

Bilaga 7

**DEL A. PROVTAGNINGSMETODER FÖR KONTROLL AV
GÖDSELMEDEL**

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.

3. DEFINITIONER

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

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

Samlingsprov: En samling stickprov som tagits från samma provmängd.

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

Slutligt prov: En representativ del av ett reducerat prov.

4. UTRUSTNING

4.1 Provtagningsutrustningen skall vara tillverkad av material som inte kan påverka egenskaperna hos de produkter som skall provas.

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 får användas för tagning av stickprov och för beredning av reducerade och slutliga prov.

4.3 **Rekommenderad utrustning för provtagning på flytande gödselmedel.**

4.3.1 *Manuell provtagning*

Öppet rör, sond, flaska eller annan lämplig utrustning för tagning av slumpmässiga prov från den uttagna andelen.

4.3.2 *Mekanisk provtagning*

Godkänd mekanisk apparat kan användas för provtagning på flytande gödselmedel under transport.

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	<i>Fasta gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare på över 100 kg</i>	<i>Minsta antal stickprov</i>
5.2.1.1	Provmängder som inte överstiger 2,5 ton:	sju.
5.2.1.2	Provmängder större än 2,5 ton men mindre än 80 ton:	$\sqrt{20 \text{ gånger det antal ton som provmängden utgör}^1}$
5.2.1.3	Provmängder större än 80 ton:	40.
5.2.2	<i>Förpackade fasta gödselmedel eller flytande gödselmedel i behållare (= förpackningar på mindre än 100 kg)</i>	<i>Minsta antal förpackningar i provet.</i>
5.2.2.1	Förpackning på mer än 1 kg	
5.2.2.1.1	Provmängder på mindre än fem förpackningar:	alla förpackningar.
5.2.2.1.2	Provmängder mellan fem och sexton förpackningar:	fyra.
5.2.2.1.3	Provmängder mellan 17 och 400 förpackningar:	$\sqrt{\text{det antal förpackningar som provmängden utgör}^1}$
5.2.2.1.4	Provmängder större än 400 förpackningar:	20.
5.2.2.2	Förpackningar på högst 1 kg	fyra.

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

5.3 **Samlingsprov**

Ett enstaka samlingsprov för varje provmängd erfordras. Totalvikten på de stickprov som ingår i samlingsprovet skall inte vara mindre än följande:

- | | | |
|---------|--|--|
| 5.3.1 | <i>Fasta gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare större än 100 kg</i> | 4 kg. |
| 5.3.2 | <i>Förpackade fasta gödselmedel eller flytande gödselmedel i behållare (= förpackningar) på högst 100 kg</i> | |
| 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 | <i>Prov på gödselmedel innehållande ammoniumnitrat för provning enligt 16 §</i> | 75 kg. |

5.4 **Slutliga prov**

5.4.1 *Fasta och flytande gödselmedel*

Samlingsprovet ger de slutliga proven genom reducering när detta behövs. Minst ett slutligt prov måste analyseras. Vikten på det prov som analyseras får inte vara lägre än 500 g.

5.4.2 *Prov på ammoniumnitratgödselmedel för provning enligt 5 och 16 §§*

De slutliga proven erhålls genom reduktion från samlingsprovet om så behövs.

- | | | |
|---------|--|--------|
| 5.4.2.1 | Det slutliga provets minimivikt för provning enligt bilaga 2 | 1 kg. |
| 5.4.2.2 | Det slutliga provets minimivikt för provning enligt bilaga 8 | 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 skall den uttagna delen om möjligt blandas före provtagningen.

6.2 **Stickprov**

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

6.2.1 *Fasta gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare större än 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. När det inte går att uppfylla kraven enligt 5.1 vid provtagning av gödselmedel i lös vikt eller flytande gödselmedel i behållare större än 100 kg skall provtagningen utföras när den uttagna andelen transporteras (vid lastning eller avlastning). I detta fall skall proven tas från slumpvis utvalda, teoretiska delar enligt definitionen här ovan, medan dessa förflyttas.

6.2.2 *Förpackade fasta gödselmedel eller flytande gödselmedel i behållare (förpackningar) på högst 100 kg*

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

6.3 **Beredning av samlingsprov**

Stickproven skall blandas, så att ett enda samlingsprov erhålls.

6.4 **Beredning av de slutliga proven**

Materialet i samlingsprovet skall blandas omsorgsfullt¹. Vid provning enligt 5 och 16 §§ skall de slutliga proven hållas vid en temperatur mellan 0 och 25° C.

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.

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 in till ett behörigt analyslaboratorium eller provtagningsinstitut tillsammans med den information som behövs för analysen eller provningen.

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

DEL B. METODER FÖR ANALYS AV GÖDSELMEDEL 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.

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 normer.

Reagens

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

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.

Kontrollprovningar

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

Metod 1

PROVBEREDNING FÖR ANALYS

1. RÄCKVIDD

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).

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

250 ml-kolvar med proppar.

Mortel med mortelstöt av porslin eller en kvarn.

4. VAL AV BEHANDLING SOM SKALL ANVÄNDAS

Inledande kommentar

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

4.1 Slutliga prov som inte får malas

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

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

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

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

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

5. METOD

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

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

6. SPECIALFALL

a) **Gödselmedel som innehåller en blandning av flera kristallkategorier**

I detta fall förekommer ofta separering. Det är därför absolut nödvändigt att krossa och 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 att 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.

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. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

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 = 1,18) plus en del vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller för variant a. kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N

- 4.4 Svavelsyra: 0,2 N
- 4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N för variant b (se anmärkning 2).
- 4.6 Svavelsyra: 0,5 N
- 4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N för variant c (se anmärkning 2).

4.8 Lösning av natriumhydroxid, cirka 30 % NaOH (d = 1,33), ammoniakfri

4.9 Indikatorer

4.9.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml natriumhydroxidlösning 0,1 N och fyll på vatten till 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 Indikatorlösning med metylrött

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

4.10 Koksten: pimpstensgranulat 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 mätkolv på 500 ml.
- 5.4 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut).

6. **PROVBEREDNING**

Se metod 1.

7. **ANALYSMETOD**

7.1 **Beredning av lösningen**

Utför ett löslighetstest på provet i vatten vid rumstemperatur och i förhållandet 2% (vikt/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

Tillsätt i kolven så mycket vatten som behövs för att lösa provet, skaka och fyll kolven med vatten till märket när provet är helt löst, och blanda omsorgsfullt.

b) Produkter som inte är helt lösliga i vatten

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

7.2 Analys av lösningen

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

Överför med en precisionspipett enligt uppgifterna i tabellen en alikvot¹ av den klara lösningen till utrustningens destillations-kolv. Tillsätt vatten för att få en total volym på ungefär 350 ml och några pimpstenskor för att motverka stötkokning.

Montera ihop destillationsapparaten och tillsätt försiktigt, så att ingen ammoniak går förlorad, 10 ml koncentrerad natriumhydroxidlösning (4,8) till innehållet i destillationskolven eller 20 ml av lösningen, om 20 ml saltsyra har använts för att lösa upp provet (4.1). Värm kolven gradvis, för att undvika kraftig kokning. Destillera när kokningen börjar med en hastighet av ungefär 100 ml på 10 till 15 minuter. Hela volymen destillat bör vara omkring 250 ml². När man inte längre kan räkna med att mer ammoniak utvecklas, sänks förlaget så att röret från kylaren kommer ovanför vätskeytan.

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

Anmärkning 2

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

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

-0,05 g för variant a

-0,10 g för variant b

-0,20 g för variant c

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

7.3 Blindtest

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

7.4 Kontrolltest

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 ammoniak-kväve och ammoniak- och nitratkväve i gödselmedel.

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

Variant a

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 50 mg

Svavelsyra 0,1 N som skall tillsättas förlaget: 50 ml

Återtitrering med NaOH eller KOH 0,1 N.

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

Variant b

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 100 mg

Svavelsyra 0,2 N som skall tillsättas förlaget: 50 ml

Återtitrering med NaOH eller KOH 0,2 N.

¹För 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 alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalenten.

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

Variant c

Ungefärlig maximimängd kväve som skall destilleras: 200 mg

Svavelsyra 0,5 N som skall tillsättas förlaget: 35 ml

Återtitrering med NaOH eller KOH 0,5 N.

Deklaration (% N)	Mängd som skall vägas in (g)	Utspädning (ml)	Lösning av prov som skall destilleras (ml)	Redovisning av resultat ¹ (% N = (50 - A) x F)
0- 5	10	500	200	(35 - A) x 0,175
5-10	10	500	100	(35 - A) x 0,350
10-15	7	500	100	(35 - A) x 0,500
15-20	5	500	100	(35 - A) x 0,700
20-40	5	500	50	(35 - A) x 1,400

¹För 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 alikvot av provlösningen som skall destilleras samt den volymetriska ekvivalenten.

Figur 1

Figur 2

Figur 3

Figur 4

Förklaringar till fig. 1, 2, 3 och 4

Figur 1

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1000 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) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och utloppet anslutet till ett förlängningsrör av glas via en kort gummislang (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan kulslipningen bytas ut mot en lämplig gummipropp).
- e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 2

- a) Rundkolv med kort hals, kapacitet 1000 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) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och ansluten vid utloppet till ett förlängningsrör av glas med hjälp av en liten gummislang.
- d) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 3

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 750 eller 1000 ml, med utkragad mynning.
- b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet.
- c) Krökt rör med kulslipning (nr 18) vid inloppet och droppkon (anslutningen till destillationsröret kan göras med hjälp av en gummislang i stället för en kulslipning).
- d) Allihnkylare (sex kulor) som vid utloppet ansluts till ett förlängningsrör av glas med hjälp av en liten gummislang.
- e) 500 ml-kolv för uppsamling av destillatet.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Figur 4

- a) Rundkolv med lång hals, kapacitet 1000 ml med utkragad mynning.
- b) Destillationsrör med droppfångare och kulslipning (nr 18) vid utloppet, vid sidan ansluten till en tratt med teflonkran för tillsats av natriumhydroxid (en lämplig gummipropp kan användas i stället för kulslipningen, och kranen kan ersättas av en gummislang med lämplig klämma).
- c) Allihnkylare (sex kulor) med kulslipning (nr 18) vid inloppet och vid utloppet via en gummianslutning ansluten till ett förlängningsrör av glas (när anslutningen till destillationsröret görs med en gummislang kan en lämplig gummipropp användas i stället för kulslipningen).
- 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 ammoniak-kväve med reduktion enligt Ulsch.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

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

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

4.1 Späd saltsyra: en del HCl (d = 1,18) samt en del vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N.

- 4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N.
- 4.4 Svavelsyralösning, ca 30 %-ig H₂SO₄ (vikt/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 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33) ammoniakfri.
- 4.7 Indikatorlösningar.
- 4.7.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml lösning av 0,1 N natriumhydroxid och fyll vatten till en liter.

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

Blanda en del A med två delar B.

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

- 4.7.2 Lösning av metylröttindikator

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

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

- 4.8 Koksten: pimpstensorn, tvättade i saltsyra och kalcinerade.
- 4.9 Natriumnitrat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. PROVBEREDNING

Se metod 1 "Provberedning".

7. ANALYSMETOD

7.1 Beredning av lösningen

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

7.2 Förfarande

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

Överför med precisionspipett en lämplig alikvot av den klara lösningen enligt uppgifterna för metod 2.1 (variant a) i tabell 1 till apparatens destillationskolv. Tillsätt 350 ml vatten, 20 ml 30 %-ig 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 ammoniakerna 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 Kontrolltest

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

Metod 2.2.2

BESTÄMNING AV KVÄVE SOM NITRAT OCH AMMONIAK ENLIGT ARND

1. RÄCKVIDD

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

2. 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. Titrering av svavelsyraöverskottet med en ställd lösning av natriumhydroxid eller kaliumhydroxid.

4. REAGENS

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

4.1 Späd saltsyra: en mängd HCl ($d = 1,18$) plus en mängd vatten.

4.2 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N för variant a.

4.4 Svavelsyra: 0,2 N för variant b

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.6 Svavelsyra: 0,5 N för variant c

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.8 Lösning av natriumhydroxid: ca 2 N.

4.9 Arnds legering för analys, pulveriserad så att den passerar genom en sikt med maskstorlek mindre än 1 mm^2 .

4.10 20 %-ig lösning av magnesiumklorid.

Lös 200 g magnesiumklorid ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) i ca 600-700 ml vatten i en flatbottnad 1 liter-kolv. Tillsätt 15 g magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 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.

4.11 Indikatorlösningar

4.11.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml lösning av 0,1 N natriumhydroxid och fyll till en liter med vatten.

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 basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.11.2 Metylröttindikator

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

4.11.3 Indikatorlösning av kongorött

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

4.12 Koksten: pimpstenskorn, tvättade i saltsyra och kalcinerade.

4.13 Natriumnitrat, pro analysi.

5. UTRUSTNING

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak".

6. PROVBBEREDNING

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 svavelsyra enligt uppgifterna för metod 2.1 (variant a) i tabell 1. Tillsätt en lämplig mängd av den indikatorlösning som valts (enl. 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.

Överför en lämplig alikvot av den klara lösningen enligt tabell 1 till destillationskärlet med en precisionspipett.

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 ammoniakerna destilleras av. Fortsätt destillationen i ungefär en timme. Efter denna tid bör restmaterialet i kolven ha en sirapsliknande konsistens. När destillationen är avslutad titrerar man syraöverskottet i förlaget enligt den procedur som beskrivs för metod 2.1.

Anmärkning 1

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

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

7.3 Blindtest

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

7.4 Kontrolltest

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 SÅSOM 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. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

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. 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 Svavelsyra: 0,1 N

4.3 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N för variant a.

4.4 Svavelsyra: 0,2 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.6 Svavelsyra: 0,5 N

4.7 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N 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 $0,25 \times 0,25 \text{ mm}^2$ och 50 till 75 % passerar genom en sikt med en maskstorlek mindre än $0,075 \times 0,075 \text{ mm}^2$

Förförpackade flaskor med högst 100 g rekommenderas.

4.9 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33) ammoniakfri.

4.10 Indikatorlösningar

4.10.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

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 syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk 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 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 mätkolv på 500 ml.
- 5.4 En roterande skakapparat (35-40 varv per minut).

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen för analys.**

Se metod 2.1 "Bestämning av kväve som ammoniak"

7.2 **Analys av lösningen**

Den mängd kväve som ammoniak som är närvarande i den uttagna alikvoten av lösningen får inte överskrida maximi-kvantiteten 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 tillsätt till sist vatten så att volymen blir minst 50 ml. Kylarens förlängningsrör måste nå ner under lösningens yta. Fyll på destillerat vatten i bubbelfällan.

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

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

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

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

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

Anmärkning 2

När det förekommer kalciumsalter såsom kalciumnitrat och kalciumammoniumnitrat, måste man förhindra bildning av $\text{Ca}(\text{OH})_2$ genom att före destillationen tillsätta 0,700 g natriumfosfat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 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 **Kontrolltest**

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Se metod 2.2.1.

Figur 5

Förklaring till figur 5

- a) Långhalsad 750 ml-rundkolv (1000 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 kulor) och ett förlängningsrör monterat på en gummipropp som håller bubbelfällan.
- e) 750 ml-kolv som förlag.
- f) Bubbelfälla för att förhindra ammoniakförlust.

Utrustningen är tillverkad av borosilikatglas.

Metod 2.3

BESTÄMNING AV KVÄVE TOTALT

Metod 2.3.1

BESTÄMNING AV DEN TOTALA FÖREKOMSTEN AV KVÄVE I NITRATFRI KALCIUMCYANAMID

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Uteslutande för kalciumcyanamid (nitratfri).

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

- 4.1 Utspädd svavelsyra (d = 1,54): en del svavelsyra (d = 1,84) och en del vatten.
- 4.2 Kaliumsulfat, 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 Lösning av natriumhydroxid, ca 30 %-ig NaOH (d = 1,33), ammoniakfri
- 4.5 Svavelsyra: 0,1 N
- 4.6 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N för variant a.
- 4.7 Svavelsyra: 0,2 N
- 4.8 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N för variant b (se anmärkning 2, metod 2.1).
- 4.9 Svavelsyra: 0,5 N
- 4.10 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N för variant c (se anmärkning 2, metod 2.1).

4.11 Indikatorlösningar.

4.11.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxid-lösning och fyll till en liter med vatten.

Lösning B: Lös 1 g metylenblått i vatten och fyll på så att det blir en liter.

Blanda en del A med två delar B.

Denna indikator är violett i syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk 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: pimpstenskor som tvättas i saltsyra och kalcineras.

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. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen**

Väg 1 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och placera det i Kjeldahlkolven. Tillsätt 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 ammoniakerna enligt beskrivningen för metod 2.1 med tillsats av så mycket NaOH-lösning (4.4) att det blir ett ordentligt överskott.

7.3 **Blindtest**

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

7.4 **Kontrolltest**

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

Variant a: % N = (50 - A) x 0,7

Variant b: % N = (50 - A) x 0,7

Variant c: % N = (35 - A) x 0,875

Metod 2.3.2

**BESTÄMNING AV TOTAL FÖREKOMST AV KVÄVE I KALCIUM
CYANAMID SOM INNEHÅLLER NITRATER**

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden är tillämplig på kalciumcyanamid som innehåller nitrater.

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.

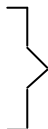
4.1 Svavelsyra (d = 1,84).

4.2 Pulveriserat järn, reducerat i väte.

4.3 Kaliumsulfat, finpulveriserat, pro analysi.

4.4 Svavelsyra: 0,1 N

4.5 Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N



för variant a
(se metod 2.1).

- | | | | |
|-----|--|---|--|
| 4.6 | Svavelsyra: 0,2 N | } | för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1). |
| 4.7 | Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N | | |
| 4.8 | Svavelsyra: 0,5 N | } | för variant c
(se anmärkning 2, metod 2.1). |
| 4.9 | Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N | | |

4.10 Indikatorlösningar

4.10.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

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

Blanda en del A med två delar B.

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

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 tenn(II)klorid

Lös 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 400 ml koncentrerad saltsyra ($d = 1,18$) och fyll till en liter med vatten. Lösningen måste vara fullständigt klar och skall beredas omedelbart före användningen. Kom ihåg att kontrollera tenn (II) kloridens reduceringsförmåga.

Anmärkning

Lös 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 2 ml koncentrerad saltsyra ($d = 1,18$) och fyll till 50 ml med vatten. 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 N jodlösning i närvaro av en stärkelseslösning som indikator.

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 en lösning som beretts på detta sätt måste vara i tvåvärd form. För titreringen bör man använda minst 35 ml jodlösning 0,1 N.

4.12 En lösning av natriumhydroxid innehållande ungefär 30 % NaOH ($d = 1,33$), 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. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Beredning av lösningen**

Väg 1 g av provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till Kjeldahlkolven. Tillsätt 0,5 g pulvrerat 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 ammoniakerna 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**

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

7.4 **Kontrolltest**

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) x 0,7

Variant b: % N = (50 - A) x 0,7

Variant c: % N = (35 - A) x 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.

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 = 1,84).

- | | | | |
|-----|--|---|---|
| 4.2 | Lösning av natriumhydroxid, ca 30 % NaOH (d = 1,33), ammoniakfri | | |
| 4.3 | Svavelsyra: 0,1 N | } | för variant a
(se metod 2.1). |
| 4.4 | Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,1 N | | |
| 4.5 | Svavelsyra: 0,2 N | } | för variant b
(se anmärkning 2, metod 2.1) |
| 4.6 | Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,2 N | | |
| 4.7 | Svavelsyra: 0,5 N | } | för variant c
(se anmärkning 2, metod 2.1) |
| 4.8 | Lösning av natrium- eller kaliumhydroxid, karbonatfri: 0,5 N | | |

4.9 Indikatorlösningar.

4.9.1 Blandindikator

Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.

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 syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).

4.9.2 Lösning av metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol och 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 Mätkolv på 500 ml.
- 5.3 Pipetter på 25, 50 och 100 ml.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Beredning av lösningen

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

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

7.2 Analys av lösningen

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

7.3 Blindtest

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

7.4 Kontrolltest

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 procenthalt kväve (N) i det gödselmedel som har mottagits för analys.

Variant a: % N = (50 - A) x 1,12

Variant b: % N = (50 - A) x 1,12

Variant c: % N = (35 - A) x 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. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Kalciumcyanamid och blandningar av kalciumcyanamid och nitrat.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

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

- 4.1 Ättiksyra
- 4.2 Ammoniaklösning innehållande 10 % (viktprocent) ammoniakgas ($d = 0,96$).
- 4.3 Ammoniakalisk silverlösning (Tollens reagens).
- Blanda 500 ml 10 %-ig silvernitratlösning (AgNO_3) och vatten med 500 ml 10 %-ig ammoniak (4.2).
- Utsätt inte lösningen för ljus, värme eller luft i onödan. Lösningen håller sig vanligtvis i flera år. Så länge lösningen fortfarande är klar är reagenset av god kvalitet.
- 4.4 Koncentrerad svavelsyra ($d = 1,84$).
- 4.5 Kaliumsulfat, pro analysi.
- 4.6 Kopparoxid (CuO), 0,3-0,4 g för varje bestämning, eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, från 0,95 till 1,25 g för varje bestämning.
- 4.7 Natriumhydroxidlösning, ca 30 %-ig NaOH ($d = 1,33$) ammoniakfri.
- 4.8 Svavelsyra: 0,1 N.
- 4.9 Lösning av natriumhydroxid eller kaliumhydroxid: 0,1 N.
- 4.10 Indikatorlösningar.
- 4.10.1 Blandindikator
- Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll till en liter med vatten.
- 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 syrahaltig lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).
- 4.10.2 Lösning av metylröttindikator

Lös 0,1 g metylrött i 50 ml av 95 % etanol. Fyll 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 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 à 40 varv per minut).

6. PROVBEDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Säkerhetsåtgärder**

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

7.2 **Beredning av lösningen för analys**

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

ungefär 400 ml. Tillsätt 15 ml ättiksyra (4.1) och låt skaka i den roterande skakapparaten (5.5) i två timmar.

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

7.4 **Blindtest**

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

7.5 Kontrolltest

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

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

Metod 2.5

SPEKTROFOTOMETRISK BESTÄMNING AV BIURET I UREA

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller enbart för urea.

3. PRINCIP

I alkalisk lösning bildar biuret och tvåvärd koppar en violett kopparförening i närvaro av kaliumnatriumtartrat. Lösningens optiska täthet 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 N.

4.3 Natriumhydroxidlösning, ca 0,1 N.

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 0,25 g ren biuret¹ i vatten i en mätkolv på 250 ml. Fyll på så att det blir 250 ml. 1 ml av denna vätska 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.

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

5. UTRUSTNING

- 5.1 Spektrofotometer 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.
- 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. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Uppritning av standardkurva**

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 N (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 $30 \pm 2^\circ\text{C}$.

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

² Se punkt 9 "Tillägg".

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

7.2 Beredning av den lösning som skall analyseras

Väg in 10 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g, lös i ca 150 ml vatten i en 250 ml-mätkolv och fyll till märket. Filtrera vid behov.

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 Analys

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 $30 \pm 2^\circ\text{C}$.

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

8. REDOVISNING AV RESULTATET

Avläs halten biuret från standardkurvan, där "C" är vikten i mg och "D" är den uttagna alikvotens volym:

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

9. TILLÄGG

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:

- transmissionsfaktorn: $T = \frac{J}{J_0}$

- graden av ogenomskinlighet, "opacitet": $O = \frac{J_0}{J}$

- optisk täthet: $E = \log O$

- optisk täthet per längdenhet i ljusspassagen $k = \frac{E}{s}$

- koefficient för specifik optisk täthet $K = \frac{E}{c \times s}$

då:

s = skiktets tjocklek i cm

c = koncentration i milligram per liter

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