmeyerkolv (5.3). Gör filtratet surt med 2 mol/l svavelsyra (4.20), tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare. Öka sedan pH-värdet till 5,4 med natriumhydroxid 0,1 mol/l (4.17). För att undvika ammoniakförluster vid hydrolysen med

Onsdag 10 april 2002

ureas stänger man Erlenmeyerkolven med en propp som sitter i en dropptratt och en liten skyddsbehållare som innehåller exakt 2 ml ställd saltsyrelösning 0,1 mol/l (4.21). För in 20 ml av urealösningen (4.22) genom dropptratten. Låt stå i en timme vid 20-25 °C. Överför sedan 25 ml ställd 0,1 mol/l saltsyrelösning (4.2) med pipett till dropptratten, låt saltsyrelösningen rinna ner i lösningen och skölj sedan med lite vatten. Överför också kvantitativt innehållet i skyddskarlet till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titrera överskottet syra med 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning (4.17), tills pH-värdet 5,4 kan avläsas på pH-mätaren.

Anmärkningar:

1. Efter fällning av bariumhydroxid- och natriumkarbonatlösningarna fyller man på vatten till märket, filtrerar och neutraliserar så snabbt som möjligt.
2. Titringen kan också utföras med indikatorn (4.26), men då är färgändringen svårare att uppfatta.

7.6.2. Blindtest

Se 7.2.3.

7.6.3. Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en titrerad 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.17), som används för blindtestet, vilket utförs på exakt samma villkor som analysen,

A = ml av en titrerad 0,1 mol/l natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.17), som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

7.6.4. Gravimetrisk analys med xanthydrol

Överför med pipett till en 100 ml-bägare en del av filtratet (7.1) som inte får innehålla mer än 20 mg urea. Tillsätt 40 ml ättiksyra (4.11). Rör om med en glasstav i en minut. Låt eventuell fällning sedimentera i fem minuter. Filtrera, tvätta med några ml ättikssyra (4.11). Tillsätt där- efter 10 ml xanthydrol till filtratet, droppe för droppe (4.23), under ständig omrörning med en glasstav. Låt lösningen stå tills fällningen börjar och rör då på nytt i ett par minuter. Låt sedan lösningen stå i en och en halv timme. Filtrera genom en glasfilterdegel som tidigare torkats och vägts; tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.28) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Överför till ugnen och håll en temperatur på 130 °C i en timme (inte över 145 °C). Låt degeln svalna i en torkugn och väg den.

7.6.5. Redovisning av resultatet

$$\% N = \frac{6,67 \times m}{M}$$

där:

m = den erhållna fällningens massa i gram,

M = provets massa i gram i den alikvot som togs ut för bestämningen.

Justera för blindtestet. Biuret kan rent allmänt mätas tillsammans med urea utan större fel, eftersom dess halt i sammansatta gödselmedel är förhållandevis liten i absoluta värden.

Onsdag 10 april 2002

7.6.6. Med skillnadsberäkning

Kväve som urea kan också beräknas enligt följande tabell:

Fall	Nitrat N	Ammoniak N	Urea N
1	Saknas	Finns	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Finns	Finns	(7.3.3) – (7.5.3)

8. VERIFIERING AV RESULTATET

Kontrollera före varje analys att utrustningen fungerar rätt och att metoderna tillämpas på rätt sätt, med hjälp av en standardlösning som innehåller de olika formerna av kväve i proportioner som är jämförbara med de i provet. Denna standardlösning bereds av titrerade lösningar av kaliumnitrat (4.3), ammoniumsulfat (4.4) och urea (4.5).

Metod 3

FOSFOR

Metod 3.1

EXTRAKTION

Metod 3.1.1

EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I MINERALSYROR

1. RÄCKVIDD

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är lös i mineralsyror.

2. TILLÄMNINGSOMRÅDE

Gäller enbart fosfathaltiga gödselmedel enligt bilaga I.

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor i gödselmedel med en blandning av salpetersyra och svavelsyra.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Svavelsyra ($d_{20} = 1,84$ g/ml).4.2. Salpetersyra ($d_{20} = 1,40$ g/ml).

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

5.1. En Kjeldahlkolv med en kapacitet på minst 500 ml eller en 250 ml-rundbottnad kolv med ett glaströr som bildar en återloppskylare.

5.2. En 500 ml-mätkolv.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1. Provtagning

Väg 2,5 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i en torr Kjeldahlkollen.

Onsdag 10 april 2002

7.2. Extraktion

Tillsätt 15 ml vatten och rör om så att provet suspenderas. Tillsätt 20 ml salpetersyra (4.2) och tillsätt försiktigt 30 ml svavelsyra (4.1).

När den första våldsamma reaktionen har upphört kokar man långsamt upp kolvens innehåll och låter det sjuda i 30 minuter. Låt kolven svalna och tillsätt försiktigt ungefär 150 ml vatten under omrörning. Fortsätt kokningen i 15 minuter.

Låt lösningen svalna helt och hållet och överför den kvantitativt till en 500 ml-mätkolv och fyll på vatten till märket. Blanda och filtrera genom ett torrt, veckat och fosfatfritt filter och kasta den första delen av filtratet.

7.3. Bestämning

Fosforbestämningen utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt.

*Metod 3.1.2***EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I 2-PROCENTIG MYRSYRA (20 g per liter)****1. RÄCKVIDD**

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är löslig i 2-procentig myrsyra (20 g per liter).

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Enbart mjuka råfosfater.

3. PRINCIP

För att skilja mellan hårda råfosfater och mjuka råfosfater extraheras sådan fosfor som är löslig i myrsyra under vissa betingelser.

4. REAGENS**4.1 Myrsyra 2-procentig (20 g per liter)**

Anmärkning: Blanda 82 ml myrsyra (koncentration 98 till 100 %; $d_{20} = 1,22$ g/ml) till en volym på 5 liter destillerat vatten.

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

5.1. En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann)**5.2. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)****6. BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1. Provtagning**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en torr, bredhalsad Stohmannkolv graderad upp till 500 ml (5.1).

7.2. Extraktion

Rotera kontinuerligt kolven för hand medan 2-procentig myrsyra tillsätts vid 20 ± 1 °C (4.1) tills den är ca 1 cm under graderingen och fyll på med vatten upp till strecket. Tillslut kolven med en gummipropp och låt skaka i 30 minuter vid 20 ± 2 °C på en roterande skakapparat (5.2).

Onsdag 10 april 2002

Filtrera lösningen genom ett torrt, veckat fosfatfritt filter till ett torrt glaskärl. Kasta den första delen av filtratet.

7.3. **Bestämning**

Bestäm fosforhalten enligt metod 3.2 i en aliquot av det helt klara filtratet.

Metod 3.1.3

EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I 2-PROCENTIG CITRONSyra
(20 g per liter)

1. **RÄCKVIDD**

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är lös i 2-procentig myrsyra (20 g per liter).

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Gäller endast slagg (se bilaga I A).

3. **PRINCIP**

Extraktion av fosfor från gödselmedel med en 2-procentig citronsyrelösning (20 g per liter) under givna betingelser.

4. **REAGENS**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. **2-procentig citronsyrelösning (20 g per liter), beredd av kristalliserad citronsyra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)**

Anmärkning: Verifiera citronsyrelösningens koncentration genom att titrera 10 ml av lösningen med en ställd 0,1 mol/l natriumhydroxidlösning med fenolftalein som indikator.

Om lösningen är korrekt skall 28,55 ml av standardlösningen gå åt.

5. **UTRUSTNING**

5.1. **Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Analysen utförs på produkten i det skick den mottagits i efter omsorgsfull blandning av det ursprungliga provet för att säkerställa att det är homogent. Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Provtagning**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en torr kolv, med tillräckligt vid hals, och en volym på 600 ml, så att vätskan kan skakas ordentligt.

7.2. **Extraktion**

Tillsätt 500 ± 1 ml citronsyrelösning vid 20 ± 1 °C. Skaka kolven kraftigt för hand när de första millilitrarna reagenslösning tillsätts, så att det inte bildas klumpar och för att förhindra att ämnet fastnar längs kolvens sidor. Tillslut kolven med en gummiprop och låt skaka i den roterande skakapparaten (5.1) i exakt 30 minuter vid en temperatur på 20 ± 2 °C.

Filtrera omedelbart genom ett torrt, veckat fosfatfritt filter till ett torrt glaskärl och kasta de första 20 ml av filtratet. Fortsätt filtreringen tills det erhållna filtratet räcker för att bestämma fosforhalten.

Onsdag 10 april 2002

7.3. Bestämning

Fosforextrakt bestäms enligt metod 3.2 på en aliquot av den lösning som erhålls på detta sätt.

*Metod 3.1.4***EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I NEUTRALT AMMONIUMCITRAT****1. RÄCKVIDD**

Här beskrivs förfarandet för bestämning av fosfor som är lösligt i neutralt ammoniumcitrat.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla gödselmedel som enligt bestämmelserna skall vara lösliga i neutralt ammoniumcitrat (se bilaga I).

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor vid en temperatur på 65 °C med en lösning av neutralt ammoniumcitrat (pH 7,0) under givna betingelser.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Neutral lösning av ammoniumcitrat (pH 7,0)

Varje liter av denna lösning skall innehålla 185 g kristalliserad citronsyra och ha en specifik vikt av 1,09 vid 20 °C och pH-värdet 7.

Reagenset bereds på följande sätt:

Lös 370 g kristalliserad citronsyra ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) i ungefär 1,5 liter vatten och gör en i det närmaste neutral lösning genom att tillsätta 345 ml ammoniumhydroxidlösning (28-29 % NH_3). Om NH_3 -koncentrationen är lägre än 28 %, tillsätts motsvarande större mängd ammoniumhydroxidlösning och citronsyran späds ut med en i motsvarande grad mindre vattenmängd.

Låt svalna och gör lösningen exakt neutral genom att hålla elektroderna på en pH-mätare neddoppade i lösningen. Tillsätt ammoniak vid 28-29 % NH_3 droppe för droppe under ständig omrörning (med mekanisk omrörare) tills pH-värdet blivit exakt 7 vid en temperatur av 20 °C. Fyll då på vatten så att det blir totalt två liter och kontrollera åter pH-värdet. Förvara reagenset i ett tillslutet kärl och kontrollera pH-värdet regelbundet.

5. UTRUSTNING**5.1. En 2 000 ml-bägare****5.2. pH-mätare****5.3. En 200 ml- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv****5.4. Mätkolvar på 500 ml och en på 2 000 ml****5.5. Vattenbad som kan ställas in på 65 °C med termostat, försett med lämplig mekanisk omrörare (se fig. 8)****6. BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

Onsdag 10 april 2002

7. FÖRFARANDE**7.1. Provtagning**

Överför 1 eller 3 g av det gödselmedel som skall analyseras (se bilaga 1 A och B till förordningen) till en 200- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv, innehållande 100 ml ammoniumcitratlösning som redan har värmts upp till 65 °C.

7.2. Analys av lösningen

Sätt en propp i Erlenmeyerkolven och skaka den så att gödselmedlet sprids i lösningen utan att det bildas klumpar. Tag bort proppen ett ögonblick för att balansera trycket och tillslut åter kolven. Placera kolven i ett vattenbad med en temperatur som håller kolvens innehåll vid exakt 65 °C och anslut den till omröraren (fig. 8). Under omrörningen måste suspensionen i kolven ständigt vara under vattennivån i vattenbadet ⁽¹⁾. Omrörningen regleras så att suspensionen blir fullständig.

Lyft upp Erlenmeyerkolven ur vattenbadet sedan omrörningen pågått i exakt en timme.

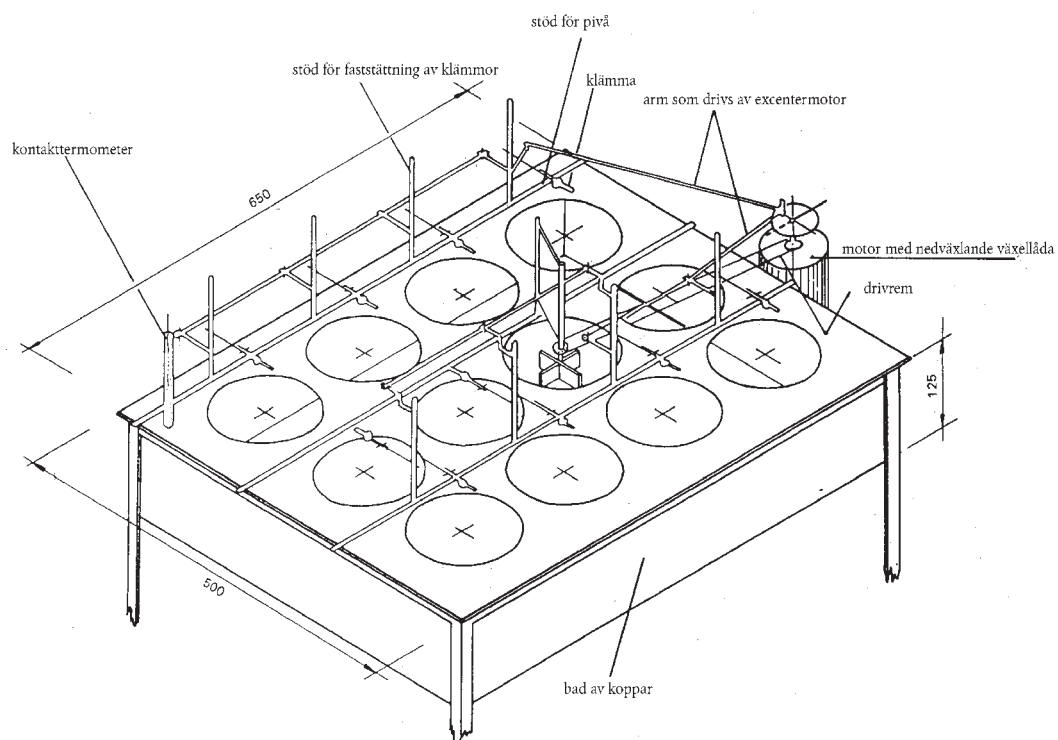
Kyl omedelbart lösningen till rumstemperatur under rinnande vatten och överför sedan kvantitativt innehållet i Erlenmeyerkolven till en 500 ml-mätkolv med en vattenstråle (sprutflaska). Fyll på vatten upp till märket. Blanda väl. Filtrera genom ett torrt veckat filter (medelsnabbt och fosfatfritt) till en torr behållare och kasta den första delen av filtratet (ca 50 ml).

Ungefär 100 ml klart filtrat kommer att samlas upp.

7.3. Bestämning

Bestäm fosforhalten i det på så sätt erhållna extraktet enligt metod 3.2.

Figur 8



⁽¹⁾ Om ingen mekanisk omrörare finns tillgänglig kan kolven skakas för hand var femte minut.

Onsdag 10 april 2002

Metod 3.1.5

EXTRAKTION MED ALKALISKT AMMONIUMCITRAT

Metod 3.1.5.1

Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid 65 °C

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av löslig fosfor i alkaliskt ammoniumcitrat.

2. **TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Uteslutande för utfällt dikalciumfosfatdihydrat ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

3. **PRINCIP**

Extraktion av fosfor vid en temperatur av 65 °C med en alkalisk lösning av ammoniumcitrat (Petermann) under särskilda betingelser.

4. **REAGENS**

Destillerat vatten eller demineraliserat vatten som har samma egenskaper som destillerat vatten.

4.1. **Petermanns lösning.**4.2. **Egenskap**

Citronsyra ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$): 173 g per liter.

Ammoniak: 43 g kväve som ammoniak per liter.

pH mellan 9,4 och 9,7.

Beredning av diammoniumcitrat

Lös 931 g diammoniumcitrat (molekylmassa 226,19) i ungefär 3 500 ml vatten i en 5-liters mätkolv. Placera kolven i ett bad med rinnande vatten, blanda och låt svalna och tillsätt små mängder ammoniak. För t.ex. $d_{20} = 906 \text{ g/ml}$, motsvarande nivå på 20,81 massprocent kväve som ammoniak, måste man använda 502 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20 °C och fyll på destillerat vatten så att kolven blir fylld. Blanda.

Beredningar från citronsyra och ammoniak

Lös 865 g citronsyremonohydrat i ungefär 2 500 ml vatten i ett femliters kärl. Placera kärlet i ett isbad och tillsätt små mängder ammoniaklösning under ständigt skakande, med hjälp av en tratt, vars skaft är nedsänkt i citronsylösningen. För t.ex. $d_{20} = 906 \text{ g/ml}$, motsvarande nivå på 20,81 massprocent kväve som ammoniak, måste man använda 1 114 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20 °C och överför lösningen till en mätkolv på 5 000 ml. Fyll på vatten till märket och blanda.

Kontrollera halten av kväve som ammoniak på följande sätt

Överför 25 ml av lösningen till en mätkolv på 250 ml och fyll på destillerat vatten till märket. Blanda. Bestäm halten av kväve som ammoniak i 25 ml av denna lösning enligt metod 2.1. Om lösningen är korrekt måste man använda 15 ml 0,5 N H_2SO_4 .

Om halten kväve som ammoniak är större än 42 g per liter, kan man driva ut NH_3 med ett ädelgasflöde eller genom uppvärmning som återstället pH till 9,7. Utför en ny bestämning.

Onsdag 10 april 2002

Om halten kväve som ammoniak är lägre än 42 g per liter skall ammoniaklösning tillsättas enligt följande formler:

$$M = (42 - n \times 2,8) \times \frac{500}{20,81} \text{ g}$$
$$\text{eller en mängd } V = \frac{M}{0,906} \text{ vid } 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Om V är mindre än 25 ml, görs tillsatsen direkt till femliterskolven tillsammans med $V \times 0,173$ pulveriserad citronsyra.

Om V är större än 25 ml, kan det vara lämpligt att bereda ytterligare en liter reagenslösning på följande sätt:

Väg in 173 g citronsyra. Lös den i 500 ml vatten. Vidta de angivna försiktighetsåtgärderna och tillsätt inte mer än $225 + V \times 1206$ ml av den ammoniaklösning som användes för beredning av fem liter reagensmedel. Fyll på vatten till märket. Blanda.

Blanda denna liter med de 4 975 ml som redan har beretts.

5. **UTRUSTNING**

5.1. **Vattenbad som kan hållas vid en temperatur på $65 \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$.**

5.2. **n 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann)**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Provtagning**

Väg in 1 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och överför det till 500 ml-mätkolven (5.2).

7.2. **Extraktion**

Tillsätt 200 ml alkalisk ammoniumcitratlösning (4.1). Tillslut kolven och skaka den kraftigt för hand, så att det inte bildas klumpar, och för att förhindra att något av materialet fastnar längs sidorna.

Placera kolven i vattenbad vid $65 \text{ }^{\circ}\text{C}$ och skaka var femte minut under den första halvtimmen. Tag tillfälligt ut proppen efter varje omskakning för att jämna ut trycket. Vattenbadets nivå bör vara över vätskenivån i kolven. Låt kolven vara kvar i vattenbadet i ytterligare en timme vid $65 \text{ }^{\circ}\text{C}$ och skaka var tionde minut. Tag ur kolven och låt den svalna till en temperatur på ca $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Fyll på vatten till 500 ml. Blanda och filtrera genom ett torrt veckat filter som är fosfatfritt. Kasta den första delen av filtratet.

7.3. **Bestämning**

Bestämning av det extraherade fosfatet utförs enligt metod 3.2 på en alikvot av den lösning som erhållits på detta sätt.

Metod 3.1.5.2

Extraktion av löslig fosfor enligt petermann vid rumstemperatur

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor som är löslig i kallt alkaliskt ammoniumcitrat.

2. **TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Enbart söndervittrade fosfater.

Onsdag 10 april 2002

3. PRINCIP

Extraktion av fosfor vid en temperatur på ca 20 °C med alkalisk lösning av ammoniumcitrat (Petermanns lösning) under givna betingelser.

4. REAGENS

Se metod 3.1.5.1.

5. UTRUSTNING**5.1. Vanlig laboratorieutrustning och en 250 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann)****5.2. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)****6. BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1. Provtagning**

Väg in 2,5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en 250 ml-mätkolv (5.1).

7.2. Extraktion

Tillsätt lite Petermanns lösning vid 20 °C, skaka mycket kraftigt så att det inte bildas klumpar och för att förhindra att något av vätskan fastnar längs kolvens sidor. Fyll på Petermanns lösning upp till märket och tillslut kolven med en gummipropp.

Låt skaka i två timmar med den roterande skakapparaten (5.2). Filtrera omedelbart genom ett torrt, veckat, fosfatfritt filter till en torr behållare och kasta den första delen av filtratet.

7.3. Bestämning

Fosforbestämningen utförs enligt metod 3.2 på en aliquot av den lösning som erhållits på detta sätt.

Metod 3.1.5.3

Extraktion av löslig fosfor Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor som är löslig i alkaliskt ammoniumcitrat enl. Joulie.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla enkla och sammansatta fosfathaltiga gödselmedel, i vilka fosfatet förekommer som aluminiumkalciumfosfat.

3. PRINCIP

Extraktion genom kraftig skakning med en alkalisk lösning av ammoniumcitrat av en definierad sammansättning (i närvaro av oxin där så är lämpligt) vid ca 20 °C.

Onsdag 10 april 2002**4. REAGENS**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat.

Lösning innehåller 400 g citronsyra och 153 g NH_3 per liter. Dess halt av fri ammoniak är ungefär 55 g per liter. Den kan beredas med några av nedanstående metoder.

4.1.1. Lös 400 g citronsyra ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) i ca 600 ml ammoniak ($d_{20} = 0,925 \text{ g/ml}$ dvs. 200 g NH_3 per liter) i en enliters mätkolv. Denna citronsyra tillsätts efterhand i mängder på 50-80 g, medan temperaturen hålls under 50 °C. Fyll på ammoniak till en liter.

4.1.2. Lös 432 g dibasiskt ammoniumcitrat ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$) i 300 ml vatten i en enliters mätkolv. Tillsätt 440 ml ammoniak ($d_{20} = 0,925 \text{ g/ml}$). Fyll på vatten upp till en liter.

Anmärkning:

Verifiering av total ammoniakhalt

Tag ett 10 ml-prov av citratlösningen och placera det i en 250 ml-kolv. Fyll på destillerat vatten tills kolen är fylld. Bestäm halten av kväve som ammoniak för 25 ml av denna lösning enligt metod 2.1.

$$1 \text{ ml H}_2\text{SO}_4 \text{ 0,5 mol/l} = 0,008516 \text{ g NH}_3$$

Under dessa betingelser anses reagensen vara korrekt när antalet milliliter efter titrering ligger mellan 17,7 och 18 ml.

Om så inte är fallet, tillsätts 4,25 ml ammoniak ($d_{20} = 0,925 \text{ g/l}$) per 0,1 ml under 18 ml enligt ovan.

4.2. Pulveriserad 8-hydroxykinolin (oxin)**5. UTRUSTNING**

5.1. Vanlig laboratorieutrustning och en liten mortel av glas eller porslin med mortelstöt

5.2. 500 ml-mätkolvar

5.3. En 1 000 ml-mätkolv

5.4. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1. Provtagning**

Väg in 1 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,0005 g och placera det i en liten mortel. Tillsätt ungefär 10 droppar citrat (4.1) för att fukta det och krossa det varsamt med mortelstöten.

7.2. Extraktion

Tillsätt 20 ml ammoniumcitrat (4.1), blanda till en pasta och låt den sätta sig i ungefär en minut.

Onsdag 10 april 2002

Häll upp vätskan i en 500 ml-mätkolv och sila samtidigt ifrån de partiklar, som eventuellt inte krossats i pastan. Tillsätt 20 ml citratlösning (4.1) till återstoden, bearbeta den till en pasta enligt ovan och häll upp vätskan i mätkolven. Upprepa detta fyra gånger, så att allt material kan hållas ned i kolven vid slutet av den femte bearbetningen. Hela mängden citrat som används för detta måste vara ca 100 ml.

Skölj mortelstöten och morteln ovanför mätkolven med 40 ml destillerat vatten.

Sätt en propp i kolven och låt den skaka i tre timmar på den roterande skakapparaten (5.4).

Låt kolven stå i 15-16 timmar och skaka den återigen under samma betingelser i tre timmar. Under hela detta arbete skall temperaturen hållas vid 20 ± 2 °C.

Fyll på destillerat vatten upp till märket. Filtrera genom ett torrt filter, kasta den första delen av filtratet och samla upp det klara filtratet i en torr kolv.

7.3. **Bestämning**

Bestämningen av extraherad fosfor utförs enligt metod 3.2 på en aliquot av en lösning som erhållits på detta sätt.

8. **BILAGA**

Användningen av oxin gör att man kan tillämpa denna metod på gödselmedel som innehåller magnesium. Detta rekommenderas när förhållandet mellan magnesium och fosforpentoxid är högre än 0,03 ($\text{Mg}/\text{P}_2\text{O}_5 > 0,03$). Om så är fallet, tillsätts 3 g oxin till det fuktiga provet för analys. Användningen av oxin där det inte förekommer magnesium torde för övrigt inte störa den efterföljande bestämningen. Men om man är säker på att magnesium inte förekommer behöver man inte använda oxin.

Metod 3.1.6

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIG FOSFOR

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av vattenlöslig fosfor.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Alla gödselmedel, inklusive sammansatta gödselmedel, vilkas halt av vattenlöslig fosfor skall bestämmas.

3. **PRINCIP**

Extraktion i vatten genom skakning under givna betingelser.

4. **REAGENS**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

5. **UTRUSTNING**

5.1. **En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann)**

5.2. **Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

Onsdag 10 april 2002

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Provtagning**

Väg in 5 g av det beredda provet med en noggrannhet av 0,001 g och placera det i en 500 ml-mätkolv (5.1).

7.2. **Extraktion**

Tillsätt 450 ml vatten, vars temperatur måste vara mellan 20 och 25 °C.

I en roterande skakapparat (5.2) i 30 minuter.

Fyll på vatten upp till märket, blanda omsorgsfullt genom att skaka och filtrera genom ett torrt, veckat, fosfatfritt filter till en torr behållare.

7.3. **Bestämning**

Fosforhalten bestäms på en aliquot av den lösning som erhållits på detta sätt enligt metod 3.2.

Metod 3.2

BESTÄMNING AV EXTRAHERAD FOSFOR

(Gravimetrisk metod med användning av kinolinmolybdofosfat)

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av fosfor i extrakt av gödselmedel.

2. **TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Metoden kan användas på alla extrakt av gödselmedel⁽¹⁾ för bestämning av olika former av fosfor.

3. **PRINCIP**

Efter eventuell hydrolys fälls fosfor ut i sur lösning som kinolinmolybdofosfat.

Efter filtrering och tvättning torkas fällningen vid 250 °C och vägs.

Under ovannämnda betingelser störs inte bestämningen av de föreningar som sannolikt förekommer i lösningen (mineraliska och organiska syror, ammoniumjoner, lösliga silikat etc.) om man för fällningen använder ett reagens, som är baserat på natriummolybdat eller ammoniummolybdat.

4. **REAGENS**

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. **Koncentrerad salpetersyra ($d_{20} = 40 \text{ g/ml}$)**

4.2. **Beredning av reagens**

4.2.1. *Beredning av reagens baserad på natriummolybdat.*

Lösning A: Lös 70 g natriummolybdatdihydrat i 100 ml destillerat vatten.

Lösning B: Lös 60 g citronsyremonohydrat i 100 ml destillerat vatten och tillsätt 85 ml koncentrerad salpetersyra (4.1).

Lösning C: Rör ihop lösning A med lösning B för att få lösning C.

⁽¹⁾ Fosfor löslig i mineralsyror, vattenlöslig fosfor, fosfor löslig i ammoniumcitratlösningar, fosfor löslig i 2-procentig citronsyra och fosfor löslig i 2-procentig myrsyra.

Onsdag 10 april 2002

Lösning D: Tillsätt 35 ml koncentrerad salpetersyra (4.1) till 50 ml destillerat vatten och tillsätt sedan 5 ml nydestillerat kinolin. Håll denna lösning i lösning C, blanda omsorgsfullt och låt lösningen stå i mörker över natten. Fyll sedan på vatten upp till 500 ml-märket, blanda igen och filtrera genom en sintrad glastratt (5.6).

4.2.2. Beredning av reagens baserad på ammoniummolybdat

Lösning A: Lös 100 g ammoniummolybdat i 300 ml destillerat vatten under försiktig uppvärmning och omrörning.

Lösning B: Lös 120 g citronsyremonohydrat i 200 ml destillerat vatten och tillsätt 170 ml koncentrerad salpetersyra (4.1).

Lösning C: Tillsätt 10 ml nydestillerat kinolin till 70 ml koncentrerad salpetersyra (4.1)

Lösning D: Håll långsamt lösning A i lösning B under ständig omrörning. Tillsätt lösning C när de båda första lösningarna har blandats ordentligt och fyll på upp till en liter. Låt lösningen stå i mörker i två dagar och filtrera genom en sintrad glastratt (5.6).

Reagenserna 4.2.1 och 4.2.2 kan användas på samma sätt. Båda måste förvaras i mörker i väl tillslutna kärl av polyetylen.

5. UTRUSTNING

5.1. Vanlig laboratorieutrustning och en bredhalsad 500 ml-Erlenmeyerkolv.

5.2. Pipetter på 10, 25 och 50 ml.

5.3. En filterdegel med porstorlek 5 till 20 μ .

5.4. En Büchnerkolv

5.5. Torkugn inställd på 250 °C $\pm$ 10 °C.

5.5. Sintrad glastratt med porstorlek 5 till 20 μ .

6. FÖRFARANDE

6.1. Behandling av lösningen

Tag med en pipett en aliquot av gödselmedelsextraktet (se tabell 2) som innehåller ungefär 0,01 g P_2O_5 och placera den i en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad salpetersyra ⁽¹⁾ (4.1) och späd med vatten upp till ungefär 100 ml.

Tabell 2

Bestämning av aliquoter av fosfatlösningarna

% P_2O_5 i gödselmed- let	% P i gödselmedlet	Provtagning- för analys (g)	Spädning (till ml)	Provtagning (ml)	spädning (till ml)	Prov som skall fällas ut (ml)	Kinomolybdofosfatomvandlings faktor (F), i % P_2O_5	Kinomolybdofosfatomvand- lings faktor (F), i % P
5-10	2,2-4,4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10-25	4,4-11,0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+ 25	+ 11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

⁽¹⁾ 21 ml när lösningen som skall fällas ut innehåller mer än 15 ml citratlösning (neutralt citrat enligt Petermann, alkaliskt citrat enligt Joulie).

Onsdag 10 april 2002

6.2. Hydrolys

Om man misstänker att det förekommer metafosfater, pyrofosfater eller polyfosfater i lösningen skall hydrolys utföras enligt följande:

Öka försiktigt temperaturen, så att innehållet i Erlenmeyerkolven långsamt börjar koka och håll den vid denna temperatur, tills hydrolysen är avslutad (det brukar ta en timme). Var försiktig och montera en återloppskylare för att undvika förluster genom stänk och överdriven avdunstning, som skulle kunna medföra att ursprungsvolymen minskas med mer än hälften. Efter hydrolysen fyller man på med destillerat vatten så att den ursprungliga mängden återställs.

6.3. Vägning av degeln

Torka filtreringsdegeln (5.3) i minst 15 minuter i torkugnen (5.5), som skall vara inställd på 250 ± 10 °C. Väg den när den har svalnat i en exsickator.

6.4. Fällning

Syralösningen i Erlenmeyerkolven värms upp tills den börjar koka, varefter fällningen av kinolinmolybdofosfat påbörjas genom tillsats av 40 ml fällning (reagens 4.2.1 eller 4.2.2)⁽¹⁾ droppe för droppe under ständig omrörning. Placera Erlenmeyerkolven i kokande vattenbad och lämna den där i 15 minuter, under vilken tid den skall skakas flera gånger. Lösningen kan filtreras omedelbart eller när den har svalnat.

6.5. Filtrering och tvättning

Filtrera lösningen under vakuum genom dekantering. Tvätta fällningen i Erlenmeyerkolven med 30 ml vatten. Dekantera och filtrera lösningen. Upprepa detta fem gånger. Överför återstoden av fällningen kvantitativt till degeln med vatten. Tvätta fyra gånger med 20 ml vatten och låt vätskan rinna genom degeln innan nästa omgång vatten tillsätts. Låt fällningen torka ordentligt.

6.6. Torkning och vägning

Torka av degelns utsida med ett filterpapper. Placera den i en torkugn och håll den vid en temperatur på 250 °C (5.5), till konstant vikt (vanligen 15 minuter). låt den svalna till rumstemperatur i en exsickator och väg den snabbt.

6.7. Blindtest

För varje serie bestämningar utför man ett blindtest med endast reagens och lösningsmedel i de proportioner som används vid extraktionen (citratlösning, etc.) och beaktar dessa test vid beräkningen av slutresultatet.

6.8. Verifiering

Utför bestämningen på en aliquot av kaliumdivätefosfatlösningen innehållande 0,01 g P_2O_5 .

7. REDOVISNING AV RESULTATET

Om analysprov och spädningar enligt tabell 2 används gäller följande formler:

$$\% P \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F'$$

eller

$$\% P_2O_5 \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

där:

A = massan kinolinmolybdofosfat i gram,

a = massan kinolinmolybdofosfat i blindtestet, i gram,

F och F' = faktorer i de sista två spalterna i tabell 2.

⁽¹⁾ Använd 80 ml av fällningsmedlet för att få en fällning av fosfatlösningar som innehåller mer än 15 ml citratlösning (neutral Petermann eller Joulie), som surgjorts med 21 ml koncentrerad salpetersyra (se not till 6.1).

Onsdag 10 april 2002

För prov för analys och utspädning som skiljer sig från dem i tabell 2 gäller följande formel:

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

eller

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

där:

f och f' = omvandlingsfaktorer för kinolinmolybdofosfat till $\text{P}_2\text{O}_5 = 0,032074$, (f) eller till $\text{P} = 0,013984$ (f'),

F = spädningsfaktor

M = analysprovets massa i gram.

Metod 4

KALIUM

Metod 4.1

BESTÄMNING AV HALTEN VATTENLÖSLIGT KALIUM

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av vattenlösligt kalium.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla kalumhaltiga gödselmedel som anges i bilaga I.

3. PRINCIP

Det kalium som finns i det prov som skall analyseras löses upp i vatten. När man har eliminerat eller fixerat de ämnen som kan påverka den kvantitativa bestämningen fälls kalium ut i någon alkalisk lösning i form av kaliumtetrafenylborat.

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1. Formaldehyd

Klar formaldehydlösning på 25 till 35 %.

4.2. Kaliumklorid, pro analysi

4.3. Natriumhydroxidlösning, 10 mol/l.

Kontrollera omsorgsfullt att natriumhydroxiden inte innehåller kalium.

4.4. Indikatorlösning

Lös 0,5 g fenolftalein i 90 %-ig etanol och fyll på vatten till 100 ml.

4.5. EDTA-lösning

Lös 4 g av dihydratet av etylendiamintetraättiksyrens dinatriumsalt i vatten i en 100 ml-mät-kolv. Fyll på vatten och blanda.

Förvara detta reagens i plastflaska.

Onsdag 10 april 2002

4.6. **STPB-lösning**

Lös 32,5 g natriumtetrafenylborat i 480 ml vatten och tillsätt 2 ml av natriumhydroxidlösningen (4.3) samt 20 ml magnesiumkloridlösning (100 g of $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ per liter).

Rör om i 15 minuter och filtrera genom ett fint, askfritt filter.

Förvara detta reagens i plastflaska.

4.7. **Tvättvätska**

Blanda 20 ml av STPB-lösningen (4.6) med 1 000 ml vatten.

4.8. **Bromvatten**

Mättad lösning av brom i vatten.

5. **UTRUSTNING**

5.1. **1 000 ml-mätkolvar**

5.2. **En 250 ml-bägare**

5.3. **Filterdeglar med porstorlek 5 till 20 μ**

5.4. **Ugn inställd på 250 °C $\pm$ 10 °C.**

5.5. **Exsickator**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

För kaliumsalter skall provet vara så finmalet att man kan få ett representativt prov för analysen. För dessa produkter skall metod 1 (6) (a) användas.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Provtagning**

Väg 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g (5 g för kaliumsalter innehållande mer än 50 % kaliumoxid). Placera detta prov med ca 400 ml vatten i en 600 ml-bägare.

Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket, blanda och filtrera till ett torrt kärl. Kasta de första 50 ml av filtratet (se 7.6, anmärkning om förfarandet).

7.2. **Beredning av alikvot för fällning**

Överför med pipett en alikvot av filtratet innehållande 25 till 50 mg kalium (se tabell 3) och placera det i en 250 ml-bägare. Fyll på vatten till 50 ml, om så behövs.

Eliminera eventuella störningar genom att tillsätta 10 ml EDTA-lösning (4.5), några droppar av fenoltaleinlösningen (4.4) och rör i natriumhydroxidlösning (4.3) droppe för droppe tills provet rödfärgas och tillsätt till sist ytterligare några droppar natriumhydroxid för att säkerställa ett överskott (vanligtvis räcker 1 ml natriumhydroxid för att neutralisera provet och säkerställa ett överskott).

Koka varsamt i 15 minuter för att eliminera den största delen av ammoniakerna [se 7.6.b, anmärkning om förfarandet].

Onsdag 10 april 2002

Tillsätt vid behov vatten så att volymen blir 60 ml.

Koka upp lösningen och tag bort bägaren från värmen och tillsätt 10 ml formaldehyd (4.1). Tillsätt flera droppar fenoltalein och vid behov eventuellt ytterligare natriumhydroxid tills en klart röd färg uppstår. Täck över bägaren med ett urglas och låt den stå i kokande vattenbad i 15 minuter.

7.3. Vägning av degeln

Torka filterdegeln (se 5.3 "Utrustning") tills konstant vikt uppnås (ca 15 minuter) i ugnen vid 120 °C (5.4).

Låt degeln svalna i en exsickator och väg den.

7.4. Fällning

Tag bort bägaren från ångbadet, rör i 10 ml STPB-lösning (4.6) droppe för droppe. Detta tar ungefär 2 minuter. Vänta minst 10 minuter innan lösningen filtreras.

7.5. Filtrering och tvättning

Filtrera under vakuum till den vägda degeln, skölj ur bägaren med tvättvätskan (4.7), tvätta fällningen tre gånger med tvättvätskan (totalt 60 ml i all tvättvätska) och två gånger med 5 till 10 ml vatten.

Låt fällningen torka ordentligt.

7.6. Torkning och vägning

Torka av degelns utsida med ett filterpapper. Placera degeln med innehåll i ugnen och låt den stå där i en halvtimme vid 120 °C. Låt den svalna till rumstemperatur i en exsickator och väg den snabbt.

Anmärkning om förfarande:

- Om filtratet har en mörk färg, överför med pipett en aliquot som innehåller högst 100 mg K_2O till en 100 ml-mätkolv, tillsätt bromvatten och koka upp för att eliminera eventuellt bromöverskott. Låt svalna och fyll på vatten, filtrera och bestäm kvantitativt kaliumhalten i en del av filtratet.
- Om lite eller inget ammoniak-kväve förekommer, behöver man inte koka i 15 minuter.

7.7. Provmängder och omvandlingsfaktorer

Tabell 3

För metod 4

% K ₂ O i gödselmed- let	% K i gödselmed- let	Prov för ana- lys (g)		Prov av extrak- tions-lösningen för spädning (ml)	spädning (till ml)	Alikvoter som tas som prov för fäll- ning (ml)	Omvandlingsfaktor F', % K ₂ O g TPBK	Omvandlings- faktor F', % K g TPBK
5–10	4,2–8,3	10		—	—	50	26,280	21,812
10–20	8,3–16,6	10		—	—	25	52,560	43,624
20–50	16,6–41,5	10	{	antingen –		10	131,400	109,060
				eller 50	250	50	131,400	109,060
mer än 50	mer än 41,5	5	{	antingen –	—	10	262,800	218,120
				eller 50	250	50	262,800	218,120

Onsdag 10 april 2002**7.8. Blindtest**

Utför ett blindtest för varje bestämningsserie med enbart reagens under samma betingelser som används i analysen och ta hänsyn till detta vid beräkning av slutresultatet.

7.9. Kontrollprovningar

För att få en kontroll på analysmetoden utför man en bestämning på en alikvot av kaliumkloridlösningen som innehåller högst 40 mg K₂O.

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Om man använder prov för analys och utspädning enligt tabell 3, gäller följande formel:

$$\% \text{ K}_2\text{O i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

eller

$$\% \text{ K i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

där:

A = massan av fällningen från provet i gram

a = massan av fällningen från provet i gram

F och F' = faktor (se tabell 3)

Med analysprov och spädningar som skiljer sig från dem i tabell 3 gäller följande formel:

$$\text{K}_2\text{O i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f \times D \times 100}{M}$$

eller

$$\text{K i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f' \times D \times 100}{M}$$

där:

f = omvandlingsfaktor TPBK till K₂O = 0,1314

f' = omvandlingsfaktor TPBK till K = 0,109

D = spädningsfaktor

M = analysprovets massa i gram

Metod 5

Ej tillämplig

Metod 6

KLOR

Metod 6.1

BESTÄMNING AV KLORIDER NÄR ORGANISKA MATERIAL SAKNAS

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av klorid när organiska material saknas.

Onsdag 10 april 2002

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Alla gödselmedel fria från organiska material.

3. PRINCIP

Kloriderna, som skall vara upplösta i vatten, fälls ut i sur lösning av ett överskott av ställd silvernitratlösning. Överskottet titreras med en lösning av ammoniumtiocyanat i närvaro av järnhaltigt ammoniumsulfat (Volhards metod).

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten som är fritt från kloridjoner.

4.1. Nitrobensen eller dietyleter**4.2. Salpetersyra: 10 mol/l****4.3. Indikatorlösning**

Lös 40 g järnhaltigt ammoniumsulfat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ i vatten och fyll på till till en liter.

4.4. Ställd silvernitratlösning: 0,1 mol/l

Beredning

Eftersom saltet är hygroskopiskt och inte kan torkas utan risk för nedbrytning är det lämpligt att väga in ca 9 g, lösa det i vatten och fylla på till en liter. Justera till koncentration 0,1 mol/l genom titrering med 0,1 mol/l AgNO_3 .

5. UTRUSTNING**5.1. Roterande skakapparat (35-40 varv per minut)****5.2. Byretter****5.3. En 500 ml-mätkolv****5.4. En 250 ml-Erlenmeyerkolv****6. BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1. Prov och beredning av lösningen**

Placera 5 g av provet invägt till närmaste 0,001 g i en 500 ml-mätkolv och tillsätt 450 ml vatten. Blanda i en halvtimme med hjälp av skakapparat (5.1); fyll med vatten till 500 ml; blanda och filtrera till en bägare.

7.2. Bestämning

Tag en aliquot av filtratet som innehåller högst 0,150 g klorid. Till exempel 25 ml (0,25 g), 50 ml (0,5 g) or 100 ml (1 g). Om de prov som tas är mindre än 50 ml måste man fylla på destillerat vatten upp till 50 ml.

Tillsätt 5 ml 10 mol/l salpetersyra (4.2), 20 ml indikatorlösning (4.3) och 2 droppar ställd lösning av ammoniumtiocyanat (prov på den sistnämnda reagenslösningen tas med byrett justerad till noll för detta ändamål).

Onsdag 10 april 2002

Tillsätt silvernitratlösningen (4.4) med en byrett till det blir ett överskott på 2 till 5 ml. Tillsätt 5 ml nitrobensen eller 5 ml dietyleter (4.1) och skaka ordentligt så att fällningen klumpar ihop. Titra överskottet av silvernitraten med 0,1 mol/l ammoniumtiocyanat (4.5) tills en rödbrun färg kan skönjas när man skakar kolven lätt.

Anmärkning: Nitrobensen eller dietyleter (men framför allt nitrobensen) hindrar silverkloriden från att reagera med tiocyanatjonerna. Därför får man en klar färgförändring.

7.3. **Blindtest**

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

7.4. **Kontrollprovningar**

Bestämningarna utförs skall man kontrollera metodens noggrannhet genom att använda en alikvot av en nyligen beredd lösning av kaliumklorid, som skall innehålla en känd mängd i storleksordningen 100 mg av kloriden.

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

Redovisa analysresultatet som procent av den klorid i provet som mottogs för analys.

Beräkna procenten klor (Cl) enligt formeln:

$$\% \text{ klorid} = 0.003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

där:

V_z = antalet milliliter 0,1 mol/l silvernitrats,

V_{cz} = antalet milliliter 0,1 N silvernitrats i blindtestet,

V_a = antalet milliliter 0,1 mol/l ammoniumtiocyanat,

V_{ca} = antalet milliliter 0,1 mol/l ammoniumtiocyanat i blindtestet,

M = provets massa i gram (7.2).

Metod 7

MALNINGSFINHET

Metod 7.1

BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET
(torr metod)

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs det torra förfarande som skall användas för bestämning av malningsfinhet.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Alla EG-gödselmedel som berörs av krav på malningsfinhet vid användning av siktar på 0,63 och 0,16 mm.

Onsdag 10 april 2002

3. PRINCIP

Med mekanisk siktning bestäms produktmängderna med en kornstorlek större än 0,63 mm och produktmängderna med en kornstorlek mellan 0,16 och 0,63 mm och den procentuella malningsfinheten beräknas.

4. UTRUSTNING**4.1. Mekanisk sikt****4.2. Sikt med maskstorlekarna 0,16 och 0,63 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm).****5. FÖRFARANDE**

Väg in 50 g av ämnet, med en noggrannhet på 0,05 g. Montera de båda siktarna och uppsamlingsbehållaren på skakapparaten (4.1) varvid sikten med den största maskstorleken placeras överst. Lägg analysprovet på denna. Sikta i 10 minuter och ta bort den del som samlats upp nedtill. Starta åter utrustningen och kontrollera efter en minut att inte mer än 250 mg har samlats upp på botten. Upprepa detta (1 minut varje gång) tills den uppsamlade mängden är mindre än 250 mg. Väg restmaterialet i de båda siktarna separat.

6. REDOVISNING AV RESULTATET

$$\% \text{ finhet av provet i sikten med maskstorlek } 0,63 \text{ mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ finhet av provet i sikten med maskstorlek } 0,160 \text{ mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

där:

M_1 = massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,630 mm, uttryckt i gram

M_2 = massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,160 mm, uttryckt i gram

Rejektmaterial från sikten med maskstorlek 0,630 mm har redan eliminerats.

Resultatet av dessa beräkningar avrundas till närmast högre heltal.

*Metod 7.2***BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET
HOS MJUKA RÅFOSFATER****1. RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs den procedur som skall användas vid bestämning av mjuka råfosfaters malningsfinhet.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

råfosfater.

3. PRINCIP

Prov av liten partikelstorlek kan tendera att klumpa ihop, vilket försvårar torrsiktning. Därför används vanligtvis våt siktning.

4. REAGENS

Natriumhexametafosfatlösning: 1 %.

Onsdag 10 april 2002

5. **UTRUSTNING**

- 5.1. **Sikt med maskstorlekarna 0,063 och 0,125 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm); uppsamlingsbehållare**
- 5.2. **Glastratt, diameter 20 cm, monterad på ett stativ**
- 5.3. **250 ml-bägare**
- 5.4. **Torkugn**

6. **ANALYSMETOD**

6.1. **Provtagning**

Väg in 50 g av ämnet, med en noggrannhet på 0,05 g. Tvätta båda sidor av sikten med vatten och placera sikten med maskstorlek 0,125 mm ovanför den med maskstorlek 0,063 mm.

6.2. **Förfarande**

Placera analysprovet på den övre sikten. Håll sikten under en stråle kallt vatten (vanligt kranvatten) tills vattnet är praktiskt taget klart när det passerar igenom. Se omsorgsfullt till att vattenflödet inte är så starkt att den nedre sikten fylls med vatten.

När restmaterialet på den övre sikten tycks mer eller mindre konstant, tas denna sikt bort och placeras tillfälligt på en uppsamlingsbehållare.

Fortsätt våtsiktningen genom den nedre sikten några minuter tills det vatten som passerar igenom är nästan helt klart.

Sätt tillbaka sikten med maskstorlek 0,125 mm ovanför den med 0,063 mm. Överför det material som eventuellt samlats upp i behållaren till den övre sikten och börja sikta med en liten vattenstråle tills vattnet som passerar återigen är nästan klart.

Överför kvantitativt restmaterial från var och en av siktarna till en annan bägare med hjälp av en tratt. Gör en suspension av restmaterialet genom att fylla bägarna med vatten. Låt stå i ungefär en minut. Låt stå i ungefär en minut. Dekantera så mycket vatten som möjligt.

Placera bägarna i torkugnen vid en temperatur på 150 °C i ungefär två timmar.

Låt dem svalna, lossa restmaterialet med en borste och väg det.

7. **REDOVISNING AV RESULTATET**

Avrunda beräkningarna av resultatet till närmaste högre enhet.

$$\% \text{ finhet ur restmaterialet på sikten med maskstorlek 0,125 mm} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ finhet ur restmaterialet på sikten med maskstorlek 0,063 mm} = [50 - (M_1 + M_2)] \times 2$$

där:

M_1 = massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,125 mm, uttryckt i gram

M_2 = massan av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,063 mm, uttryckt i gram

8. **KOMMENTARER**

Om man hittar klumpar efter siktningen bör analysen upprepas på följande sätt.

Häll långsamt 50 g av provet i en enliterskolv med 500 ml natriumhexametafosfatlösning under ständig omrörning. Proppa igen kolven och skaka kraftigt för hand så att klumparna bryts sönder. Överför hela suspensionen till den övre sikten och tvätta kolven omsorgsfullt. Fortsätt analysen enligt beskrivningen i 6.2.

Onsdag 10 april 2002

Metod 8

SEKUNDÄRA MAKRONÄRINGSÄMNE

Metod 8.1

EXTRAKTION AV TOTALT KALCIUM, TOTALT MAGNESIUM, TOTALT NATRIUM
OCH TOTALT FOSFORI FORM AV SULFATER

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av totalt kalcium, totalt magnesium och totalt natrium samt extraktion av total fosfor som förekommer i form av sulfater, så att extraktet kan användas för bestämning av varje nödvändigt näringsämne.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metod gäller EG-gödselmedel, för vilka denna förordning föreskriver att totalt kalcium, totalt magnesium, totalt natrium och total fosfor i form av sulfater skall anges.

3. PRINCIP

Provet görs lösligt genom kokning i utspädd saltsyra.

4. REAGENS

4.1. Utspädd saltsyra

En del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten.

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1. Prov

Kalcium, magnesium, natrium och svavel i form av sulfater extraheras från ett prov på fem gram, vägt med en noggrannhet på 1 milligram.

Om gödselmedlet innehåller mer än 15 % svavel (S), dvs. 37,5 % SO_3 , och mer än 18,8 % kalcium (Ca), dvs. 26,3 % CaO, utförs dock extraktionen av kalcium och svavel på ett prov på ett gram, vägt med en noggrannhet på 1 milligram. Placera provet i en 600 ml-bägare.

7.2. Beredning av lösningen

Tillsätt ca 400 ml vatten och tillsätt sedan lite i taget 50 ml utspädd saltsyra (4.1) och iakttag särskild försiktighet om provet innehåller en betydande mängd karbonater. Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Häll i en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten upp till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter i en torr behållare, varvid den första delen kasseras. Extraktet skall vara helt genomskinligt. Tillslut kärlet om filtratet inte används omedelbart.

Onsdag 10 april 2002

Metod 8.2

EXTRAKTION AV TOTALT SVAVEL, I OLIKA FORMER

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av totalt svavel i gödselmedel som grundämne och/eller i andra kemiska föreningar.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Metod gäller EEG-gödselmedel för vilka denna förordning föreskriver att totalt svavel i olika former (elementärt, tiosulfat, sulfit, sulfat) skall anges.

3. **PRINCIP**

Svavel som grundämne omvandlas i ett alkaliskt medium till polysulfider och tiosulfat; dessa oxideras med vätareoxid tillsammans med eventuellt förekommande sulfiter. Svavlets olika former omvandlas sålunda till sulfat, som bestäms genom utfällning av bariumsulfat (metod 8.9).

4. **REAGENS**4.1. **Utspädd saltsyra:**

En del saltsyra ($d = 1,18$) och en del vatten.

4.2. **Natriumhydroxidlösning, NaOH, minst 30 % ($d = 1,33$)**4.3. **Väteperoxidlösning, 30 massprocent**4.4. **Vattenlösning av bariumklorid $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 122 gram per liter**5. **UTRUSTNING**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**7.1. **Prov**

Väg in en mängd gödselmedel med mellan 80 och 350 mg svavel (S) eller mellan 200 och 875 mg SO_3 med en noggrannhet på 1 mg.

I regel (där $S < 15\%$), väger man upp 2,5 gram. Placera provet i en 400 ml-bägare.

7.2. **Oxidation**

Tillsätt 20 ml natriumhydroxidlösning (4.2) och 20 ml vatten. Täck med ett urglas. Låt koka i fem minuter på värmeplattan (5.1). Ta bort bägaren från värmeplattan. Samla upp det svavel som fastnat längs bägarens sidor med en stråle varmt vatten och låt koka i 20 minuter. Låt den svalna.

Tillsätt väteperoxid (4.3) i portioner av 2 ml åt gången tills ingen reaktion kan iakttas. Sex till åtta omgångar med väteperoxid behövs. Låt oxidationen fortsätta i en timme och låt sedan koka i en halvtimme. Låt den svalna.

Onsdag 10 april 2002

7.3. Beredning av den lösning som skall analyseras

Tillsätt ca 50 ml vatten och 50 ml saltsyrelösning (4.1).

- Om svavelhalten (S) är mindre än 5 %:

Filtrera ner i en 600 ml-bägare. Tvätta ansamlingarna på filtret flera gånger med kallt vatten. Kontrollera sedan att de sista dropparna av filtratet ej innehåller sulfat med hjälp av en lösning av bariumklorid (4.4). Filtratet skall vara helt klart. Sulfatförekomsten bestäms på hela filtratet enligt metod 8.9.

- Om svavelhalten (S) är över 5 %:

Överför kvantitativt till en 250-ml mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Filtratet skall vara helt genomskinligt. Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart. Bestäm sulfaterna på en aliquot av denna lösning genom utfällning i form av bariumsulfat (metod 8.9).

*Metod 8.3***EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGT KALCIUMMAGNESIUM, NATRIUM
OCH SVAVEL (i form av sulfater)****1. RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater), så att samma extrakt kan användas för bestämning av varje nödvändigt näringsämne.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller enbart gödselmedel för vilka man enligt bilaga I föreskriver att halten av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater) skall anges.

3. PRINCIP

Näringsämnena görs lösliga i kokande vatten.

4. REAGENS

Destillerat vatten eller demineraliserat vatten av likvärdig kvalitet.

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

7. Se metod 1.

7. FÖRFARANDE**7.1. Prov**

- Väg in fem gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlen inte innehåller svavel, eller om det samtidigt innehåller mindre än 3 % svavel (S), dvs. 7,5 % SO₃, och inte mer än 4 % kalcium (Ca), dvs. 5,6 % CaO.
- Väg in ett gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlet innehåller mer än 3 % svavel (S) och mer än 4 % kalcium (Ca).

Placera provet i en 600 ml-bägare.

Onsdag 10 april 2002

7.2. **Beredning av lösningen**

Tillsätt ca 400 ml vatten och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och rör då och då och håll sedan upp i en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.

Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kassera de första delarna av filtratet. Filtratet skall vara helt genomskinligt.

Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart.

Metod 8.4

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGT SVAVELEL DÅ SVAVEL
FÖREKOMMER I OLIKA FORMER

1. **RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion av vattenlösligt svavel i olika typer av gödselmedel.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Metoden gäller gödselmedel, för vilka detta direktiv föreskriver att förekomst av vattenlöslig svaveltrioxid skall anges.

3. **PRINCIP**

Svavlet löses i kallt vatten och omvandlas till sulfat genom oxidation med väteperoxid i ett alkaliskt medium.

4. **REAGENS**

4.1. **Utspädd saltsyra**

En del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten.

4.2. **Natriumhydroxidlösning, innehållande minst 30 % NaOH, ($d_{20} = 1,33$ g/ml)**

4.3. **Väteperoxidlösning, 30 massprocent**

5. **UTRUSTNING**

5.1. **En 500 ml Stohmannkolv**

5.2. **Roterande skakapparat, 30-40 varv per minut**

5.3. **Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Prov**

a) Väg upp fem gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlen innehåller högst 3 % svavel (S), dvs. 7,5 % SO_3 , och inte mer än 4 % kalcium (Ca), dvs. 5,6 % CaO.

b) Väg in ett gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlet innehåller mer än 3 % svavel (S) och mer än 4 % kalcium (Ca).

Placera provet i en 500-ml kolv (5.1).

Onsdag 10 april 2002

7.2. Beredning av lösningen

Tillsätt ca 400 ml vatten. Sätt i en propp. Låt skaka (5.2) i 30 minuter. Fyll på vatten till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Tillslut kärlet om lösningen ej skall användas omedelbart.

7.3. Oxidation av den delmängd som skall analyseras

Tag ut en aliquot som inte är större än 50 ml av extraktionslösningen och som om möjligt ska innehålla mellan 20 och 100 mg svavel (S).

Fyll på vatten till 50 ml, om så behövs. Tillsätt 3 ml natriumhydroxidlösning (4.2) och 2 ml väteperoxidlösning (4.3). Täck över med ett urglas och låt koka försiktigt i en timme på värmeplattan (5.3). Fortsätt att tillsätta vätehydroxidlösning 1 ml i taget så länge reaktionen fortsätter (högst 5 ml).

Låt sedan lösningen svalna. Ta bort urglaset och tvätta av det material som samlats på dess undersida så att materialet hamnar i bägaren. Tillsätt ca 20 ml utspädd saltsyra (4.1). Fyll på ca 300 ml vatten.

Fastställ sulfathalten i hela den oxiderade lösningen enligt metod 8.9.

*Metod 8.5***EXTRAKTION OCH BESTÄMNING AV SVAVEL I GRUNDÄMNESFORM****VARNING**

Analysmetoden innebär att man använder koldisulfid (CS_2). Därför måste speciella försiktighetsåtgärder vidtas, framförallt beträffande

- lagring av CS_2 ,
- skyddsutrustning för personalen,
- yrkeshygien,
- skydd mot brand och explosioner,
- hantering av reagensavfall.

Metoden kräver mycket erfaren personal och ett laboratorium med lämplig utrustning.

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid extraktion och bestämning av svavel som förekommer som grundämne i gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden gäller gödselmedel, för vilka bilaga I föreskriver att förekomst av totalt svavel som grundämne skall anges.

3. PRINCIP

När lösliga föreningar har avlägsnats, extraheras svavel som grundämne med hjälp av koldisulfid, varefter det extraherade svavlet bestäms med gravimetrisk analys.

4. REAGENS

Koldisulfid.

5. UTRUSTNING**5.1. 100 ml-extraktionskolv med slipad glaspropp****5.2. Soxhletutrustning med lämpliga filterinsatser**

Onsdag 10 april 2002

5.3. **Vakuumsrotationsindunstare**

5.4. **Elektrisk ugn med fläkt, inställd på 90 ± 2 °C.**

5.5. **Petriskålar av porslin, 5-7 cm i diameter, inte högre än 5 cm.**

5.6. **Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur**

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Prov**

Väg upp 5 till 10 g av provet med en noggrannhet på 1 mg och placera det i Soxhletutrustningens extraktionshylsa (5.2).

7.2. **Extraktion av svavlet**

Tvätta innehålllet omsorgsfullt med varmt vatten för att få bort alla lösliga föreningar. Torka i ugnen vid 90 °C (5.4) i minst en timme. Placera filtret i Soxhletutrustningen (5.2).

Placera några glaspärlor i utrustningens kolv (5.1) och väg (P_0) och tillsätt sedan 50 ml koldisulfid (4.1).

Anslut utrustningen och låt grundämnet svavel extraheras under sex timmar. Stäng av värmen och ta loss kolven när den har svalnat. Anslut kolven till rotationsindunstaren (5.3) och indunsta, tills kolvens innehåll har hårdnat till en svampliknande massa.

Kolven i ugnen i 90 °C (5.4) (en timme brukar behövas) tills vikten är konstant (P_1).

7.3. **Bestämning av svavlets renhetsgrad**

Vissa ämnen kan ha extraherats av koldisulfiden samtidigt med svavlet. Svavlets renhetsgrad kan fastställas på följande sätt:

Homogenisera kolvens innehåll så grundligt som möjligt och ta bort 2-3 gram, uppvägda med en noggrannhet på 1 mg (n). Placera i petriskålen (5.5). Väg skålen tillsammans med dess innehåll (P_2). Ställ skålen på värmeplattan (5.6) som skall vara inställd på en temperatur som inte överstiger 220 °C, så att svavlet inte förbränns. Fortsätt sublimeringen i tre-fyra timmar tills vikten är konstant (P_3).

Anmärkning: För vissa gödselmedel behöver man kanske inte fastställa svavlets renhetsgrad. I så fall kan stel 7.2 utelämnas.

8. **REDOVISNING AV RESULTATEN**

Den procentuella andelen svavel som grundämne (S) redovisas på följande sätt:

$$\text{Orent S (\%)} \text{ i gödselmedlet} = \frac{P_1 - P_0}{m} \times 100$$

$$\text{Det extraherade svavlets renhet (\%)} = \frac{P_2 - P_1}{n} \times 100$$

$$\text{Rent S (\%)} \text{ i gödselmedlet} = \frac{(P_1 - P_0) (P_2 - P_3)}{m \times n} \times 100$$

Onsdag 10 april 2002

där:

m = gödselmedelsprovets massa i gram

P_0 = Soxhletkolvens massa i gram

P_1 = massan av Soxhletkolven och orent svavel efter torkning

n = massan av det rena svavel som skall renas, i gram

P_2 = petriskålens massa

P_3 = petriskålens massa efter sublimering av svavel

Metod 8.6

BESTÄMNING AV EXTRAHERAT KALCIUM EFTER UTFÄLLNING SOM OXALAT OCH TITRERING MED KALIUMPERMANGANAT

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av kalcium i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metod gäller EG-gödselmedel, för vilka denna förordning föreskriver att halten av totalt kalcium och/eller halten av vattenlösligt kalcium skall anges.

3. PRINCIP

Utfällning av kalcium som oxalat i en delmängd av extraktionslösningen, vilken bestäms genom titrering med kaliumpermanganat.

4. REAGENS

4.1. Utspädd saltsyra

En del saltsyra ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) plus en del vatten.

4.2. Utspädd svavelsyra, 1:10

En del svavelsyra ($d_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) i tio delar vatten

4.3. Utspädd ammoniumlösning, 1:1

En del ammoniak ($d_{20} = 0,88 \text{ g/ml}$) och en del vatten

4.4. Mättad lösning av ammoniumoxalat $[(\text{NH}_4)_2 \text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ vid rumstemperatur (ca 40 gram per liter)

4.5. Citronsyrelösning, 30 % (massa/volym)

4.6. Ammoniumkloridlösning, 5 % (massa/volym)

4.7. Lösning av bromtymolblått i etanol, 95 %, 0,1 % (massa/volym)

4.8. Lösning av bromkresolgrönt i etanol, 95 %, 0,04 % (massa/volym)

4.9. Standardlösning av kaliumpermanganat, 0,02 mol/l.

5. UTRUSTNING

5.1. Glasfilterdegel, porositet 5-20 μ

5.2. Vattenbad

Onsdag 10 april 2002

6. BEREDNING AV DEN ALIKVOT SOM SKALL ANALYSERAS

Tag med pipett en aliquot av den extraktionslösning som erhållits med metod 8.1 eller 8.3 och som innehåller mellan 15 och 50 mg Ca (= 21 till 70 mg CaO). Låt volymen av denna aliquot vara v_2 . Håll den i en 400 ml-bägare. Neutralisera om så behövs [indikatorn (4.7) skiftar färg från grönt till blått] med några droppar av ammoniaklösningen (4.3).

Tillsätt en ml av citronsyrelösningen (4.5) och 5 ml av ammoniumkloridlösningen (4.6).

7. UTFÄLLNING AV KALCIUMOXALAT

Tillsätt ca 100 ml vatten. Koka upp och tillsätt 8 till 10 droppar indikatorlösning (4.8) och långsamt 50 ml av den heta ammoniumoxalatlösningen (4.4). Om utfällning erhålls, skall den lösas upp genom att några droppar saltsyra tillsätts (4.1). Neutralisera mycket långsamt med ammoniaklösningen (4.3) under ständig omrörning, så att pH-värdet blir mellan 4,4 och 4,6 [indikatorn (4.8) skiftar från grönt till blått]. Låt bägaren stå i ett kokande vattenbad (5.2) i ungefär en halvtimme.

Ta bort bägaren från badet och låt den stå en timme och filtrera ner i degeln (5.1).

8. TITRERING AV OXALATUTFÄLLNINGEN

Tvätta bägaren och degeln tills överflödigt ammoniumoxalat har avlägsnats helt och hållet (detta kan kontrolleras genom att tvättvattnet är fritt från klorid). Placera degeln i 400 ml-bägaren och lös upp utfällningen med 50 ml varm svavelsyra (4.2). Tillsätt vatten i bägaren för att få en mängd på ca 100 ml. Värm till 70–80 °C och titrera droppe för droppe med en permanganatlösning (4.9) tills den skära färgen varar i en minut. Denna mängd kallas n .

9. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande halt av kalcium (Ca):

$$\text{Ca (\%)} = n \times 0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

där:

n = antal milliliter permanganat som använts

m = provets vikt i gram

v_2 = aliquotens volym i milliliter

v_1 = extraktionslösningens volym i milliliter

t = permanganatlösningens koncentration i mol per liter

$\text{CaO (\%)} = \text{Ca (\%)} \times 1,400$

*Metod 8.7***BESTÄMNING AV MAGNESIUM GENOM ATOMABSORBATIONSPERSPEKTROMETRI****1. RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av magnesium i extrakt av gödselmedel.

Onsdag 10 april 2002

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller extrakt av EG-gödselmedel som erhållits med metoderna 8.1 och 8.3, och för vilka halten av totalt magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges, dock med undantag av följande gödselmedel som förtecknas i bilaga I D gällande sekundära makronäringssämnen:

- typ 4 (kieserit)
- typ 5 (magnesiumsulfat) och typ 5.1 (magnesiumsulfat-lösning)

och med undantag av följande gödselmedel som förtecknas i bilaga I A 3 gällande K-gödselmedel:

- typ 7 (kieserit med kaliumsulfat)

för vilka metod 8.8 gäller.

Den metod som beskrivs här nedan gäller extrakt av alla gödselmedel som innehåller ämnen i mängder som kan störa den komplexometrisk bestämningen av magnesium.

3. PRINCIP

Bestämning av magnesium med atomabsorptionsspektrometri efter lämplig utspädning av extraktet.

4. REAGENS**4.1. Saltsyralösning, 1 mol/l.****4.2. Saltsyralösning, 0,5 mol/l.****4.3. Ställd magnesiumlösning, 1,00 mg per ml.**

4.3.1. Lös upp 1,013 g magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2).

4.3.2. Väg upp 1 658 g magnesiumoxid (MgO), som tidigare kalcinerats för avlägsnande av alla spår av karbonater. Placera det i en bägare med 100 ml vatten och 120 ml 1 mol/l saltsyra (4.1). När den har lösts upp hålls den upp i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på till märket och blanda
eller

4.3.3. Kommersiell standardlösning

Laboratoriet ansvarar för provning av sådana lösningar.

4.4. Strontiumkloridlösning

Lös upp 75 g strontiumklorid ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) i saltsyralösning (4.2) och fyll på med samma saltsyralösning så att det blir 500 ml.

5. UTRUSTNING

Spektrometer för atomabsorption, med magnesiumlampa inställd på 285,2 nm.

Acetylenlåga.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 8.1 och 8.3.

Onsdag 10 april 2002

7. FÖRFARANDE

7.1. Ta 25 ml (V_1) av extraktionslösningen (6), om den angivna halten av magnesium (Mg) i gödselmedlet är högre än 6 % (dvs. 10 % mgO). Överför till en 100 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Utspädningsfaktorn är $D_1 = 100/V_1$

7.2. Ta med pipett upp 10 ml av extraktionslösningen (6) eller lösningen (7.1). Överför detta till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Utspädningsfaktorn är 200/10

7.3. Späd ut denna lösning (7.2) med 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) så att det blir en koncentration inom spektrometers (5.1) optimala arbetsområde. V_2 är provets volym i 100 ml. Utspädningsfaktorn är $D_2 = 100/V_2$

Den slutliga lösningen skall innehålla 10 % (volym) av strontiumkloridlösningen (4.4).

7.4. Beredning av blindlösning

Förbered en blindlösning genom att upprepa hela förloppet från extraktionen (metod 8.1 eller 8.3), dock utan gödselmedelsprovet.

7.5. Beredning av kalibreringslösningar

Bered minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom mätutrustningens (5.1) optimala mätområde genom att späda ut standardlösningen (4.3) med 0,5 mol/l saltsyra.

Lösningar skall innehålla 10 % (volym) av strontiumkloridlösningen (4.4).

7.6. Mätning

Ställ in spektrometern (5.1) på våglängden 285,2 nm.

Spruta i tur och ordning in kalibreringslösningarna (7.5), provlösningen (7.3) och blindlösningen (7.4) på så sätt att instrumentet blir genomspolat av den lösning som skall mätas nästa gång. Upprepa detta tre gånger. Rita upp kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanterna för var och en av kalibreringslösningarna (7.5) längs y-axeln och motsvarande magnesiumkoncentration i $\mu\text{g/ml}$ längs x-axeln. Bestäm magnesiumkoncentrationen i provet (7.3), X_s och blindlösningen (7.4), X_b , genom att jämföra med kalibreringskurvan.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Beräkna mängden magnesium (Mg) eller magnesiumoxid (MgO) i provet genom att jämföra med kalibreringslösningarna och beakta därvid blindlösningen.

Halten av magnesium (Mg), uttryckt i % av gödselmedlet är:

$$\text{Mg (\%)} = \frac{(X_s - X_b) D_1 (200 / 10) D_2 500,100}{1000,1000 M}$$

där:

X_s = koncentrationen av den lösning som skall analyseras, registrerad på kalibreringskurvan i $\mu\text{g/ml}$.

X_b = blindlösningens koncentrationen registrerad på kalibreringskurvan i $\mu\text{g/ml}$.

D_1 = spädningsfaktorn när lösningen späts ut (7.1).
Den är 4 om man tar 25 milliliter
Den är 1 om lösningen är outspädd

D_2 = utspädningsfaktorn är 7,3

M = provets massa vid tidpunkten för extraktion
 $\text{MgO (\%)} = \text{mg (\%)} / 0,6$

Onsdag 10 april 2002

Metod 8.8

BESTÄMNING AV MAGNESIUM MED KOMPLEXOMETRI

1. RÄCKVIDD

2. I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av magnesium i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller extrakt av följande EG-gödselmedel, för vilka totalhalten av magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges:

- Gödselmedel förtecknade i bilaga I: enkla kvävegödselmedel, typ 1b + 1c (kalciummagnesiumnitrat), typ 7 (magnesiumsulfonitrat), typ 8 (kvävegödselmedel med magnesium) och enkla kaliumgödselmedel, typ 2 (anrikad kainit), typ 4 (kaliumklorid med magnesium), typ 6 (kaliumsulfat med magnesiumsalt).
- gödselmedel förtecknade i bilaga I D gällande sekundära näringsämnen

3. PRINCIP

Magnesium lösliggörs med metoderna 8.1 och/eller 8.3. Första titrering: med EDTA av Ca och mg i närvaro av erikromsvart-T. Andra titrering: med EDTA av Ca i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra. Bestämning av magnesiumhalten genom skillnadsberäkning.

4. REAGENS

4.1. Normerad 0,05 mol/l magnesiumlösning:

4.1.1. Lös upp 1,232 g magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i 0,5 mol/l saltsyra (4.11) och fyll på med samma syra så att det blir 100 ml.

eller

4.1.2. Väg upp 2,016 g magnesiumoxid som tidigare kalcinerats för att få bort varje spår av karbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten

Rör i ca 120 ml saltsyra på ca 1 mol/l (4.12).

Häll upp i en 1 000 ml-mätkolv, efter upplösning. Fyll till märket och blanda.

En milliliter av dessa lösningar skall innehålla 1,216 milligram mg (= 2,016 mg mgO).

4.2. Laboratoriet ansvarar för provning av styrkan av denna standardlösning.

4.2. 0,05-molar EDTA-lösning

Väg in 18,61 gram dihydratiserat dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), placera det i en 1 000-ml bägare och lös i 600-800 ml vatten. Överför lösningen kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten och blanda. Jämför lösningen med standardlösningen (4.1) genom att ta ett 20-ml prov av den senare och titrera enligt det analysförfarande som beskrivs i punkt 7.2.

4.3. En milliliter av EDTA-lösningen skall motsvara 1,216 mg mg (= 2,016 mg mgO) och 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (se anm. 10.1 och 10.6).

4.3. 0,05-molar standardlösning av kalcium

Väg in 5,004 gram torrt kalciumkarbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten. Tillsätt lite i sänder under omrörning ca 120 ml saltsyra på ca 1 mol/l (4.12).

Onsdag 10 april 2002

Koka upp för att driva ut koldioxiden, låt svalna, överför kvantitativt till en enliters mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Jämför denna lösning med EDTA-lösningen (4.2) enligt analysförfarandet (7.3). En milliliter av denna lösning skall innehålla 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) och skall motsvara en milliliter 0,05-molar EDTA-lösning (4.2).

4.4. **Calceinindikator**

Blanda omsorgsfullt 1 g calcein med 100 g natriumklorid i en mortel. Använd 10 mg av denna blandning. Indikatorn ändras från grönt till orange. Titring måste utföras tills man får en orange färg som är fri från gröna färgtoner.

4.5. **Calconkarboxylsyreindikator**

Lös 400 mg calconkarboxylsyra i 100 ml metanol. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn ändras från rött till blått. Titring måste utföras tills man får en blå färg helt fri från röda färgtoner.

4.6. **Eriokromsvart-T-indikator**

Lös upp 300 mg eriokromsvart-T i en blandning på 25 ml propanol-1 och 15 ml trietanolamin. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn skiftar från rött till blått och titring skall pågå tills en blå färg, helt fri från röda nyanser erhålls. Den skiftar färg enbart när magnesium är närvarande. Tillsätt 1 ml av standardlösningen (4.1) om detta behövs.

När både kalcium och magnesium är närvarande, bildar EDTA först ett komplex med kalcium och därefter med magnesium. I så fall bestäms summan av de två elementen samtidigt.

4.7. **Kaliumcyanidlösning**

2 %-ig vattenlösning av KCN. (Pipettera ej med munnen och se 10.7.)

4.8. **Lösning av kaliumhydroxid och kaliumcyanid**

Lös 280 g KOH och 66 g KCN i vatten, fyll till en liter och blanda.

4.9. **Buffertlösning pH 10,5**

Lös upp 33 g ammoniumklorid i 200 ml vatten i en 500 ml-mätkolv, tillsätt 250 ml ammoniak ($d_{20} = 0,91$), fyll vatten till märket och blanda. Kontrollera regelbundet lösningens pH-värde.

4.10. **Utspädd saltsyra: en del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten**

4.11. **Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.**

4.12. **Saltsyralösning, ca 1 mol/l.**

4.13. **Natriumhydroxidlösning, 5 mol/l.**

5. **UTRUSTNING**

5.1. **Magnetomrörare eller mekanisk omrörare**

5.2. **pH-mätare.**

Onsdag 10 april 2002

6. **KONTROLLPROV**

Utför en bestämning på delmängder av lösningarna (4.1 och 4.3) så att förhållandet Ca/Mg är ungefär detsamma som hos den lösning som skall analyseras. För detta tar man (a) milliliter av mg-standardlösningen (4.3) och (b-a) milliliter av standardlösningen (4.1). (a) och (b) är det antal milliliter av EDTA-lösningen som används i de båda titreringar som utförs på den lösning som skall analyseras. Detta förfarande är endast korrekt om EDTA-lösningarna är exakt likvärdiga vad beträffar kalcium och magnesium. Om så inte är fallet måste justeringar göras.

7. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

Se metod 8.1 och 8.3.

8. **BESTÄMNING**8.1. **Delmängder som skall tas ut.**

Delmängden skall innehålla mellan 9 och 18 mg magnesium (= 15 till 30 mg mgO) i den mån detta är möjligt.

8.2. **Titring i närvaro av eriochromsvart-T**

Pipettera en aliquot (8.1) av den lösning som skall analyseras till en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.13) med hjälp av pH-mätaren. Späd ut med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml av buffertlösningen (4.9). Det pH-värde som erhålls måste vara $10,5 \pm 0,1$. Tillsätt 2 ml av kaliumcyanidlösningen (4.7) och 3 droppar av eriochromsvart-T-indikatorn (4.6). Titra med EDTA-lösningen (4.2). Rör försiktigt med omröraren (5.1) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Sätt "b" till antalet milliliter av EDTA-lösningen, 0,05 mol/l.

8.3. **Titring i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra**

Av den lösning som skall analyseras pipetteras en delmängd som är lika stor som den som erhållits från ovanstående titring och placeras i en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.13) med hjälp av pH-mätaren. Späd med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 10 ml av KOH/KCN-lösningen (4.8) och indikatorn (4.4 eller 4.5). Rör försiktigt med omröraren (5.1), titra med EDTA-lösningen (4.2) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Sätt "b" till antalet milliliter av EDTA-lösningen, 0,05 mol/l.

9. **REDOVISNING AV RESULTATEN**

För de EEG-gödselmedel som metoden avser (5 gram gödselmedel i 500 ml extrakt) är procentandelen av gödselmedlet:

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

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

där:

a = antalet milliliter 0,05 mol/l EDTA-lösning som används vid titring i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra

b = antalet milliliter 0,05 mol/l EDTA-lösning som används vid titring i närvaro av eriochromsvart-T

M = massan hos det prov som finns i den delmängd som tagits ut (i gram)

T = $0,2016 \times \text{mol/l EDTA-lösning}/0,05$ (se 4.2),

T' = $0,1216 \times \text{mol/l EDTA-lösning}/0,05$ (se 4.2),

Onsdag 10 april 2002

10. KOMMENTARER

- 10.1. Det stökiometrisk förhållandet EDTA/metall i komplexometriska analyser är alltid 1:1, oavsett metallens valens och trots att EDTA är kvadivalent. EDTA-titreringslösningen och standardlösningarna kommer därför att vara molarlösningar och inte normala
- 10.2. Komplexbometriska indikatorer är ofta känsliga för luft. Lösningen kan förlora färg under titreringen. I så fall måste ytterligare 1 eller 2 droppar av indikatorlösningen tillsättas. Detta gäller framför allt eriokromsvart och calconkarboxylsyra.
- 10.3. Metallindikatorkomplexen är ofta ganska stabila och det kan därför ta viss tid innan färgen ändras. De sista dropparna av EDTA-lösningen måste därför tillsättas långsamt och en droppe av 0,05-molarlösning av magnesium (4.1) eller kalcium (4.3) tillsätts för att säkerställa att färgskiftning inte redan inträffat. Detta gäller framförallt eriokrommagnesiumkomplexet
- 10.4. Indikatorns färgförändring får inte iakttas vertikalt utan skall observeras horisontellt tvärs igenom lösningen, varvid bägaren måste vara väl belyst mot en vit bakgrund. Indikatorns färgskiftning kan lätt iakttas, om man placerar bägaren på en matt glasskiva med svag belysning underifrån (25 watts-lampa)
- 10.5. Denna analys kräver en viss erfarenhet. Uppgiften innebär bl. a. att iaktta färgskiftningar i standardlösningarna 4.1 och 4.3. Analysbestämningarna bör därför utföras av samma laboratorie-kemist
- 10.6. Om en EDTA-lösning av garanterad styrka används (t. ex. Titrisol och Normex) så kan detta förenkla kontrollen av ekvivalensen på standardlösningarna 4.1, 4.2 och 4.3.
- 10.7. De lösningar som innehåller kaliumcyanid får inte hällas ut i avloppet, förrän cyaniden har omvandlats till en oskadlig förening, t. ex. genom oxidation med natriumhypoklorit sedan den först gjorts basisk

*Metod 8.9***BESTÄMNING AV SULFATER****1. RÄCKVIDD**

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av svavel i form av sulfater i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller bestämning av sulfater i extrakt som erhållits med metoden 8.1, 8.2, 8.3 och 8.4.

3. PRINCIP

Bestämning av bariumsulfat genom gravimetrisk analys.

4. REAGENS**4.1. Utspädd saltsyra**

En del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten.

4.2. Bariumkloridlösning $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 122 gram per liter**4.3. Silvernitratlösning: 5 gram per liter****5. UTRUSTNING****5.1. Porslinsdegler****5.2. Vattenbad**

Onsdag 10 april 2002

5.3. **Torkugn inställd på 105 °C ± 1 °C**

5.4. **Elektrisk ugn inställd på 800 °C ± 50 °C**

6. FÖRFARANDE

6.1. Provtagning av lösningen

Pipettera en delmängd av en av extraktionslösningarna enligt punkt 2, som innehåller mellan 20 och 100 mg S, eller mellan 50 och 250 mg SO₃.

Placera denna delmängd i en bägare av lämplig storlek. Tillsätt 20 ml utspädd saltsyra (4.1). Fyll på vatten till ungefär 300 ml.

6.2. Beredning av utfällningen

Koka upp lösningen. Tillsätt droppe för droppe ungefär 20 ml bariumkloridlösning (4.2) under ständig, kraftig omrörning. Koka i några minuter.

Täck över bägaren med ett urglas och låt den stå i ett kokande vattenbad (5.2) i en timme. Låt den sedan stå varmt (± 60 °C) tills vätskan ovanför sedimentet är helt klar. Häll upp den klara lösningen genom ett långsamt filtrerande, askfritt filter. Tvätta fällningen flera gånger med varmt vatten. Fortsätt att tvätta fällningen på filtret tills filtratet är kloridfritt. Detta kan kontrolleras med silvernitratlösning (4.3).

6.3. Förbränning och vägning av fällningen

Placera filterpappret och fällningen i en porslinsdegel (5.1) som tidigare vägts med en noggrannhet på 0,1 mg. Torka i ugnen (5.3) och föraska provet vid ca 800 °C i en halvtimme (5.4). Låt svalna i en exsickator och väg med en noggrannhet på 0,1 mg.

7. REDOVISNING AV RESULTATEN

Ett mg bariumsulfat motsvarar 0,137 mg S eller 0,343 mg SO₃.

Procenthalten av S i gödselmedlet är:

$$S (\%) = w \times 0,0137 \times \frac{v_1}{v_2 \times m}$$

$$SO_3 (\%) = S (\%) \times 2,5$$

där:

w = bariumsulfatfällningens massa i milligram,

v₁ = extraktionslösningens volym i milliliter

v₂ = alikvotens volym i milliliter

m = provets massa i gram

Metod 8.10

BESTÄMNING AV EXTRAHERAT NATRIUM

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av natrium i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden gäller EG-gödselmedel, för vilka bilaga I föreskriver att förekomst av natrium skall anges.

Onsdag 10 april 2002

3. **PRINCIP**

3.1. Efter lämplig utspädning av det extrakt som erhålls med metod 8.1 och/eller 8.3 bestäms natriumhalten i lösningen med flamspektrometri.

4. **REAGENS**4.1. **Utspädd saltsyra**

En del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) plus en del vatten.

4.2. **Aluminiumnitrat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$** 4.3. **Cesiumklorid, CsCl** 4.4. **Vattenfritt natriumklorid, NaCl** 4.5. **Lösning av cesiumklorid och aluminiumnitrat**

Lös i vatten 50 g cesiumklorid (4.3) och 250 g aluminiumnitrat (4.2) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.

4.6. **Ställd natriumlösning på ett mg/ml Na**

Lös i vatten 2,542 g natriumklorid (4.4) i en 1 000 ml-mätkolv. Tillsätt 10 ml saltsyra (4.1). Fyll på vatten till märket och blanda.

5. **UTRUSTNING**

Spektrometer utrustad för flammetri, inställd på 589,3 nm.

6. **KALIBRERINGSLÖSNINGAR**6.1. **Placera 10 ml standardlösning (4.6) i en 250 ml-mätkolv. Fyll till märket och blanda. Lösningens koncentration: 40 µg/ml Na**6.2. **Placera 0, 5, 10, 15, 20, 25 ml av den intermediära lösningen (6.1) i 100 ml-mätkolvar. Tillsätt 10 ml av lösningen (4.5). Fyll till märket och blanda. Lösningarnas koncentration: 0, 2, 4, 6, 8, 10 µg/ml Na**7. **BEREDNING AV DE LÖSNINGAR SOM SKALL MÄTAS**

Gör utspädningen med beaktande av den förväntade natriumhalten i extraktionslösningen enligt metod 8.1 eller 8.3 (5 g gödselmedel i 500 ml) enligt följande tabell:

Na ₂ O (%)	Na (%)	Intermediär spädning		Slutlig spädning		Spädningsgrad
		Prov (ml) (v_2)	Spädning till ml (v_3)	Prov (ml) (v_4)	Spädning till ml	
3–5	2,2–3,7	10	50	10	100	50
5–10	3,7–7,4	10	100	10	100	100
10–20	7,4–15	10	100	5	100	200
20–38	15–28	5	100	5	100	400

Gör den intermediära utspädningen med vatten. För den slutliga utspädningen tillsätts 10 ml av lösningen (4.5) till en 100 ml-mätkolv.

För ett prov på ett gram multipliceras den slutliga utspädningens mängd (v_4) med fem.

Onsdag 10 april 2002

8. BESTÄMNING

Ställ in spektrometern (5.1) för mätning på våglängd 589,3 nm. Kalibrera instrumentet genom att registrera instrumentets reaktion på kalibreringslösningarna (6.2). Justera sedan dess känslighet, så att hela skalan utnyttjas när den mest koncentrerade kalibreringslösningen används. Mät sedan reaktionen på den provlösning som skall analyseras (7). Upprepa detta tre gånger.

9. BERÄKNING AV RESULTATEN

Rita upp en kalibreringskurva genom att markera det genomsnittliga utslaget för varje kalibreringslösning, uttryckt i µg per ml på x-axeln. Bestäm ur denna provlösningens natriumkoncentration. Beräkna mängden natrium ur standardlösningarna med hänsyn tagen till spänningsgraderna. Redovisa resultaten som procenthalt av provet.

Procent natriumhalt (Na) i gödselmedel erhålls ur följande ekvationer:

$$\text{Na (\%)} = x \cdot \frac{v_3}{v_4} \cdot \frac{v_1}{v_2} \cdot \frac{10^{-2}}{m}$$

$$\text{Na}_2\text{O (\%)} = \text{Na (\%)} \times 1,348$$

där:

x = koncentration av lösningen införd i spektrometern i µg/ml,

v₁ = extraktionslösningens volym i milliliter

v₂ = alikvotens volym i milliliter

v₃ = den intermediära spädningens volym i milliliter,

v₄ = alikvotens volym i ml av den slutliga spädningen (i 100 milliliter),

m = provets massa i gram

*Metod 9***MIKRONÄRINGSÄMNEN I HALTER UPP TILL 10 %***Metod 9.1***EXTRAKTION AV DEN TOTALA HALTEN AV MIKRONÄRINGSÄMNEN****1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera den totala halten av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma den totala halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpligt på de mikronäringsämnena som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

3. PRINCIP

Upplösning i kokande utspädd saltsyra.

Anmärkning: Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ beroende på produkten eller gödselmedlets andra beståndsdelar. Särskilt för vissa manganoxider kan den extraerade mängden vara betydligt mindre än den totala mängd mangan som produkten innehåller. Gödselmedelstillverkaren ansvarar för att den deklarerade halten verkligen motsvarar den mängd som extraheras under de förhållanden som metoden anger.

Onsdag 10 april 2002

4. **REAGENS**4.1. **Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:**

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 1 del vatten.

4.2. **Koncentrerad ammoniaklösning (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml)**5. **UTRUSTNING**

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

Anmärkning: Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Eftersom det ingår kokning i metoden är teflon eller kvartsglas lämpligt att använda. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **BEREDNING AV PROVET**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**7.1. **Prov**

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	< 0,01	0,01–< 5	≥ 5–10
Provet massa (g)	10	5	2
Ämnets massa i provet.	1	0,5–250	100–200
Volymen av extrakt V (ml)	250	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	4	1–500	200–400

Överför provet till en 250 ml-glasbägare.

7.2. **Beredning av lösningen**

Fukta provet med lite vatten om det behövs. Tillsätt försiktigt och i små mängder 10 ml utspädd saltsyralösning (4.1) per gram gödselmedel. Tillsätt ca 50 ml vatten. Täck glasbägaren med ett urglas och blanda. Låt blandningen koka upp på kokplattan och låt den koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Överför kvantitativt till en mätkolv på 250 eller 500 ml (se tabell). Fyll till märket med vatten och blanda väl. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kasta den första mängden. Extraktet skall vara helt klart.

Bestämningen bör göras omedelbart på aliquoter av det klara filtratet. I annat fall bör kärlet täppas till.

Anmärkning: Extrakt där halten av bor skall bestämmas: Justera pH-värdet till mellan 4 och 6 med koncentrerad ammoniak (4.2).

8. **BESTÄMNING**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de aliquoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en aliquot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

Onsdag 10 april 2002

Metod 9.2

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGA MIKRONÄRINGSÄMNE

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera vattenlösliga former av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämbart på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av 10 % eller mindre.

3. PRINCIP

Mikronäringsämnena extraheras genom att gödselmedlet skakas i vatten vid $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Anmärkning: Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ.

4. REAGENS

4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18\text{ g/ml}$) med 1 del vatten.

5. UTRUSTNING

5.1. Roterande skakapparat (35–40 varv i minuten).

5.2. pH-mätare

Anmärkning: Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Teflon eller kvartsglas är lämpligt att använda för denna extraktion. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1. Prov

Tag en mängd gödselmedel som väger mellan 2 och 10 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	< 0,01	0,01 – < 5	≥ 5–10
Provet massa (g)	10	5	2
Ämnets massa i provet.	1	0,5–250	100–200
Volymen av extrakt V (ml)	250	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	4	1–500	200–400

Överför provet till en kolv på 250 eller 500 ml (se tabell).

Onsdag 10 april 2002

7.2. Beredning av lösningen

Tillsätt ca 200 ml vatten i 250 ml-kolven eller 400 ml vatten i 500 ml-kolven.

Tillslut kolven väl med en propp. Skaka den kraftigt för hand för att dispergera provet. Placera därefter kolven i skakapparaten (5.1) och skaka den i 30 minuter.

Fyll till märket med vatten och blanda väl.

7.3. Beredning av provlösningen

Filtrera omedelbart till en ren och torr kolv. Tillslut kolven med en propp. Gör bestämningen direkt efter filtreringen.

Anmärkning: Om filtratet gradvis blir grumligt, gör en ny extraktion enligt 7.1 och 7.2 och i en kolv med volym V_e . Filtrera till en mätkovl volym W som torkats och därefter försetts med 5,00 ml saltsyralösning (4.1). Avbryt filtreringen exakt när ytan är i höjd med märket. Blanda väl.

När detta förfarande följs är extraktets volym

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Detta värde på V skall användas vid bestämningen av halten av spårämnen.

8. BESTÄMNING

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Vid behov skall kelaterande eller komplexbildande organiska ämnen tas bort från en alikvot av extraktet med hjälp av metod 9.3. Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

*Metod 9.3***BORTTAGNING AV ORGANISKA FÖRENINGAR FRÅN EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL****1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att ta bort organiska föreningar från extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

Anmärkning: Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. PRINCIP

De organiska föreningarna i en alikvot av extraktet oxideras med väteperoxid.

4. REAGENS**4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l:**

Blanda 1 volymdel saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 20 volymdelar vatten.

4.2. Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2 , $\rho = 1,11$ g/ml), fri från mikronäringsämnen

Onsdag 10 april 2002

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. FÖRFARANDE

Häll 25 ml av den lösning som har extraherats med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 i en 100 ml-glasbägare. Om metod 9.2 används, tillsätt 5 ml utspädd saltsyralösning (4.1). Tillsätt sedan 5 ml väteperoxidlösning (4.2). Täck med ett urglas. Låt oxidera i rumstemperatur i ca en timme, låt sedan gradvis koka upp och låt koka i en halvtimme. Tillsätt vid behov ytterligare 5 ml väteperoxid till lösningen när den har svalnat. Koka sedan lösningen för att ta bort överskott av väteperoxid. Låt svalna och överför kvantitativt till en 50 ml-mätkolv och fyll upp till märket. Filtrera vid behov.

Denna utspädning skall beaktas vid uttagningen av alikvoter och beräkningen av mikronäringsämnenas procentandel i produkten.

Metod 9.4

**BESTÄMNING AV MIKRONÄRINGSÄMNINGEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONS SPEKTROMETRI
(allmänt förfarande)**

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av halten av vissa mikronäringsämnen i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

Anpassning av förfarandet till respektive mikronäringsämne finns beskriven i den särskilda metoden för varje spårämne.

Anmärkning: Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. PRINCIP

Efter det att extraktet vid behov har behandlats för att minska eller ta bort störande kemiska ämnen, späds det ut så att koncentrationen ligger inom spektrometers optimala mätområde på en väglängd som är lämplig för det mikronäringsämne som skall bestämmas.

4. REAGENS**4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l**

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 1 del vatten.

4.2. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l

Blanda 1 volymdel saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 20 volymdelar vatten.

Onsdag 10 april 2002

4.3. **Lantansaltlösningar (10 g La per liter)**

Denna reagens används för bestämning av kobolt, järn, mangan och zink. Den kan beredas på följande två sätt:

- a) Lantanoxid upplöst i saltsyra (4.1). Sätt 11,73 g lantanoxid (La_2O_3) till 150 ml vatten i en 1-liters mätkolv och tillsätt 120 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt den lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten och blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l
- b) eller med lösningar av lantanklorid, lantansulfat eller lantannitrat. Lös upp 26,7 g lantankloridheptahydrat ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eller 31,2 g lantannitrathexahydrat [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] eller 26,2 g lantansulfat-nonahydrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] i 150 ml vatten. Tillsätt 85 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt saltet lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten. Blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l.

4.4. **Kalibreringslösningar**

För beredningen av dessa, se varje mikronäringsämnes respektive bestämningsmetod.

5. **UTRUSTNING**

Atomabsorptionsspektrometer med strålningskällor som ger karakteristisk strålning för de mikronäringsämnena som skall bestämmas.

Den som använder utrustningen skall ha god kännedom om den och följa tillverkarens instruktioner. Utrustningen skall tillåta att bakgrundskorrigerings görs så att sådan kan användas vid behov, särskilt för Co och Zn. De gaser som skall användas är luft och acetylen.

6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

6.1. **Beredning av extraktlösningar av de mikronäringsämnena som skall bestämmas.**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. **Beredning av provlösningen**

Späd en aliquot av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1, 9.2 eller 9.3 med vatten och/eller saltsyra (4.1) eller (4.2) så att den slutliga mätlösningen innehåller en koncentration av de ämnena som skall bestämmas som är lämplig för det mätområde som används (7.2) och en saltsyrakoncentration på minst 0,5 mol/l och inte mer än 2,5 mol/l. Det kan behövas en eller flera ytterligare utspädningar.

Häll i en 100 ml-mätkolv en aliquot av den slutliga lösning som har framställts genom att späda extraktet. Låt (a) vara volymen i ml. För bestämning av halten av kobolt, järn, mangan eller zink, tillsätt 10 ml av lantansaltlösningen (4.3). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Detta är den slutliga mätlösningen. Låt D vara utspädningsfaktorn.

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Beredning av blindlösning**

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2. **Beredning av kalibreringslösningar**

Från de arbetskalibreringslösningar som har framställts med hjälp av varje mikronäringsämnes respektive metod bereds i 100 ml-mätkolvar en serie med minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom spektrometers optimala mätområde. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära den utspädda provlösningens koncentration som möjligt (6.2). Vid bestämning av kobolt, järn, mangan och zink, tillsätt 10 ml av samma lantansaltlösning (4.3) som användes i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

Onsdag 10 april 2002

7.3. Bestämning

Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden enligt metoden för det aktuella mikronäringsämnet.

Spruta in kalibreringslösningarna (7.2), provlösningen (6.2) och blindlösningen (7.1) i tur och ordning tre gånger. Anteckna varje resultat och spola instrumentet med destillerat vatten mellan varje insprutning.

Rita kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorptionsvärdena för var och en av kalibreringslösningarna (7.2) längs y-axeln och motsvarande spårämneskoncentrationer i µg/ml längs x-axeln.

Avläs ur kurvan koncentrationen av det aktuella mikronäringsämnet i provlösningen x_s (6.2) och i blindlösningen x_b (7.1). Koncentrationerna uttrycks i µg per ml.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mikronäringsämnet (E):

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

där:

E är mängden mikronäringsämne som skall bestämmas, uttryckt som procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

x_b är blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3).....(ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3).....(vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.5**SPEKTRONOMISK BESTÄMNING AV BORHALTEN
I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV AZOMETIN-H****1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av bor i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen bor skall deklarerar enligt bilaga I i denna förordning.

3. PRINCIP

Boratjoner bildar tillsammans med azometin-H-lösning ett gult komplex. Komplexets koncentration bestäms med hjälp av molekylabsorptionsspektrometri vid 410 nm. Störande joner maskeras med EDTA.

Onsdag 10 april 2002**4. REAGENS****4.1. EDTA-buffertlösning**

Överför följande till en 500 ml-mätkolv som innehåller 300 ml vatten:

- 75 g ammoniumacetat ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$).
- 10 g dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra (Na_2EDTA).
- 40 ml ättiksyra (CH_3COOH $d_{20} = 1,05$ g/ml).

Fyll till märket med vatten och blanda väl. Lösningens pH-värde, mätt med en glaselektrod, skall vara $4,8 \pm 0,1$.

4.2. Azometin-H-lösning

Överför följande till en 200 ml-mätkolv:

- 10 ml buffertlösning (4.1).
- 400 mg azometin-H ($\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NaO}_8\text{S}_2$);
- 2 g askorbinsyra ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$).

Fyll till märket och blanda väl. Blanda inte till stora mängder av detta reagens eftersom det bara är hållbart några dagar.

4.3. Borkalibreringslösningar**4.3.1. Borstamlösning (100 µg/ml)**

Lös 0,5719 g borsyra (H_2BO_3) i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Överför till en plastkolv och förvara i kylskåp.

4.3.2. Borstamlösning (10 µg/ml)

Överför 50 ml stamlösning (4.3.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

5. UTRUSTNING

Spektrometer utrustad för molekylabsorption, inställd på en våglängd på 410 nm och försedd med kyvett med 10 mm skiktjocklek.

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. Beredning av borklösningen**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. Beredning av provlösningen

Späd en alikvot av extraktet (6.1) så att den borkoncentration som anges i 7.2 erhålles. Det kan krävas två utspädningar i följd. Låt D vara utspädningsfaktorn.

6.3. Beredning av korrektionslösningen

Om provlösningen (6.2) är färgad, bered en motsvarande korrektionslösning genom att till en plastkolv föra över 5 ml av provlösningen (6.2), 5 ml EDTA-buffertlösning (4.1) och 5 ml vatten och blanda väl.

7. FÖRFARANDE**7.1. Beredning av blindlösning**

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

Onsdag 10 april 2002

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

För över 0, 5, 10, 15, 20 och 25 ml av arbetskalibreringslösningen (4.3.3) till en serie 100 ml-mätkolvar. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Dessa lösningar innehåller mellan 0 och 2,5 µg/ml bor.

7.3. Färgutveckling

För över 5 ml av kalibreringslösningarna (7.2), provlösningarna (6.2) och blindlösningen (7.1) till en serie plastkolvar. Tillsätt 5 ml av EDTA-buffertlösningen (4.1). Tillsätt 5 ml av azomet-hin-H-lösningen (4.2).

Blanda väl och låt färgen utvecklas i mörker 2,5-3 timmar.

7.4. Bestämning

Mät absorbansen hos de lösningar som har framställts enligt 7.3 och vid behov korrektionslösningen (6.3) mot vatten vid en våglängd på 410 nm. Skölj kyvetterna med vatten före varje ny avläsning.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Rita upp kalibreringskurvan med lösningarnas koncentration (7.2) på x-axeln och den absorbans (7.4) som spektrometern anger längs y-axeln.

Avläs ur kalibreringskurvan koncentrationen av bor (B) i blindlösningen (7.1), koncentrationen av bor (B) i provlösningen (6.2) och, om provlösningen är färgad, den korrigerade koncentrationen av lösningen. För att beräkna denna, subtrahera korrektionslösningens absorbans (6.3) från provlösningens absorbans och bestäm den korrigerade koncentrationen av provlösningen. Anteckna provlösningens koncentration (6.2) med eller utan korrigering, $X(x_s)$ och blindlösningens koncentration (x_b).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av bor:

$$B \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$B \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

där:

B är mängden bor uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens koncentration (µg/ml) i provlösningen (6.2), med eller utan korrigering correction;

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration (µg/ml)

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a_1), (a_2) är alikvoterna och (v_1), (v_2) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

Onsdag 10 april 2002

Metod 9.6

BESTÄMNING AV KOBOLTHALTEN I EXTRAKT AV
GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI1. **RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

2. **TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen kobolt skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. **PRINCIP**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kobolthalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **REAGENS**4.1. **Saltsyralösning, ca 6 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.1).

4.2. **Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.2).

4.3. **Lantansaltlösningar (10 g La per liter)**

Se metod 9.4 (4.3).

4.4. **Koboltkalibreringslösning**4.4.1. *Koboltstamlösning (1 000 µg/ml)*

Väg in 1 g kobolt med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och värm på en värmeplatta tills koboltet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2. *Koboltstamlösning (100 µg/ml)*

Överför 10 ml stamlösning (4.4.1) till en 100 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **UTRUSTNING**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för kobolts karakteristiska strålning (240,7 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. **Koboltextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. **Beredning av provlösningen**

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

Onsdag 10 april 2002

7. **FÖRFARANDE**7.1. **Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. **Beredning av kalibreringslösningar**

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0,5 µg/ml kobolt, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolva. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml kobolt.

7.3. **Bestämning**

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 240,7 nm.

8. **REDOVISNING AV RESULTATEN**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt:

$$\text{Co \%} = [x_s - x_b] \times V \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Co \%} = [x_s - x_b] \times V \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Co är mängden kobolt uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i µg/ml

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a1), (a2), (a3).....(ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3).....(vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.7

**BESTÄMNING AV KOPPARHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI**

1. **RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen koppar skall deklarerats enligt bilaga I E i denna förordning.

Onsdag 10 april 2002

3. **PRINCIP**

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms kopparhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. **REAGENS**

4.1. **Saltsyralösning, ca 6 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.1).

4.2. **Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.2).

4.3. **Väteperoxidlösning (30 % H₂O₂, d₂₀= 1,11 g/ml) fri från mikronäringsämnen**

4.4. **Kopparkalibreringslösning**

4.4.1. *Kopparstamlösning (1 000 µg/ml)*

Väg in 1 g koppar med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 5 ml väteperoxidlösning (4.3) och värm på en värmeplatta tills kopparen är helt upplöst. Överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2. *Koppararbetslösning (100 µg/ml)*

Överför 20 ml stamlösning (4.4.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **UTRUSTNING**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för koppars karakteristiska strålning (324,8 nm).

6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

6.1. **Kopparextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. **Beredning av provlösningen**

Se metod 9.4 (6.2).

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1).

7.2. **Beredning av kalibreringslösningar**

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml koppar, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration (6.2) som möjligt. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml koppar.

7.3. **Bestämning**

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 324,8 nm.

Onsdag 10 april 2002

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

$$\text{Cu \%} = [x_s - x_b] \times V \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Cu \%} = [x_s - x_b] \times V \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Cu är mängden koppar uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a1), (a2), (a3),..., (ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3),..., (vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 9.8**BESTÄMNING AV JÄRNHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI****1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS**4.1. Saltsyralösning, ca 6 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.1).

4.2. Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.

Se metod 9.4 (4.2).

4.3. Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2 , $d_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$), från mikronäringsämnen**4.4. Lantansaltlösningar (10 g La per liter)**

Se metod 9.4 (4.3).

Onsdag 10 april 2002**4.5. Järnkalibreringslösningar****4.5.1. Järnstamlösning (1 000 µg/ml)**

Väg in 1 g järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.5.2. Järnarbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. Järnextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning.

7. FÖRFARANDE**7.1. Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

7.3. Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

$$\text{Fe \%} = [x_s - x_b] \times V \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

$$\text{Fe \%} = [x_s - x_b] \times V \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Fe är mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml

Onsdag 10 april 2002

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a_1) , (a_2) , (a_3) (a_i) och (a) är alikvoterna och (v_1) , (v_2) , (v_3) (v_i) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Metod 9.9

BESTÄMNING AV HALTEN AV MANGAN I EXTRAKT AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen mangan skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms manganhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS

4.1. Saltsyralösning, ca 6 mol/l.

Se metod 9.4 (4.1).

4.2. Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.

Se metod 9.4 (4.2).

4.3. Lantansaltlösningar (10 g La per liter)

Se metod 9.4 (4.3).

4.4. Mangankalibreringslösning

4.4.1. Manganstamlösning (1 000 $\mu\text{g/ml}$)

Väg in 1 g mangan med en noggrannhet på 0,1 mg i en 250 ml-glasbägare. Tillsätt 25 ml 6 mol/l saltsyralösning (4.1). Värm på en värmeplatta tills manganet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2. Manganarbetslösning (100 $\mu\text{g/ml}$)

Späd ut 20 ml stamlösning (4.4.1) med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2) i en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2) till märket och blanda.

Onsdag 10 april 2002

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningsskälla för mangans karakteristiska strålning (279,6 nm).

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. Manganextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. Beredning av provlösningen

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. FÖRFARANDE**7.1. Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml mangan, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml mangan.

7.3. Bestämning

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 279,6 nm.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$\text{Mn \%} = [x_s - x_b] \times V \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod 9.3 har använts:

$$\text{Mn \%} = [x_s - x_b] \times V \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Mn är mängden mangan uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i µg/ml

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a1), (a2), (a3).....(ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3).....(vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Onsdag 10 april 2002

Metod 9.10

BESTÄMNING AV MOYBDEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV
SPEKTROMETRI AV ETT KOMPLEX MED AMMONIUMTIOCYANAT

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen molybden skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Molybden (V) bildar tillsammans med SCN⁻-joner i sur miljö ett komplex [MoO (SCN)₅].

Komplexet extraheras med n-butylacetat. Störande joner, som t. ex. järnjoner blir kvar i vattenfasen. Den orangegula färgen bestäms av molekylabsorptionsspektrometri vid 470 nm.

4. REAGENS

4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l

Se metod 9.4 (4.1).

4.2. Kopparlösning (70 mg/l) i 1,5 mol/l saltsyra

Lös 275 mg kopparsulfat (CuSO₄ · 5H₂O), som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 250 ml 6 mol/l saltsyralösning (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.3. Askorbinsyrelösning (50 g/l)

Lös 50 g askorbinsyra (C₆H₈O₆) i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Förvara i kylskåp.

4.4. n-butylacetat

4.5. Ammoniumtociocyanatlösning, 0,2 M

Lös upp 15,224 g NH₄SCN i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket. blanda väl och förvara i en mörk flaska.

4.6. Tennkloridlösning (50 g/l) i 2 mol/l saltsyra

Denna lösning måste vara helt klar och beredas direkt före användningen. Tennkloriden måste vara mycket ren, annars blir lösningen grumlig.

För att bereda 100 ml lösning, lös 5 g (SnCl₂ · 2H₂O) i 35 ml 6 mol/l HCl-lösning (4.1). Tillsätt 10 ml kopparlösning (4.2). Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.7. Molybdenkalibreringslösningar

4.7.1. Molybdenstamlösning (500 µg/ml)

Lös 0,920 g ammoniummolybdat [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O], som är uppvägt med en noggrannhet på 0,1 mg, i 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med saltsyran och blanda väl.

4.7.2. Intermediär molybdenlösning (25 µg/ml)

Överför 25 ml stamlösning (4.7.1) till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 mol/l saltsyra (4.1) och blanda väl.

Onsdag 10 april 2002

4.7.3. *Molybdenarbetslösning (2,5 µg/ml)*

Överför 10 ml intermediär lösning (4.7.2) till en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket med 6 mol/l saltsyra (4.1) och blanda väl.

5. **UTRUSTNING**

5.1. **Molekylabsorptionsspektrometer försedd med kyvetter med 20 mm skiktjocklek. Instrumentet skall vara inställt på en våglängd på 470 nm.**

5.2. **Separationstrattar på 200 eller 250 ml.**

6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

6.1. **Molybdenextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. **Beredning av provlösningen**

Späd en aliquot av extraktet (6.1) med 6 mol/l saltsyralösning (4.1) för att få fram en lämplig molybdenkoncentration. Låt D vara utspädningsfaktorn.

Överför en aliquot (a) från extraktlösningen som innehåller 1-12 µg molybden till en separationstratt (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 mol/l saltsyralösning (4.1).

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Beredning av blindlösning**

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2. **Beredning av kalibreringslösningar**

Bered en serie med minst sex kalibreringslösningar med ökande koncentration som motsvarar spektrometers optimala mätområde.

För området 0-12,5 µg molybden, överför 0, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.7.3) till separationstrattarna (5.2). Fyll upp till 50 ml med 6 mol/l saltsyralösning (4.1). Trattarna innehåller 0, 2,5, 5, 7,5, 10 och 12,5 µg molybden.

7.3. **Framkallning och separation av komplexet**

Tillsätt i varje separationstratt (6.2, 7.1 och 7.2) i tur och ordning följande lösningar:

- 10 ml kopparlösning (4.2).
- 20 ml askorbinsyrelösning (4.3).

Blanda väl och vänta i två eller tre minuter. Tillsätt sedan följande:

- 10 ml n-butylacetat (4.4) med hjälp av en precisionspipett.
- 20 ml tiocyanatlösning (4.5).

Skaka i en minut så att komplexet extraheras i den organiska fasen. Låt separera. När de två faserna har separerats, ta bort hela vattenfasen och kasta den. Tvätta den organiska fasen med:

- 10 ml tennkloridlösning (4.6).

Skaka i en minut. Låt separera. Ta bort hela vattenfasen. Samla upp den organiska fasen i ett provrör; detta gör det möjligt att samla de suspenderade vattendropparna.

Onsdag 10 april 2002

7.4. Bestämning

Mät absorbansen i de lösningar som har framställts enligt 7.3 vid en våglängd på 470 nm. Använd molybdenkalibreringslösningen med 0 µg/ml (7.2) som referens.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Rita upp kalibreringskurvan med massan av molybden i kalibreringslösningarna (7.2) uttryckt i µg på x-axeln och de absorbanser (7.4) som spektrometern anger längs y-axeln.

Bestäm ur kalibreringskurvan massan av molybden i provlösningen (6.2) och i blindlösningen (7.1). Dessa massor betecknas (x_s) respektive (x_b).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av molybden:

$$\text{Mo \%} = [x_s - x_b] \times V/a \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Mn \%} = [x_s - x_b] \times V/a \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Mo är mängden molybden uttryckt i procent av gödselmedlet

a är volymen av alikvoten från den sista utspädningslösningen (6.2) uttryckt i ml

x_s är massan av molybden i provlösningen (6.2) uttryckt i µg

x_b är massan av molybden uttryckt i µg i blindlösningen (7.1) vars volym motsvarar volymen (a) av alikvoten av provlösningen (6.2)

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a_1), (a_2) är alikvoterna och (v_1), (v_2) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2)$$

Metod 9.11**BESTÄMNING AV HALTEN AV ZINK I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI****1. RÄCKVIDD**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 9.1 och 9.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen zink skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS**4.1. Saltsyralösning, ca 6 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.1).

Onsdag 10 april 2002

4.2. **Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.**

Se metod 9.4 (4.2).

4.3. **Lantansaltlösningar (10 g La per liter)**

Se metod 9.4 (4.3).

4.4. **Zinkkalibreringslösning**

4.4.1 *Zinkstamlösning (1 000 µg/ml)*

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinket är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2. *Zinkarbetslösning (100 µg/ml)*

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. **UTRUSTNING**

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 9.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

6.1. **Zinkextraktlösning**

Se metod 9.1 och/eller 9.2 och vid behov 9.3.

6.2. **Beredning av provlösningen**

Se metod 9.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

7. **FÖRFARANDE**

7.1. **Beredning av blindlösning**

Se metod 9.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. **Beredning av kalibreringslösningar**

Se metod 9.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0 5 µg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml zink.

7.3. **Bestämning**

Se metod 9.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

Onsdag 10 april 2002

8. **REDOVISNING AV RESULTATEN**

Se metod 9.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

$$\text{Zn \%} = [x_s - x_b] \times V \times D / (M \times 10^4)$$

Om metod (9.3) har använts:

$$\text{Zn \%} = [x_s - x_b] \times V \times 2D / (M \times 10^4)$$

där:

Zn är mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 9.1 eller 9.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D Om (a1), (a2), (a3).....(ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3).....(vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 10**MIKRONÄRINGSÄMNEN I HALTER PÅ ÖVER 10 %****Metod 10.1****EXTRAKTION AV DEN TOTALA HALTEN AV MIKRONÄRINGSÄMNEN**1. **RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera den totala halten av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma den totala halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. **TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E till denna förordning och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpligt på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av mer än 10 %.

3. **PRINCIP**

Upplösning i kokande utspädd saltsyra.

Anmärkning: Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ beroende på produkten eller gödselmedlets andra beståndsdelar. Särskilt för vissa manganoxider kan den extraheerade mängden vara betydligt mindre än den totala mängd mangan som produkten innehåller. Gödselmedelstillverkaren ansvarar för att den deklarerade halten verkligen motsvarar den mängd som extraheras under de förhållanden som metoden anger.

Onsdag 10 april 2002

4. **REAGENS**4.1. **Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:**

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 1 del vatten.

4.2. **Koncentrerad ammoniaklösning (NH₄OH, $\rho = 0,9$ g/ml)**5. **UTRUSTNING**5.1. **Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur**

5.2. pH-mätare

Anmärkning: Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Eftersom det ingår kokning i metoden är teflon eller kvartsglas lämpligt att använda. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. **PROVBEREDNING**

Se metod 1.

7. **FÖRFARANDE**7.1. **Prov**

Tag en mängd gödselmedel som väger 1 eller 2 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	> 10 < 25	≥ 25
Provets massa (g)	2	1
Ämnets massa i provet.	> 200 < 500	≥ 250
Volymen av extrakt V (ml)	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Överför provet till en 250 ml-glasbägare.

7.2. **Beredning av lösningen**

Fukta provet med lite vatten om det behövs. Tillsätt försiktigt och i små mängder 10 ml utspädd saltsyralösning (4.1) per gram gödselmedel. Tillsätt ca 50 ml vatten. Täck glasbägaren med ett urglas och blanda. Låt blandningen koka upp på kokplattan och låt den koka i 30 minuter. Låt svalna, rör om då och då. Överför kvantitativt till en 500 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Filtrera genom ett torrt filter ner i en torr behållare. Kasta den första mängden. Extraktet skall vara helt klart.

Bestämningen bör göras omedelbart på aliquoter av det klara filtratet. I annat fall bör kärlet täppas till.

Anmärkning: Extrakt där halten av bor skall bestämmas: Justera pH-värdet till mellan 4 och 6 med koncentrerad ammoniak (4.2).

8. **BESTÄMNING**

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de aliquoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Metoderna 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 och 10.10 kan inte användas för att bestämma ämnen som förekommer i kelaterad eller komplex form. I sådana fall måste metod 10.3 tillämpas före bestämningen.

Onsdag 10 april 2002

Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri (metoderna 10.8 och 10.11).

Metod 10.2

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGA MIKRONÄRINGSÄMNE

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att extrahera vattenlösliga former av mikronäringsämnen bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Man bör sträva efter att utföra så få extraktioner som möjligt och om möjligt använda samma extrakt för att bestämma halten av vart och ett av mikronäringsämnena.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Detta förfarande gäller EG-gödselmedel som förtecknas i bilaga I E till denna förordning och som innehåller ett eller flera av mikronäringsämnena bor, kobolt, koppar, järn, mangan, molybden och zink. Förfarandet är tillämpligt på de mikronäringsämnen som har en deklarerad halt av mer än 10 %.

3. PRINCIP

Mikronäringsämnena extraheras genom att gödselmedlet skakas i vatten vid $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Anmärkning: Extraktionen är empirisk och inte nödvändigtvis kvantitativ.

4. REAGENS

4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l:

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18\text{ g/ml}$) med 1 del vatten.

5. UTRUSTNING

5.1. Roterande skakapparat (35-40 varv i minuten).

Anmärkning: Om extraktet skall användas för att bestämma halten av bor skall borosilikatglas inte användas. Teflon eller kvartsglas är lämpligt att använda för denna extraktion. Skölj utrustningen väl om den har rengjorts med medel som innehåller borater.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1. Prov

Tag en mängd gödselmedel som väger 1 eller 2 g beroende på den deklarerade halten av ämnet i produkten. Följande tabell skall användas för att framställa en slutlig lösning som efter lämplig utspädning ligger inom mätområdet för varje metod. Provet skall vägas in med en noggrannhet på 1 mg.

Deklarerad halt av mikronäringsämne i gödselmedlet (%)	> 10 < 25	≥ 25
Provet massa (g)	2	1
Ämnets massa i provet.	> 200 < 500	≥ 250
Volymen av extrakt V (ml)	500	500
Koncentration av ämnet i extraktet (mg/l)	> 400 < 1 000	≥ 500

Överför provet till en kolv på 500 ml.

Onsdag 10 april 2002

7.2. Beredning av lösningen

Tillsätt ca 400 ml vatten.

Tillslut kolven väl med en propp. Skaka den kraftigt för hand för att dispergera provet. Placera därefter kolven i skakapparaten (5.1) och skaka den i 30 minuter.

Fyll till märket med vatten och blanda väl.

7.3. Beredning av provlösningen

Filtrera omedelbart till en ren och torr kolv. Tillslut kolven med en propp. Gör bestämningen direkt efter filtreringen.

Anmärkning:

Om filtratet gradvis blir grumligt, gör en ny extraktion enligt 7.1 och 7.2 och i en kolv med volym V_e . Filtrera till en mätkolv volym W som torkats och därefter försetts med 5 ml saltsyralösning (4.1). Avbryt filtreringen exakt när ytan är i höjd med märket. Blanda väl.

När detta förfarande följs är extraktets volym

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Detta värde på V skall användas vid bestämningen av halten av spårämnen.

8. BESTÄMNING

Bestämningen av varje mikronäringsämne skall göras på de alikvoter som anges i metoden för varje enskilt mikronäringsämne.

Metoderna 10.5, 10.6, 10.7, 10.9 och 10.10 kan inte användas för att bestämma ämnen som förekommer i kelaterad eller komplex form. I sådana fall måste metod 10.3 tillämpas före bestämningen.

Normalt är detta inte nödvändigt vid bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri (metoderna 10.8 och 10.11).

*Metod 10.3***BORTTAGANDE AV ORGANISKA FÖRENINGAR FRÅN EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL****1. RÄCKVIDD**

Denna metod beskriver förfarandet för att ta bort organiska föreningar från extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen ämnen skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

Anmärkning: Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. PRINCIP

De organiska föreningarna i en alikvot av extraktet oxideras med väteperoxid.

4. REAGENS**4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l:**

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 20 delar vatten.

4.2. Väteperoxidlösning (30 % H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ g/ml), från mikronäringsämnena

Onsdag 10 april 2002

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. FÖRFARANDE

Häll 25 ml av den lösning som har extraherats med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 i en 100 ml-glasbägare. Om metod 10.2 används, tillsätt 5 ml utspädd saltsyralösning (4.1). Tillsätt sedan 5 ml väteperoxidlösning (4.2). Täck med ett urglas. Låt oxidera i rumstemperatur i ca en timme, låt sedan gradvis koka upp och låt koka i en halvtimme. Tillsätt vid behov ytterligare 5 ml väteperoxid till lösningen när den har svalnat. Koka sedan lösningen för att ta bort överskott av väteperoxid. Låt svalna och överför kvantitativt till en 50 ml-mätkolv och fyll upp till märket. Filtrera vid behov.

Denna utspädning skall beaktas vid uttagningen av alikvoter och beräkningen av mikronäringsämnenas procentandel i produkten.

Metod 10.4

**BESTÄMNING AV MIKRONÄRINGSÄMENE I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
GENOM ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI
(allmänt förfarande)**

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av halten av järn och zink i extrakt av gödselmedel med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn eller zink skall deklarerats enligt bilaga I E i denna förordning.

Anpassning av förfarandet till respektive mikronäringsämne finns beskriven i den särskilda metoden för varje spårämne.

Anmärkning: Förekomsten av organiska ämnen i små mängder påverkar normalt inte bestämning med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

3. PRINCIP

Efter det att extraktet vid behov har behandlats för att minska eller ta bort störande kemiska ämnen, späds det ut så att koncentrationen ligger inom spektrometerns optimala mätområde på en väglängd som är lämplig för det mikronäringsämne som skall bestämmas.

4. REAGENS**4.1. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 6 mol/l**

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 1 del vatten.

4.2. Utspädd saltsyralösning (HCl), ca 0,5 mol/l

Blanda 1 volymdel saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 20 volymdelar vatten.

4.3. Lantansaltlösningar (10 g La per liter)

Denna reagens används för bestämning av järn och zink. Den kan beredas på följande två sätt:

- a) med lantanoxid upplöst i saltsyra (4.1). Sätt 11,73 g lantanoxid (La_2O_3) till 150 ml vatten i en 1-liters mätkolv och tillsätt 120 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt den lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten och blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l. eller

Onsdag 10 april 2002

- b) med lösningar av lantanklorid, lantansulfat eller lantannitrat. Lös upp 26,7 g lantanklorid-heptahydrat ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) eller 31,2 g lantannitrat-hexahydrat [$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] eller 26,2 g lantansulfat-nonahydrat [$\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] i 150 ml vatten. Tillsätt 85 ml 6 mol/l saltsyra (4.1). Låt saltet lösas upp och fyll till märket med 1 liter vatten. Blanda väl. Denna lösnings saltsyrakoncentration är ca 0,5 mol/l.

4.4. Kalibreringslösningar

För beredningen av dessa, se varje mikronäringsämnes respektive bestämningsmetod.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer med strålningskällor som ger karakteristisk strålning för de mikronäringsämnena som skall bestämmas.

Den som använder utrustningen skall ha god kännedom om den och följa tillverkarens instruktioner. Utrustningen skall tillåta att bakgrundskorrigerings görs så att sådan kan användas vid behov (t. ex. för Zn). De gaser som skall användas är luft och acetylen.

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

6.1. Beredning av extraktlösningar av de ämnen som skall bestämmas

Se metod 10.1 och/eller 10.2 och vid behov 10.3.

6.2. Beredning av provlösningen

Späd en aliquot av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1, 10.2 eller 10.3 med vatten och/eller saltsyra (4.1) eller (4.2) så att den slutliga mätlösningen innehåller en koncentration av de ämnen som skall bestämmas som är lämplig för det mätområde som används (7.2) och en saltsyrakoncentration på minst 0,5 mol/l och inte mer än 2,5 mol/l. Det kan behövas en eller flera ytterligare utspädningar.

Den slutliga lösningen framställs genom att en aliquot av det utspädda extraktet placeras i en 100-ml-mätkolv. Låt volymen av denna aliquot vara (a) ml. Tillsätt 10 ml av lantansaltlösningen (4.3). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Låt D vara utspädningsfaktorn.

7. FÖRFARANDE

7.1. Beredning av blindlösning

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från extraktionsmomentet, bortsett från att provet inte är medtaget.

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

Från de arbetskalibreringslösningar som har framställts med hjälp av varje mikronäringsämnes respektive metod bereds i 100 ml-mätkolvar en serie med minst fem kalibreringslösningar med ökande koncentration inom spektrometerns optimala mätområde. Justera vid behov saltsyra-koncentrationen så att den kommer så nära den utspädda provlösningens koncentration som möjligt (6.2). Vid bestämning av järn och zink, tillsätt 10 ml av samma lantansaltlösning (4.3) som användes i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

7.3. Bestämning

Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden enligt metoden för det aktuella mikronäringsämnet.

Spruta in kalibreringslösningarna (7.2), provlösningen (6.2) och blindlösningen (7.1) i tur och ordning tre gånger. Anteckna varje resultat och spola instrumentet med destillerat vatten mellan varje insprutning.

Onsdag 10 april 2002

Rita kalibreringskurvan med de genomsnittliga absorbanterna för var och en av kalibreringslösningarna (7.2) längs y-axeln och motsvarande spårämneskoncentrationer i µg/ml längs x-axeln.

Avläs ur kurvan koncentrationen av det aktuella mikronäringsämnet i provlösningen x_s (6.2) och i blindlösningen x_b (7.1). Koncentrationerna uttrycks i µg per ml.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mikronäringsämnet (E):

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$E (\%) = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

där:

E är mängden mikronäringsämne som skall bestämmas, uttryckt som procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens koncentration (6.2) uttryckt i µg/ml

x_b är blindlösningens koncentration (7.1) uttryckt i µg/ml

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D:

Om (a1), (a2), (a3).....(ai) och (a) är alikvoterna och (v1), (v2), (v3).....(vi) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn enligt följande:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2) \times (v3/a3) \times \dots \times (vi/ai) \times (100/a)$$

Metod 10.5

SPEKTROMETRISKT BESTÄMNING AV BORHALTEN I EXTRAKT MED HJÄLP AV ACIDIMETRISK TITRERING

1. RÄCKVIDD

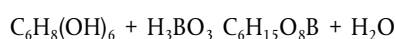
Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av bor i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen bor skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Boratjoner bildar tillsammans med mannitol ett mannitolborat-komplex genom följande reaktion:



Komplexet titreras med natriumhydroxidlösning till ett pH på 6,3.

Onsdag 10 april 2002**4. REAGENS****4.1. Metylröttindikator.**

Lös 0,1 g metylrött ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) i 50 ml etanol (95 %) i en 100 ml-mätkolv. Fyll med vatten till 100 ml. Blanda väl.

4.2. Utspädd saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.

Blanda 1 del saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 20 delar vatten.

4.3. Natriumhydroxidlösning, ca 0,5 mol/l.

Måste vara koldioxidfri. Lös 20 g natriumhydroxid (NaOH) i pastillform i en 1 liters mätkolv som innehåller ca 800 ml kokt vatten. När lösningen har svalnat, fyll till 1 000 ml-märket med kokt vatten och blanda väl.

4.4. Standardlösning av natriumhydroxid, ca 0,025 mol/l.

Måste vara koldioxidfri. Späd den 0,5 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.3) 20 gånger med kokt vatten och blanda väl. Lösningens värde uttryckt i bor (B) skall bestämmas (se punkt 9).

4.5. Borkalibreringslösning (100 µg/ml)

Lös 0,5719 g borsyra (H_3BO_3) mätt med en noggrannhet på 0,1 mg, i vatten i en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl. Överför till en plastkolv och förvara i kylskåp.

4.6. D-mannitol ($C_6H_{14}O_6$), pulver.**4.7. Natriumklorid (NaCl).****5. UTRUSTNING****5.1. pH-mätare med glaselektrod****5.2. Magnetomrörare****5.3. 400 ml-bägare med teflonstav****6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN****6.1. Beredning av borklösningen**

Se metod 10.1, 10.2 och vid behov 10.3.

7. FÖRFARANDE**7.1. Provning**

Placera i en 400 ml-bägare (5.3) en alikvot (a) av extraktet (6.1) innehållande 2 till 4 mg B. Tillsätt 150 ml vatten.

Tillsätt flera droppar av metylröttindikatorlösningen (4.1).

Vid extraktion enligt metod 10.2, tillsätt 0,5 mol/l saltsyra (4.2) tills dess att indikatorlösningen ändrar färg, och tillsätt sedan ytterligare 0,5 mol/l saltsyra (4.2).

Tillsätt 3 g natriumklorid (4.7) och koka upp för att avlägsna koldioxid. Låt svalna. Placera bägaren på magnetomröraren (5.2) och sänk ned de kalibrerade elektroderna för pH-mätning (5.1).

Onsdag 10 april 2002

Justera lösningens pH-värde till exakt 6,3, först med 0,5 mol/l natriumhydroxidlösning (4.3) och sedan med 0,025 mol/l lösning (4.4).

Tillsätt 20 g D-mannitol (4.6), lös fullständigt och blanda väl. Titrera med 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) till pH 6,3 (stabil i minst 1 minut). Låt x_1 vara den nödvändiga volymen.

8. BLINDLÖSNING

Bered en blindlösning enligt samma förfarande från och med lösningsberedningen, bortsett från att gödselmedlet inte är medtaget. Låt x_0 vara den nödvändiga volymen.

9. HALT AV BOR (B) I NATRIUMHYDROXIDLÖSNINGEN (4.4)

Överför med pipett 20 ml (2,0 mg B) av kalibreringslösningen (4.5) till en 400 ml-bägare och tillsätt flera droppar metylröttindikatorlösning (4.1). Tillsätt 3 g natriumklorid (4.7) och salt-syralösning (4.2) tills dess att indikatorlösningen ändrar färg (4.1).

Fyll med vatten till ca 150 ml och koka försiktigt upp för att avlägsna koldioxid. Låt svalna. Placera bägaren på magnetomröraren (5.2) och sänk ned de kalibrerade elektroderna för pH-mätning (5.1). Justera lösningens pH-värde till exakt 6,3, först med 0,5 mol/l natriumhydroxidlösning (4.3) och sedan med 0,025 mol/l lösning (4.4).

Tillsätt 20 g D-mannitol (4.6), lös fullständigt och blanda väl. Titrera med 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) till pH 6,3 (stabil i minst 1 minut). Låt V_1 vara den nödvändiga volymen.

Bered en blindlösning på samma sätt, men ersätt 20 ml vatten med kalibreringslösning. Låt V_0 vara den nödvändiga volymen.

Borhalten (F) i mg/ml standardlösning av natriumhydroxid (4.4) är följande:

$$F \text{ (i mg/ml)} = 2 / (V_1 - V_0)$$

1 ml natriumhydroxidlösning med en molaritet på exakt 0,025 mol/l motsvarar 0,27025 mg B.

10. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande procentuella halt av bor:

$$B \text{ (\%)} = \frac{(x_1 - x_0) \times F \times V}{10 \times a \times M}$$

där:

B är mängden bor uttryckt i procent av gödselmedlet

x_1 är volymen 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) uttryckt i ml som behövs för provlösningen

x_0 är volymen 0,025 mol/l natriumhydroxidlösning (4.4) uttryckt i ml som behövs för blindlösningen

F är halten bor (B) i 0,025 mol/l natriumhydroxidlösningen (4.4) uttryckt i mg/ml

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.2 eller 10.2

a är volymen av den alikvot (7.1) som tagits från extraktlösningen (6.1) uttryckt i ml

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Onsdag 10 april 2002

Metod 10.6

BESTÄMNING AV KOBOLTHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV GRAVIMETRISK METOD MED 1-NITROSO-2-NAFTOL

1. RÄCKVIDD

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av kobolt i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen kobolt skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Kobolt (III) ger med 1-nitroso-2-naftol en röd fällning $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Efter det att den kobolt som finns i extraktet har bringats i kobolt (III)-stadiet fälls kobolten ut i ett ättiksyrame-dium genom en lösning av 1-nitroso-2-naftol. Efter filtrering tvättas fällningen, torkas tills vik-ten är konstant och vägs sedan som $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

4. REAGENS

4.1. Väteperoxidlösning (H_2O_2 $d_{20} = 1,11$ g/ml) 30 %

4.2. Natriumhydroxidlösning, ca 2 mol/l.

Lös upp 8 g natriumhydroxid i pelletform i 100 ml vatten.

4.3. Utspädd saltsyralösning, ca 6 mol/l.

Blanda 1 volymdel saltsyra ($d_{20} = 1,18$ g/ml) med 1 volymdel vatten.

4.4. Ättiksyra (99,7 % CH_3CO_2) ($d_{20} = 1,05$ g/ml)

4.5. Ättiksyralösning (1: 2), ca 6 mol/l

Blanda 1 del ättiksyra (4.4) med 2 delar vatten.

4.6. Lösning av 1-nitroso-2-naftol i ättiksyra: Lös 4 g 1-nitroso-2-naftol i 100 ml ättiksyra (4.4). Tillsätt 100 ml ljummet vatten. Blanda väl. Filtrera genast. Den framställda lös-ningen måste användas omedelbart

5. UTRUSTNING

5.1. Filterdegel P 16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 eller 50 ml.

5.2. Torkugn vid 130 ± 2 °C

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN

6.1. Beredning av koboltlösningen

Se metod 10.1 eller 10.2.

6.2. Beredning av den lösning som skall analyseras

Placera en aliquot av extraktet innehållande högst 20 mg Co i en 400 ml-bägare. Om extraktet framställs i enlighet med metod 10.2, tillsätt 5 droppar saltsyra (4.3). Tillsätt ca 10 ml väte-peroxidlösning (4.1). Låt oxidationsmedlet verka i kallt tillstånd i 15 minuter, och fyll sedan med vatten till ca 100 ml. Täck bägaren med ett urglas. Koka upp lösningen och låt den koka i 10 minuter. Låt svalna. Gör lösningen basisk med natriumhydroxidlösning (4.2) som tillsätts droppvis tills svart kobolthydroxid börjar fällas ut.

Onsdag 10 april 2002

7. FÖRFARANDE

Tillsätt 10 ml ättiksyra (4.4) och fyll med vatten till ca 200 ml. Hetta upp till kokpunkten. Tillsätt dropvis med hjälp av byrett 20 ml av 1-nitroso-2-naftol-lösningen (4.6) under ständig omrörning. Avsluta med kraftig omrörning för att få fällningen att koagulera.

Filtrera genom en filterdegel (5.1) som vägst i förväg, utan att degeln täpps igen. För att undvika detta, se till att det är vätska kvar ovanför fällningen under hela filtreringen.

Skölj bägaren med utspädd ättiksyra (4.5) för att avlägsna all fällning, skölj fällningen på filtret med utspädd ättiksyra (4.5) och sedan tre gånger med hett vatten.

Torka i torkugn (5.2) vid $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ tills vikten är konstant.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 mg Co ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO}$)₃, $2\text{H}_2\text{O}$ fällning motsvarar 0,096381 mg Co.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av kobolt (Co):

$$\text{Co (\%)} = X \times 0,0096381 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

där:

X är massan av fällningen uttryckt i mg

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

a är volymen av den alikvot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml

D är utspädningsfaktorn för denna alikvot

M är massan av provet uttryckt i gram

*Metod 10.7***BESTÄMNING AV KOPPARHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV TITRERANALYS****1. RÄCKVIDD**

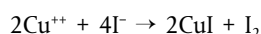
I detta dokument beskrivs förfarandet för att bestämma halten av koppar i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

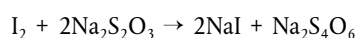
Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen koppar skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Kopparjoner reduceras i ett surt medium med kaliumjodid:



Det jod som därigenom frigörs titreras med en standardlösning av tiosulfat med stärkelse som indikator enligt följande:

**4. REAGENS**

4.1. **Salpetersyra (HNO_3 , $d_{20} = 1,40\text{ g/ml}$).**

4.2. **Urea [$(\text{NH}_2)_2\text{C} = \text{O}$]**

Onsdag 10 april 2002

4.3. **Ammoniumvätedifluorid (NH_4HF_2), lösning 10 %massa/volym**

Förvara lösningen i ett plastkärl.

4.4. **Ammoniumhydroxidlösning (1+1)**

Blanda 1 volymdel ammoniak (NH_4OH , d_{20} : 0,9 g/ml) med 1 volymdel vatten.

4.5. **Standardlösning av natriumtiosulfat**

Lös 7,812 g natriumtiosulfatpentahydrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) i vatten i en 1-liters mätkolv. Denna lösning måste beredas på så sätt att 1 ml = 2 mg Cu. För stabilisering, tillsätt flera droppar kloroform. Lösningen måste förvaras i en glasbehållare och skyddas från direkt ljus.

4.6. **Kaliumjodid (KI).**

4.7. **Kaliumtiocyanat (KSCN) lösning (25 %massa/volym)**

Förvara lösningen i en plastflaska.

4.8. **Stärkelselösning (ca 05 %)**

Placera 2,5 g stärkelse i en 600 ml-bägare. Tillsätt ca 500 ml vatten. Koka under omrörning. Kyl till rumstemperatur. Lösningen har kort hållbarhet. Hållbarheten kan förlängas genom tillsats av ca 10 mg kvicksilverjodid.

5. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**

Beredning av kopparlösningen.

Se metod 10.1 och 10.2.

6. **FÖRFARANDE**

6.1. **Beredning av titreringslösningen**

Placera en aliquot av lösningen innehållande minst 20 till 40 mg Cu i en 500 ml-Erlenmeyer-kolv.

Avlägsna överflödigt syre genom en kort kokning. Fyll med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml salpetersyra (4.1), koka upp och låt koka i ca en halv minut.

Tag bort Erlenmeyerkolven från värmeplattan, tillsätt ca 3 g urea (4.2) och fortsätt kokningen i ca en halv minut.

Tag bort från värmeplattan och tillsätt 200 ml kallt vatten. Vid behov, kyl innehållet i Erlenmeyerkolven till rumstemperatur.

Tillsätt ammoniumhydroxidlösning (4.4) litet i taget tills lösningen blir blå. Tillsätt ytterligare 1 ml.

Tillsätt 50 ml ammoniumvätedifluoridlösning (4.3) och blanda.

Tillsätt 10 g kaliumjodid (4.6) och lös.

6.2. **Titring av lösningen**

Placera Erlenmeyerkolven på en magnetomrörare. Sänk ned staven i Erlenmeyerkolven och ställ in omröraren på önskad hastighet.

Tillsätt med hjälp av en byrett standardlösning av natriumtiosulfat (4.4) tills den bruna färgen hos det jod som frigörs från lösningen minskar.

Tillsätt 10 ml stärkelselösning (4.8).

Onsdag 10 april 2002

Fortsätt titreringen med natriumtiosulfatlösning (4.5) tills den violetta färgen nästan har försvunnit.

Tillsätt 20 ml kaliumtiocyanatlösning (4.7) och fortsätt titreringen tills den blåvioletta färgen har försvunnit helt.

Notera mängden använd tiosulfatlösning.

7. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 ml standardlösning av natriumtiosulfat (4.5) motsvarar 2 mg Cu.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av koppar:

$$\text{Cu (\%)} = X \frac{V}{a \times M \times 5}$$

där:

X är volymen av den natriumtiosulfatlösning som använts uttryckt i ml

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

a är volymen av alikvoten i ml

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Metod 10.8

BESTÄMNING AV JÄRNHALTEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av järn i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen järn skall deklarerats enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extraktet bestäms järnhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS

4.1. Saltsyralösning, ca 6 mol/l.

Se metod 10.4 (4.1).

4.2. Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.

Se metod 10.4 (4.2).

4.3. Väteperoxidlösning (30 % H₂O₂, d₂₀ = 1,11 g/ml), från mikronäringsämnen

4.4. Lantansaltlösningar (10 g La per liter)

Se metod 10.4 (4.3).

Onsdag 10 april 2002

4.5. Järnkalibreringslösning**4.5.1. Järnstamlösning (1 000 µg/ml)**

Väg in 1 g ren järntråd med en noggrannhet på 0,1 mg i en 500 ml-glasbägare. Tillsätt 200 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) och 15 ml väteperoxidlösning (4.3). Värm på en värmeplatta tills järnet är helt upplöst. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1 000 ml-mätkolv. Fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.5.2. Järnarbetslösning (100 µg/ml)

Överför 20 ml stamlösning (4.5.1) till en 200 ml-mätkolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer: se metod 10.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för järns karakteristiska strålning (248,3 nm).

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. Järnextraktlösning**

Se metod 10.1 och/eller 10.2 och vid behov 10.3.

6.2. Beredning av provlösningen

Se metod 10.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning.

7. FÖRFARANDE**7.1. Beredning av blindlösning**

Se metod 10.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 10.4 (7.2).

För ett optimalt mätområde på 0-10 µg/ml järn, överför 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 ml arbetslösning (4.5.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyrakoncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda. Dessa lösningar innehåller 0, 2, 4, 6, 8 respektive 10 µg/ml järn.

7.3. Bestämning

Se metod 10.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 248,3 nm.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 10.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av järn:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$\text{Fe (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

där:

Fe är mängden järn uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens (6.2) koncentration uttryckt i µg/ml

Onsdag 10 april 2002

x_b är blindlösningens (7.1) koncentration uttryckt i $\mu\text{g/ml}$

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D: Om (a_1) , (a_2) , (a_3) (a_i) och (a) är alikvoterna och (v_1) , (v_2) , (v_3) (v_i) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$

Metod 10.9

BESTÄMNING AV HALTEN AV MANGAN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV TITRERING

1. RÄCKVIDD

Denna metod beskriver förfarandet för att bestämma halten av mangan i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen mangan skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Om extraktet innehåller kloridjoner avlägsnas dessa genom att extraktet kokas tillsammans med svavelsyra. Manganet oxideras med natriumvismutat i ett salpetersyramedium. Det permanganat som bildas reduceras med ett överskott av järnsulfat. Detta överskott titreras med en kaliumpermanganatlösning.

4. REAGENS

4.1. Koncentrerad svavelsyra (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$).

4.2. Svavelsyra, ca 9 mol/l.

Blanda försiktigt 1 del koncentrerad svavelsyra (4.1) med 1 del vatten.

4.3. Salpetersyra, 6 mol/l

Blanda 3 volymdelar salpetersyra (HNO_3 , $d_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$) med 4 volymdelar vatten.

4.4. Salpetersyra, 0,3 mol/l

Blanda 1 volymdel 6 mol/l salpetersyra med 19 volymdelar vatten.

4.5. Natriumvismutat (NaBiO_3) (85 %)

4.6. Kiselgur

4.7. Ortofosforsyra, 15 mol/l (H_3PO_4 , $\rho = 1,71 \text{ g/ml}$)

4.8. Järnsulfatlösning, 0,15 mol/l.

Lös upp 41,6 g järnsulfatheptahydrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i en mätkolv på 1 liter.

Tillsätt 25 ml koncentrerad svavelsyra (4.1) och 25 ml fosforsyra (4.7). Fyll till 1,000 ml-märket. Blanda.

Onsdag 10 april 2002

4.9. Kaliumpermanganatlösning, 0,020 mol/l

Väg in 3,160 g kaliumpermanganat (KMnO_4) med en noggrannhet på 0,1 mg. Lös upp i vatten och fyll till 1 000 ml-märket.

4.10. Ställd silvernitratlösning, 0,1 mol/l

Lös upp 1,7 g silvernitratt (AgNO_3) i vatten och fyll till 100 ml-märket.

5. UTRUSTNING**5.1. Filterdegel P 16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 50 ml, monterad på en filtrerkolv på 500 ml.****5.2. Magnetomrörare****6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN****6.1. Manganextraktlösning**

Se metod 10.1 och 10.2. Om man är osäker på förekomsten av kloridjoner utförs ett prov på lösningen med en droppe av silvernitratlösningen (4.10).

6.2. Om det inte förekommer några kloridjoner placeras en aliquot av extraktet innehållande 10-20 mg mangan i en avlång 400 ml-bägare. Justera volymen till ca 25 ml, antingen genom evaporation eller tillsats av vatten. Tillsätt 2 ml koncentrerad svavelsyra (4.1).**6.3. Om det förekommer kloridjoner är det nödvändigt att avlägsna dem på följande sätt:**

Placera en aliquot av extraktet innehållande 10-20 mg mangan i en avlång 400 ml-glasbägare. Tillsätt 5 ml 9 mol/l svavelsyra (4.2). I ett dragskåp kokas detta på en värmeplatta tills det att ymnig vit rök frigörs. Fortsätt koka tills volymen reducerats till ca 2 ml (ett tunt sirapsaktigt lager i botten av glasbägaren). Låt svalna till rumstemperatur.

Tillsätt försiktigt 25 ml vatten och prova återigen förekomsten av klorid med en droppe av silvernitratlösningen (4.10). Om det fortfarande finns klorider upprepas proceduren efter tillsats av 5 ml 9 mol/l svavelsyra (4.2).

7. FÖRFARANDE

Tillsätt 25 ml 6 mol/l salpetersyra (4.3) och 2,5 g natriumvismutat (4.5) till provlösningen i 400 ml-bägaren. Låt röra om ordentligt i tre minuter på magnetomröraren.(5.2).

Tillsätt 50 ml 0,3 mol/l salpetersyra (4.4) och rör igen. Sugfiltrera (5.1) genom filterdegel belagd med kiselgur (4.6). Tvätta filterdegeln upprepade gånger med 0,3 mol/l salpetersyra (4.4) tills ett färglöst filtrat erhålls.

Flytta över filtratet och tvättlösningen till en 500 ml-glasbägare. Blanda och tillsätt 25 ml 0,15mol/l järnsulfatlösning (4.8). Om filtratet blir gult efter tillsatsen av järnsulfat tillsätts 3 ml 15 mol/l ortofosforsyra (4.7).

Titra med hjälp av en byrett överskottet av järnsulfat med 0,02 mol/l kaliumpermanganatlösning (4.9) tills blandningen håller en stadigt rosa färg under en minut. Gör ett blindprov under samma betingelser, bortsett från att provet utelämnas.

Anmärkning: Den oxiderade lösningen får inte komma i kontakt med gummi.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

1 ml 0,02 mol/l kaliumpermanganatlösning motsvarar 1,099 mg mangan (Mn).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av mangan:

$$\text{Mn (\%)} \text{ där } = (x_b - x_s) \times 0,1099 \times \frac{V}{a \times M}$$

Onsdag 10 april 2002

där:

x_b är volymen av den permanganat som använts vid blindprovet uttryckt i ml

x_s är volymen av den permanganat som använts vid provet uttryckt i ml

V är volymen av den extraktlösning som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

a är volymen av den alikvot som tagits från extraktet uttryckt i ml

M är mol/l är provets massa i gram.

Metod 10.10

BESTÄMNING AV MOLYBDEN I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL MED HJÄLP AV GRAVIMETRISK METOD MED 8-HYDROXYKINOLIN

1. RÄCKVIDD

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av molybden i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen molybden skall deklarerats enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Molybdenhalten bestäms av utfällning som molybdenyloximat under vissa förutsättningar.

4. REAGENS

4.1. Svavelsyralösning, ca 1 mol/l.

Häll försiktigt 55 ml svavelsyra (H_2SO_4 , $d_{20} = 1,84$ g/ml) i en mätkolv på 1 liter som innehåller 800 ml vatten. Blanda. Fyll till 1 000 ml-märket när vätskan svalnat. Blanda.

4.2. Utspädd ammoniaklösning (1:3)

Blanda 1 volymdel koncentrerad ammoniumhydroxid (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$ g/ml) med 3 volymdelar vatten.

4.3. Utspädd ättiksyralösning (1:3)

Blanda 1 volymdel koncentrerad ättiksyralösning (99,7 % CH_3COOH , $d_{20} = 1,049$ g/ml) med 3 delar vatten.

4.4. Lösning av dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra (EDTA)

Lös upp 5 g Na_2 EDTA i vatten i en 100 ml-mätkolv. Fyll till märket och blanda.

4.5. Buffertlösning

Lös upp 15 ml koncentrerad ättiksyra och 30 g ammoniumacetat i vatten i en mätkolv på 100 ml. Fyll till 100 ml-märket.

4.6. 7-hydroxykinolin(oxin)lösning

Lös upp 3 g 8-hydroxykinolin i 5 ml koncentrerad ättiksyra i en mätkolv på 100 ml. Tillsätt 80 ml vatten. Tillsätt ammoniumlösningen (4.2) droppe för droppe tills lösningen blir grumlig och då ättiksyra (4.3) tillsätts tills lösningen blir klar igen.

Fyll med vatten till 100 ml.

Onsdag 10 april 2002

5. **UTRUSTNING**5.1. **Filterdegel P16/ISO 4793, porositet 4, kapacitet 30 ml.**5.2. **pH-mätare med glaselektrod**5.3. **Torkugn vid 130-135 °C**6. **BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. **Beredning av molybdenlösningen. Se metod 10.1 och 10.2**7. **FÖRFARANDE**7.1. **Beredning av provlösningen**

Placera en aliquot på 25-100 mg Mo i en 250 ml-bägare. Fyll med vatten till 50 ml.

Justera lösningens pH-värde till 5 genom att tillsätta svavelsyralösning (4.1) droppe för droppe. Tillsätt 15 ml EDTA-lösning (4.4) och sedan 5 ml buffertlösning (4.5). Fyll med vatten till ca 80 ml.

7.2. **Framställning och tvättning av fällningen**

Framställning av fällningen

Värm lösningen svagt. Tillsätt oxinlösningen (4.6) under oavbruten omrörning. Fortsätt med utfällningen tills all uppkomst av fällning upphört. Tillsätt ytterligare reagens tills supernatanten blir lätt gulfärgad. 20 ml är normalt sett tillräckligt. Fortsätt att värma fällningen svagt under två till tre minuter.

Filtrering och tvättning

Filtrera genom filterdegel (5.1). Skölj flera gånger med varmt vatten i 20 ml-mängder. Sköljvatten skall gradvis bli ofärgat vilket visar att oxinet försvunnit.

7.3. **Vägning av fällningen**

Torka fällningen vid 130-135 °C tills vikten är konstant (minst en timme).

Låt den svalna i en torkugn och väg den.

8. **REDOVISNING AV RESULTATEN**

1 mg molybdenyloximat, $\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$, motsvarar 0,2305 mg Mo.

Gödselmedlet har följande procentuella halt av molybden:

$$\text{Mo (\%)} = X \times 0,02305 \times \frac{V \times D}{a \times M}$$

där:

X är massan av molybdenyloximatfällningen uttryckt i mg

V är volymen av extraktlösning i enlighet med metod 10.1 och 10.2 uttryckt i ml

a är volymen av den aliquot som tagits från den sista utspädningen uttryckt i ml

D är utspädningsfaktorn för denna aliquot

M är massan av provet uttryckt i gram

Onsdag 10 april 2002

*Metod 10.11*BESTÄMNING AV HALTEN AV ZINK I EXTRAKT AV GÖDSELMEDEL
MED HJÄLP AV ATOMABSORPTIONSSPEKTROMETRI**1. RÄCKVIDD**

Denna metod anger förfarandet för att bestämma halten av zink i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDET

Förfarandet används för att analysera prover av gödselmedel som har extraherats med hjälp av metod 10.1 och 10.2 och för vilka den totala halten eller den vattenlösliga delen zink skall deklarerar enligt bilaga I E i denna förordning.

3. PRINCIP

Efter lämplig beredning och utspädning av extrakten bestäms zinkhalten med hjälp av atomabsorptionsspektrometri.

4. REAGENS**4.1. Saltsyralösning, ca 6 mol/l.**

Se metod 10.4 (4.1).

4.2. Saltsyralösning, ca 0,5 mol/l.

Se metod 10.4 (4.2).

4.3. Lantansaltlösningar (10 g La per liter)

Se metod 10.4 (4.3).

4.4. Zinkkalibreringslösning**4.4.1. Zinkstamlösning (1 000 µg/ml)**

Lös 1 g zinkpulver eller zinkflisor, som har vägts med en noggrannhet på 0,1 mg, i 25 ml 6 mol/l saltsyra (4.1) i en 1 000 ml-glasbägare. När zinket är helt upplöst, fyll till märket med vatten och blanda väl.

4.4.2. Zinkarbetslösning (100 µg/ml)

Lös upp 20 ml stamlösning (4.4.1) i en 200 ml-mätkolv med 0,5 mol/l saltsyralösning (4.2). Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning till märket och blanda omsorgsfullt.

5. UTRUSTNING

Atomabsorptionsspektrometer.

Se metod 10.4 (5). Instrumentet skall vara utrustat med strålningskälla för zinks karakteristiska strålning (213,8 nm). Bakgrundskorrigerings måste kunna göras.

6. BEREDNING AV PROVLÖSNINGEN**6.1. Zinkextraktlösning**

Se metod 10.1 och/eller 10.2.

6.2. Beredning av provlösningen

Se metod 10.4 (6.2). Provlösningen måste innehålla 10 % (volym) lantansaltlösning (4.3).

Onsdag 10 april 2002

7. FÖRFARANDE**7.1. Beredning av blindlösning**

Se metod 10.4 (7.1). Blindlösningen måste innehålla 10 % (volym) av den lantansaltlösning som anges i 6.2.

7.2. Beredning av kalibreringslösningar

Se metod 10.4 (7.2). För ett optimalt mätområde på 0–5 µg/ml zink, överför 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 ml arbetslösning (4.4.2) till en serie 100 ml-mätkolvar. Justera vid behov saltsyra-koncentrationen så att den kommer så nära provlösningens koncentration som möjligt. Tillsätt 10 ml av den lantansaltlösning som anges i 6.2 till varje kolv. Fyll på 0,5 mol/l saltsyrelösning (4.2) till märket och blanda omsorgsfullt.

Dessa lösningar innehåller 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 respektive 5 µg/ml zink.

7.3. Bestämning

Se metod 10.4 (7.3). Gör klar spektrometern (5) för bestämningen och ställ in våglängden på 213,8 nm.

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

Se metod 10.4 (8).

Gödselmedlet har följande procentuella halt av zink:

$$\text{Zn (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Om metod 10.3 har använts:

$$\text{Zn (\%)} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

där

Zn är mängden zink uttryckt i procent av gödselmedlet

x_s är provlösningens koncentration uttryckt i µg/ml

x_b är blindlösningens koncentration uttryckt i µg/ml

V är volymen av det extrakt som har framställts med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i ml

D är faktorn som motsvarar den utspädning som har gjorts i 6.2

M är massan av det prov som har tagits med hjälp av metod 10.1 eller 10.2 uttryckt i gram

Beräkning av utspädningsfaktorn D

Om (a_1) , (a_2) , (a_3) , ..., (a_i) och (a) är alikvoterna och (v_1) , (v_2) , (v_3) , ..., (v_i) och (100) är de volymer i ml som motsvarar deras respektive utspädningar beräknas utspädningsfaktorn D enligt följande:

$$D = (v_1/a_1) \times (v_2/a_2) \times (v_3/a_3) \times \dots \times (v_i/a_i) \times (100/a)$$