
SJVFS 2000:86

**Statens jordbruksverks föreskrifter (SJVFS 1994:120)
om EG-handelsgödsel**

Bilaga 7

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 I
GÖDSELMEDEL SOM INNEHÅLLER KVÄVE SOM NITRAT,
AMMONIAK, UREA OCH CYANAMID***

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Varje gödselmedel enligt bilaga 1 som innehåller kväve i olika former.

3. PRINCIP

3.1 Totalt lösligt och olösligt kväve

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 ammoniakerna 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 1.

3.2 Former av lösligt kväve

Nedanstående bestäms ur olika alikvoter som tas från samma provlösning:

3.2.1 Totalt 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 ammoniakerna 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 lösning med järnsulfat, varvid ammoniakerna 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 ammoniakerna 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

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 Kaliumsulfat, 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).
- 4.8 Ställd svavelsyralösning: 0,2 N
- 4.9 Koncentrerad lösning av natriumhydroxid. Vattenhalt ca 30 % (vikt/volym) NaOH, ammoniakfri.
- 4.10 Ställd lösning natrium- eller kaliumhydroxid: 0,2 N, karbonatfri.
- 4.11 Tenn(II)kloridlösning

Lös 120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 400 ml koncentrerad saltsyra ($d = 1,18$) 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 ($d = 1,18$) 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 en 0,1 N jodlösning i närvaro av en stärkelselösning som indikator.

1 ml 0,1 N jodlösning motsvarar 0,001128 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 filtreringen måste man därför använda minst 35 ml av 0,1 N-jodlösningen.

- 4.12 Svavelsyra ($d = 1,84$).
- 4.13 Utspädd saltsyra 1:1 (volym).
- 4.14 Ättiksyra: 96 till 100 %.

- 4.15 Lösning av svavelsyra, innehållande ungefär 30 % H_2SO_4 (vikt/volym).
- 4.16 Järnsulfat i kristallin form: $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.
- 4.17 Ställd svavelsyralösning: 0,1 N.
- 4.18 Oktylalkohol.
- 4.19 Mättad kaliumkarbonatlösning.
- 4.20 Ställd lösning av natrium- eller kaliumhydroxid: 0,1 N (karbonatfri).
- 4.21 Mättad bariumhydroxidlösning.
- 4.22 Natriumkarbonatlösning: 10 % (vikt/volym).
- 4.23 Saltsyra: 2 N.
- 4.24 Ställd saltsyrelösning: 0,1 N.
- 4.25 Ureaslösning

Tillsätt 0,5 g aktiv ureas till 100 ml destillerat vatten. Justera pH-värdet till 5,4 med 0,1 N saltsyra (4,24), varvid värdet mäts med en pH-mätare.

- 4.26 Xanthydrol

Lösning på 5 % i etanol eller metanol (4.31) (använd inte produkter som ger en hög andel olösligt material). Lösningen kan förvaras i tre månader, väl ljusskyddad i en väl tillsluten flaska.
- 4.27 Kopparoxid (CuO): 0,3-0,4 g per bestämning eller motsvarande mängd kopparsulfatpentahydrat, 0,95-1,25 g per bestämning.
- 4.28 Koksten: pimpstenskorn som tvättats i saltsyra och kalcinerats.

- 4.29 Indikatorlösningar.
- 4.29.1 Blandindikatorlösning
- Lösning A: Lös 1 g metylrött i 37 ml 0,1 N natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
- 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) av denna indikatorlösning.
- 4.29.2 Metylröttindikatorlösning
- Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på vatten så att det blir 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 andra papper som kan registrera pH mellan 6 och 8).
- 4.31 Etanol eller metanol: lösning 95 %.
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 i minuten).

- 5.5 En pH-mätare.

- 5.6 Justerbar ugn.

- 5.7 Utrustning av glas:

— 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

— mortlar.

6. **PROVBEREDNING**

Se metod 1.

7. ANALYSTEKNIK
7.1 **Lösligt och olösligt kväve totalt**

7.1.1 *Utan nitrater*

7.1.1.1 Uppslutning

Väg in en mängd av provet som innehåller högst 100 mg kväve (noggrannhet 0,001 g). Placera den i destillationskolven (5.1). Tillsätt 10 till 15 g kaliumsulfat (4.1), katalysatorn (4.27) och några 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

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

Vidta de försiktighetsåtgärder som behövs för att förhindra förlust av ammoniak och tillsätt försiktigt så mycket koncentrerad natriumhydroxidlösning (4.9) som behövs för att lösningen i destillationskolven skall bli starkt alkalisk (120 ml är vanligen tillräckligt), och gör en kontroll genom att tillsätta några droppar fenolftalein. Vid slutet av destillationen skall lösningen i kolven fortfarande vara klart alkalisk. Justera uppvärmningen av kolven, så att 150 ml destilleras på en halvtimme. Kontrollera med indikatorpapper (4.30) att destillationen är fullständig. Om så inte är fallet, destillera ytterligare 50 ml och upprepa provet tills det extra destillatet reagerar neutralt på indikatorpapperet (4.30). Sänk sedan förlaget, destillera ytterligare några ml och skölj av spetsen på kylaren. Titra överskottet syra med en ställd

0,2 N kalium- eller natriumhydroxidlösning (4.10) tills indikatorn ändrar färg.

7.1.1.3 Blindtest

Gör ett blindtest under samma betingelser och ta hänsyn till det vid beräkningen av slutresultatet.

7.1.1.4 Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning för blindtestet, som utförs genom att 500 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) tillsätts förslaget med en pipett (5.1),

A = ml av en ställd natrium- eller kaliumhydroxidlösning 0,2 N, 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 på vatten upp till märket. Blanda. Filtrera genom ett torrt filter till ett torrt kärl.

7.1.2.4 Analys av lösningen

Överför med pipett till destillationsapparatens kolv (5.1) en 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

7.1.2.6 Redovisning av resultatet

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

där:

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

A = antal ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för analysen,

M = provets vikt i gram, närvarande i den aliquot 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 *Lösligt kväve totalt*

7.2.2.1 Utan nitrat

I en 300 ml-Kjeldahlkolv överförs med pipett en aliquot 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 pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.2 Vid förekomst av nitrat

Överför med precisionspipett en aliquot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 40 mg kväve som nitrat till en 500 ml-Erlenmeyerkolv. I denna fas av analysen är totalmängden kväve inte väsentlig. Tillsätt 10 ml 10 %-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 ouplöst järn blir kvar och fyll på vatten till märket. Blanda omsorgsfullt och överför med precisionspipett en aliquot innehållande högst 100 mg kväve till en 300 ml-Kjeldahlkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad svavelsyra (4.12), 0,4 g kopparoxid eller 1,25 g kopparsulfat (4.27) och några pimpstenskorn (4.28). Värm först upp långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den sedan kvantitativt till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.28). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2.

7.2.2.3 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.2.4 Redovisning av resultatet

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

där:

a = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet som utförs genom att 50 ml ställd 0,2 N svavelsyralösning (4.8) tillsätts i förlaget (5.1),

A = ml av en ställd 0,2 N 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 Kjeldahlkollen 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 = ml av en ställd 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning, som används för blindtestet, som utförs genom att 50 ml ställd svavelsyralösning 0,2 N (4.8) överförs till förlaget med en pipett (5.1),

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

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

7.2.4 *Kväve som nitrat*

7.2.4.1 Utan kalciumcyanamid

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

7.2.4.2 Vid förekomst av kalciumcyanamid

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

7.2.5 *Kväve som ammoniak*

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

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

7.2.5.2 Redovisning av resultatet

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

där:

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

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

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

7.2.5.3 Vid förekomst av kväve som urea och/eller cyanamid

Överför med precisionspipett till apparatens torra kolv (5.2) en alikvot av filtratet (7.2.1.1 eller 7.2.1.2) som innehåller högst 20 mg kväve som ammoniak. Montera sedan upp utrustningen. Överför med pipett 50 ml ställd 0,1 N svavelsyralösning (4.12) till en 300 ml-Erlenmeyerkolv och så mycket destillerat vatten att vätskans yta kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets öppning. Häll destillerat vatten genom sidohalsen på reaktionskolven, så att totalmängden blir ca 50 ml. Blanda. Tillsätt några droppar oktylalkohol (4.18) för att undvika skumning under luftningen. Gör sedan lösningen alkalisk med 50 ml mättad kaliumkarbonatlösning (4.19) och börja omedelbart driva ut den ammoniak som då frigörs från den kalla suspensionen. För detta erfordras en kraftig luftström (ca 3 liter per minut), som på förhand skall renas genom passering genom tvättflaskor som innehåller utspädd svavelsyra och utspädd natriumhydroxid. I stället för att använda tryckluft kan man också arbeta i vacuum (vattensug), under förutsättning att inloppsröret är tillräckligt lufttätt anslutet till det kärl där ammoniaken samlas upp. Elimineringen av ammoniak är vanligtvis avslutad efter tre timmar. Det är dock lämpligt att säkerställa detta genom att byta ut mottagarkolven. När detta är klart skiljer man kolven från utrustningen och sköljer spetsen på röret och kolvens sidor med lite destillerat vatten. Titrera överskottet syra med en ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.20) tills indikatorn gråfärgas (4.29.1).

7.2.5.4 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.5.5 Redovisning av resultatet

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

där:

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

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

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs 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 N saltsyra (4.23) tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare (5.5). Öka sedan pH-värdet till 5,4 med 0,1 N natriumhydroxid (4.20).

För att undvika ammoniakförluster vid nedbrytningen med ureas tillsluter man Erlenmeyerkolven med en propp försedd med separertratt och en liten bubbfälla, som innehåller exakt 2 ml ställd 0,1 N 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 N 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 bubbfällan till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titra överskottet syra med ställd 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.20) tills pH-mätaren ger pH-värdet 5,4.

7.2.6.2 Blindtest

Se 7.1.1.3

7.2.6.3 Redovisning av resultatet

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

där:

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

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

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

Kommentarer

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 xanthydroly

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 4 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 xanthydroly (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, med lätt tryck, och tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.31) utan att försöka ta bort all ättiksyra. Placera lösningen i ugnen och håll en temperatur på 130°C i en timme (inte över 145°C). Låt den svalna i en torkugn och väg den.

7.2.6.5 Redovisning av resultatet

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

där:

m_1 = den erhållna fällningens vikt i gram

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

8. VERIFIERING AV RESULTATEN

- 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 enligt bilaga 1.
- 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 6

Sex hål, diameter 1 mm

Utrustning för bestämning av kväve som ammoniak

(7.2.5.3)

Figur 7

Utrustning för bestämning av kväve som urea

(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.

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod kan användas för alla gödselmedel som nämns i bilaga 1 och som innehåller kväve endast som nitrat, ammoniak eller urea.

3. PRINCIP

Följande bestämningar skall göras på olika delar av samma provlösning:

3.1 Allt lösligt kväve.

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

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

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

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

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

3.5 Kväve som urea, antingen

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

3.5.2 genom gravimetrisk analys med xanthydrol. Samtidigt utfällt biuret kan med en obetydlig felmarginal få ingå i kväve som urea, eftersom detta i sammansatta gödselmedel vanligen har låg halt i absoluta tal,

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 Kaliumsulfat, 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 0,2 N svavelsyralösning.

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

4.8 Lösning av natrium- eller 0,2 N kaliumhydroxid: karbonatfri.

- 4.9 Svavelsyradensitet ($d_{20} = 1,84$).
- 4.10 Utspädd saltsyra: 1:1 i volym.
- 4.11 Ättiksyra: 96 till 100 %.
- 4.12 Svavelsyralösning innehållande ca 30 % H_2SO_4 (vikt/volym) ammoniakfri.
- 4.13 Järnsulfat, kristallin $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.
- 4.14 Titrerad 0,1 N svavelsyralösning.
- 4.15 Oktylalkohol.
- 4.16 Mättad kaliumkarbonatlösning.
- 4.17 Lösning av 0,1 N natrium- eller kaliumhydroxid.
- 4.18 Mättad bariumhydroxidlösning.
- 4.19 Kaliumkarbonatlösning: 10 % (vikt/volym).
- 4.20 2 N saltsyra.
- 4.21 0,1 N saltsyrelösning.
- 4.22 Ureaslösning.
- Gör en suspension av 0,5 g aktiv ureas i 100 ml destillerat vatten med 0,1 N saltsyra (4.21). Justera pH-värdet till 5,4 med hjälp av en pH-mätare.
- 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.
- 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 N natriumhydroxidlösning och fyll på vatten så att det blir en liter.
- 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 sur lösning, grå i neutral lösning och grön i basisk lösning. Använd 0,5 ml (10 droppar).
- 4.26.2 Metylröttindikator
- Lös 0,1 g metylrött i 50 ml 95 %-ig etanol. Fyll på vatten så att det blir 100 ml och filtrera om så behövs. Denna indikator kan användas (4-5 droppar) i stället för den ovan beskrivna.
- 4.27 Indikatorpapper
- Lackmuspapper, bromtymolblått (eller annat papper som reagerar på pH 6 till 8).
- 4.28 Etanol eller metanol: 95 %-ig (vikt/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 ureametoden (7.6.1)

Se metod 2.6.1 och fig. 7.

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

5.5 En pH-mätare.

5.6 Glasutrustning:

- precisionspipetter på 2, 5, 10, 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. **PROVBEREDNING**

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 på vatten till märket, homogenisera, filtrera genom ett torrt filter till en torr behållare.

7.2 **Kväve totalt**

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 kopparsulfat (4.24) och några glaspärlor för att dämpa kokningen. Värm först långsamt för att få igång uppslutningen och därefter med högre temperatur, tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor kan skönjas. Låt lösningen svalna och överför den till destillationskolven, späd med vatten till ca 500 ml och tillsätt några pimpstenskorn (4.25). Anslut kolven till destillationsapparaten (5.1) och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.2.2 *Vid förekomst av nitrater*

Överför med pipett en 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 våldsamt. 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 på vatten till märket. Blanda omsorgsfullt. Överför med pipett en aliquot 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 reaktionen och därefter med högre temperatur tills vätskan blir färglös eller lätt grönfärgad och vita ångor tydligt kan ses. 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 under samma betingelser och använd resultatet vid beräkningen av slutresultatet.

7.2.4 *Redovisning av resultatet*

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

där:

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

A = ml av en titrerad 0,2 N 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 pimpstensorn (4.2). Anslut kolven till destillationsapparaten och fortsätt bestämningen enligt beskrivningen i 7.1.1.2, metod 2.6.1.

7.3.2 *Blindtest*

Se 7.2.3

7.3.3 *Redovisning av resultatet*

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

där:

a = ml av en titrerad 0,2 N natrium- eller kaliumhydroxidlösning (4.8), som används för blindtestet, vilket utförs genom att 50 ml titrerad 0,2 N svavelsyralösning (4.6) överförs med pipett till förlaget i apparaten (4.8),

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

M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som använts vid bedömningen.

7.4 **Kväve som nitrat**

Erhålls genom beräkning av skillnaden mellan

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.3)$$

eller

$$7.2.4 - (7.5.3 + 7.6.5)$$

eller

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

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 N svavelsyralösning (4.14) till 300 ml-Erlenmeyerkolven och så mycket destillerat vatten att vätskans nivå kommer ca 5 cm ovanför inloppsrörets mynning. Håll i destillerat vatten genom reaktionskolvens sidoöppning så att volymen blir ca 50 ml. Skaka. För att undvika skumbildning när gasflödet släpps in tillsätts några droppar oktylalkohol (4.15). 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 N natriumhydroxidlösning (4.17).

7.5.2 *Blindtest*

Se 7.2.3.

7.5.3 *Redovisning av resultatet*

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

där:

- a = ml av en titrerad natrium- eller kaliumhydroxidlösning 0,1 N (4.17), som används för blindtestet, utfört genom att 50 ml titrerad 0,1 N svavelsyra (4.14) med pipett överförs till apparatens Erlenmeyerkolv på 300 ml (5.2),
- A = ml av en titrerad natrium- eller 0,1 N kaliumhydroxidlösning, som används för analysen (4.17),
- M = provets vikt i gram, närvarande i den alikvot som togs för analysen.

7.6 **Kväve som urea**

7.6.1 *Ureasmetoden*

Överför med pipett en alikvot av filtratet (7.1) innehållande högst 250 mg kväve som urea, till en 500 ml-mätkolv. Fäll ut fosfaterna genom att tillsätta en lämplig mängd mättad bariumhydroxidlösning (4.18) tills ytterligare tillsats inte leder till att mera fällning bildas. Eliminera sedan överflödiga bariumjoner (och eventuellt upplösta kalciumjoner) med en 10 %-ig natriumkarbonatlösning (4.19). Låt lösningen sedimentera och kontrollera att utfällningen är fullständig. Fyll på vatten till märket, blanda och filtrera genom ett veckat filter. Överför 50 ml av filtratet med pipett till utrustningens 300 ml-Erlenmeyerkolv (5.3). Gör filtratet surt med 3 N svavelsyra (4.20), tills pH-värdet 3 kan mätas med pH-mätare. Öka sedan pH-värdet till 5,4 med natriumhydroxid 0,1 N (4.17). För att undvika ammoniakförluster vid hydrolysen med ureas stänger man Erlenmeyerkolven med en propp som sitter i en dropptratt och en liten skyddsbehållare som innehåller exakt 2 ml ställd saltsyrelösning 0,1 N (4.21). För in 20 ml av ureaslösningen (4.22) genom dropptratten. Låt stå i en timme vid 20 till 25°C. Överför sedan 25 ml ställd 0,1 N saltsyrelösning (4.2) med pipett till dropptratten, låt saltsyrelösningen rinna ner i lösningen och skölj sedan med lite vatten. Överför också kvantitativt innehållet i skyddskärlet till den lösning som finns i Erlenmeyerkolven. Titraera överskottet syra med 0,1 N natriumhydroxidlösning (4.17), tills pH-värdet 5,4 kan avläsas på pH-mätaren.

Kommentarer

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

7.6.2 *Blindtest*

Se 7.2.3.

7.6.3 *Redovisning av resultatet*

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

där:

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

A = ml av en 0,1 N 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 ättiksyra (4.11) och tillsätt 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, med ett lätt undertryck, och tvätta tre gånger med 5 ml etanol (4.28) utan att försöka eliminera all ättiksyra. Överför till ugnen och håll en

temperatur på 130°C i en timme (inte över 145°C). Låt degeln svalna i en torkugn och väg den.

7.6.5 Redovisning av resultatet

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

där:

m = fällningens vikt i gram,

M = provets vikt i gram i den aliquot 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.

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

EXTRAKTIONER

Metod 3.1.1

EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I MINERALSYROR

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Gäller enbart fosfathaltiga gödselmedel enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Svavelsyra ($d_{20} = 1,84$).

4.2 Salpetersyra ($d_{20} = 1,40$).

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

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

5.2 En 500 ml-mätkolv.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

Väg in 2,5 g av det beredda provet med en noggrannhet på 0,001 g och överför till en torr Kjeldahlkolv.

7.2 **Extraktion**

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

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 %; $d_{20} = 1,22$) till en volym på 5 liter destillerat vatten.

5. UTRUSTNING

Vanlig laboratorieutrustning.

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

5.2 En roterande skakapparat (35-40 varv per minut).

6. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

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

7.2 **Extraktion**

Rotera kontinuerligt kolven för hand medan myrsyra tillsätts vid $20 \pm 1^\circ \text{C}$ (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 $20 \pm 2^\circ \text{C}$ på en roterande skakapparat (4.2).

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

7.3 **Bestämning**

Bestäm fosforhalten enligt metod 3.2 i en 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 löslig i 2-procentig citronsyra (20 g per liter).

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Gäller endast slagg (se bilaga 1 del 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 N natriumhydroxid-lösning 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. PROVBBEREDNING

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 **Prov**

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 $20 \pm 1^\circ$ C. Skaka kolven kraftigt för hand när de första millilitrarna reagenslösning tillsätts, så att det inte bildas klumpar och för att förhindra att ämnet fastnar längs kolvens sidor. Tillslut kolven med en gummipropp och låt skaka i den roterande skakapparaten (5.1) i exakt 30 minuter vid en temperatur på $20 \pm 2^\circ$ C.

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

7.3 **Bestämning**

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

Metod 3.1.4

*EXTRAKTION AV FOSFOR SOM ÄR LÖSLIG I NEUTRALT
AMMONIUMCITRAT*

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Alla gödselmedel som enligt bestämmelserna skall vara lösliga i neutralt ammoniumcitrat (se bilaga 1).

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Neutral lösning av ammoniumcitrat (pH 7)

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 % NH₃ 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 2000 ml-bägare.
- 5.2 En pH-mätare.
- 5.3 En 200 ml- eller 250 ml-Erlenmeyerkolv.
- 5.4 Mätkolvar på 500 ml och en på 2000 ml.
- 5.5 Vattenbad som kan ställas in på 65° C med termostat, försett med lämplig mekanisk omrörare (se fig. 8).

6. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Provtagning**

Överför 1 eller 3 g av det gödselmedel som skall analyseras till en 200 ml- 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 vattenbadet¹. Reglera omrörningen 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 omsorgsfullt. 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.

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

Figur 8

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 Egenskaper

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

Ammoniak: 42 g kväve som ammoniak per liter.

pH mellan 9,4 och 9,7.

Beredning av diammoniumcitrat

Lös 931 g diammoniumcitrat (molekylvikt 226,19) i ungefär 3500 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. $d_4^{20} = 0,906$, motsvarande en nivå på 20,81 viktprocent 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.

Beredning från citronsyra och ammoniak

Lös 865 g citronsyremonohydrat i ungefär 2500 ml vatten i ett femliters kär. Placera kärlet i ett isbad och tillsätt små mängder ammoniaklösning under ständigt skakande, med hjälp av en tratt, vars skaft är nedsänkt i citronsyrelösningen. För t.ex. $d_4^{20} = 0,906$, motsvarande en nivå på 20,81 viktprocent

kväve som ammoniak, måste man använda 1114 ml ammoniaklösning. Justera temperaturen till 20° C, håll över i en 5-liters mätkolv, fyll på destillerat vatten så att kolven blir fylld och blanda.

Kontroller 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 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 H₂SO₄.

Om halten kväve som ammoniak är större än 45 g per liter, kan man driva ut NH₃ med ett ädelgasflöde eller genom uppvärmning som återställer pH till 9.7. Utför en ny bestämning.

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

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

$$\text{eller en mängd } V = \frac{M}{0,906} \text{ vid } 20^\circ \text{ C}$$

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 4975 ml som redan har beretts.

5. UTRUSTNING

- 5.1 Vattenbad som kan hållas vid en temperatur på $65 \pm 1^\circ \text{C}$.
- 5.2 En 500 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).

6. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Provtagning**

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

7.2 **Extraktion**

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

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

7.3 **Bestämning**

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

Metod 3.1.5.2

Extraktion av löslig fosfor enligt Petermann vid rumstemperatur

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Enbart söndervittrade fosfater.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS
Se metod 3.1.5.1.
5. UTRUSTNING
 - 5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en 250 ml-mätkolv (t.ex. Stohmann).
 - 5.2 Roterande skakapparat (35-40 varv per minut).
6. PROVBBEREDNING
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 fosfor som är löslig i Joulies alkaliska ammoniumcitrat

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

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

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Joulies alkaliska lösning av ammoniumcitrat.

Denna lösning innehåller 400 g citronsyra och 153 g NH₃ per liter. Dess halt av fri ammoniak är ungefär 55 g per liter. Den kan beredas med någon av nedanstående metoder.

4.1.1 Lös 400 g citronsyra (C₆H₈O₇ · H₂O) i ca 600 ml ammoniak (d₂₀ = 0,925, d.v.s. 200 g NH₃ per liter) i en enlitters °

A n m ä r k n i n g

Verifiering av total ammoniakhalt

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

1 ml H₂SO₄ 0,5 N = 0,08516 g NH₃.

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 (d₂₀ = 0,925) 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 1000 ml-mätkolv.

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

6. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

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

7.2 **Extraktion**

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

Häll upp vätskan i en 500 ml-mätkolv och sila samtidigt ifrån de partiklar, som eventuellt inte krossats i pastan. Tillsätt 20 ml citratlösning (4.1) till återstoden, bearbeta den till en pasta enligt ovan och häll upp vätskan i mätkolven. Upprepa detta fyra gånger, så att allt material kan 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 $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

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

7.3 **Bestämning**

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

8. TILLÄGG

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. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

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. PROVBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

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

7.2 **Extraktion**

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

Skaka i en roterande skakapparat (5.2) i 30 minuter.

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

7.3 **Bestämning**

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