

Metod 3.2

BESTÄMNING AV EXTRAHERAD FOSFOR

(Gravimetrisk metod med användning av kinolinmolybdofosfat)

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden kan användas på alla extrakt av gödselmedel¹ för bestämning av olika former av fosfor.

3. PRINCIP

Efter eventuell hydrolysis faller fosfor ut i sur lösning som kinolinmolybdofosfat.

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

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Koncentrerad salpetersyra ($d_{20} = 1,40$).

4.2 Beredning av reagens.

¹Fosfor löslig i mineralsyror, vattenlöslig fosfor, fosfor löslig i ammonium-citratlösningar, fosfor löslig i 2-procentig citronsyra och fosfor löslig i 2-procentig myrsyra.

4.2.1 Beredning av reagens baserad på natriummolybdat.

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

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

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

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

4.2.2 Beredning av reagens baserad på ammoniummolybdat.

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

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

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

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

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

5. UTRUSTNING
- 5.1 Vanlig laboratorieutrustning och en bredhalsad 500 ml-Erlenmeyerkolv.
- 5.2 Pipetter på 10, 25 och 50 ml.
- 5.3 En filterdegel med porstorlek 5 till 20 μ .
- 5.4 En Büchnerkolv.
- 5.5 Torkugn, inställd på $250 \pm 10^\circ$ C.
- 5.6 Sintrad glastratt med porstorlek 5 till 20 μ .

6. FÖRFARANDE

- 6.1 **Behandling av lösningen**

Tag med en pipett en aliquot av gödselmedelsextraktet (se tabell 2) som innehåller ungefär 0,01 g P_2O_5 och placera den i en 500 ml-Erlenmeyerkolv. Tillsätt 15 ml koncentrerad salpetersyra¹ (4.1) och späd med vatten upp till ungefär 100 ml.

¹21 ml när den lösning som skall fällas ut innehåller mer än 15 ml citratlösning (neutralt citrat enligt Petermann, alkaliskt citrat enligt Joulie).

Tabell 2

Bestämning av alkivoter av fosfatlösningarna

| % P ₂ O ₅ i gödselmedlet | % P i gödselmedlet | Analysprov (g) | Spädning (till ml) | Prov (ml) | Spädning (till ml) | Prov som skall fällas ut (ml) | Kinolinmolybdo-fosfat omvandlingsfaktor (F), i % P ₂ O ₅ | Kinolinmolybdo-fosfat omvandlingsfaktor (F ¹) i % P |
|--|--------------------|----------------|--------------------|-----------|--------------------|-------------------------------|--|---|
| 5—10 | 2,2—4,4 | 1 | 500 | — | — | 50 | 32,074 | 13,984 |
| | | 5 | 500 | — | — | 10 | 32,074 | 13,984 |
| 10—25 | 4,4—11,0 | 1 | 500 | — | — | 25 | 64,148 | 27,968 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 50 | 64,148 | 27,968 |
| + 25 | + 11 | 1 | 500 | — | — | 10 | 160,370 | 69,921 |
| | | 5 | 500 | 50 | 500 | 25 | 128,296 | 55,937 |

6.2 **Hydrolys**

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

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

6.3 **Vägning av degeln**

Torka filtreringsdegeln (5.3) i minst 15 minuter i torkugnen, som skall vara inställd på $250 \pm 10^{\circ}$ C. Väg den när den har svalnat i en exsickator.

6.4 **Fällning**

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

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

6.5 **Filtrering och tvättning**

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

6.6 **Torkning och vägning**

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

6.7 **Blindtest**

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

6.8 **Verifiering**

Utför bestämningen på en alikvot av kaliumdivätefosfatlösningen innehållande 0,01 g P₂O₅.

7. REDOVISNING AV RESULTATET

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

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

eller

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

där:

A = vikten kinolinmolybdofosfat i gram,

a = vikten kinolinmolybdofosfat i blindtestet,
i gram,

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

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

$$\% \text{ PO i gödselmedlet} = \frac{(A - a) \times f^1 \times D \times 100}{M}$$

eller

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

där:

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

D = spädningsfaktor

M = analysprovets vikt i gram.

Metod 4

KALIUM

Metod 4.1

BESTÄMNING AV HALTEN VATTENLÖSLIGT KALIUM

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Alla kaliumhaltiga gödselmedel som anges i bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten.

4.1 Formaldehyd.

Klar formaldehydlösning på 25 till 35 %.

4.2 Kaliumklorid, pro analysi.

4.3 10 N natriumhydroxidlösning.

Kontrollera omsorgsfullt att natriumhydroxiden inte innehåller kalium.

- 4.4 Indikatorlösning
- Lös 0,5 g fenolftalein i 90 %-ig etanol och fyll på vatten till 100 ml.
- 4.5 EDTA-lösning
- Lös 4 g av dihydratet av etylendiamintetraättiksyrens dinatriumsalt i vatten i en 100 ml-mätkolv. Fyll på vatten till märket och blanda.
- Förvara detta reagens i plastflaska.
- 4.6 STPB-lösning
- Lös 32,5 g natriumtetrafenylborat i 480 ml vatten och tillsätt 2 ml av natriumhydroxidlösningen (4.3) samt 20 ml magnesiumkloridlösning (100 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ per liter).
- Rör om i 15 minuter och filtrera genom ett fint, askfritt filter.
- Förvara detta reagens i plastflaska.
- 4.7 Tvättvätska
- Blanda 20 ml av STPB-lösningen (4.6) med 1000 ml vatten.
- 4.8 Bromvatten
- Mättad lösning av brom i vatten.
5. UTRUSTNING
- 5.1 1000 ml-mätkolvar.
- 5.2 En 250 ml-bägare.
- 5.3 Filterdeglar med porstorlek 5 till 20 μ .
- 5.4 Ugn inställd på $120 \pm 10^\circ \text{C}$.
- 5.5 Exsickator.

6. PROVBEREDNING

Se metod 1.

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

7. FÖRFARANDE

7.1 **Prov**

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

Koka upp och låt koka i 30 minuter. Låt svalna och överför kvantitativt till en 1000 ml-mätkolv, fyll på vatten till märket, blanda och filtrera till ett torrt kärl. Kasta de första 50 ml av filtratet (se 7.6, anmärkning om förfarandet).

7.2 **Beredning av alikvot för fällning**

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

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

Koka varsamt i 15 minuter för att eliminera den största delen av ammoniak (se 7.6.b, anmärkning om förfarandet).

Tillsätt vid behov vatten så att volymen blir 60 ml.

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

7.3 **Vägning av degeln**

Torka filterdegeln (se 5 "Utrustning") tills konstant vikt uppnås (ca 15 minuter) i ugnen vid 120° C (5.4).

Låt degeln svalna i en exsickator och väg den.

7.4 **Fällning**

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

7.5 **Filtrering och tvättning**

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

Låt fällningen torka ordentligt.

7.6 **Torkning och vägning**

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

A n m ä r k n i n g o m f ö r f a r a n d e

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

7.7 **Provmängder och omvandlingsfaktorer**

Tabell 3

För metod 4

| % K ₂ O i gödselmedlet | % K i gödselmedlet | Analysprov (g) | Prov av extraktionslösningen för spädning (ml) | Spädning (till ml) | Alikvot tas som prov för fällning (ml) | Omvandlingsfaktor (F), | Omvandlingsfaktor (F), |
|-----------------------------------|--------------------|----------------|--|--------------------|--|----------------------------------|-------------------------------|
| | | | | | | $\frac{\% K_2O}{g \text{ TPBK}}$ | $\frac{\% K}{g \text{ TPBK}}$ |
| 5-10 | 4,2-8,3 | 10 | — | — | 50 | 26,280 | 21,812 |
| 10-20 | 8,3-16,6 | 10 | — | — | 25 | 52,560 | 43,624 |
| 20-50 | 16,6-41,5 | 10 { | antingen — | 250 | 10 | 131,400 | 109,060 |
| | | | eller 50 | | 50 | 131,400 | 109,060 |
| mer än 50 | mer än 41,5 | 5 { | antingen — | — | 10 | 262,800 | 218,120 |
| | | | eller 50 | 250 | 50 | 262,800 | 218,120 |

7.8 **Blindtest**

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

7.9 **Kontrolltest**

För att få en kontroll på analysmetoden utför man en bestämning på en alikvot av kaliumkloridlösningen som innehåller högst 40 mg K_2O .

8. REDOVISNING AV RESULTATET

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

$$\% K_2O \text{ i gödselmedlet} = (A - a) \times F$$

eller

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

där:

A = vikten av fällningen från provet i gram

a = vikten av fällningen från blindprovet i gram

F och F' = faktor (se tabell 3)

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

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

eller

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

där:

- f = omvandlingsfaktor KTPB till $K_2O = 0,1314$
- f' = omvandlingsfaktor KTPB till $K = 0,109$
- F = spädningsfaktor
- M = analysprovets vikt i gram

Metod 5

Metod 6

KLOR

Metod 6.1

BESTÄMNING AV KLORIDER NÄR ORGANISKA MATERIAL SAKNAS

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Alla gödselmedel fria från organiska material.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Destillerat eller demineraliserat vatten, fritt från klorider.

4.1 Nitrobensen eller dietyleter.

4.2 10 N salpetersyra.

4.3 Indikatorlösning

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

4.4 Ställd 0,1 N silvernitratlösning.

4.5 Ställd lösning av 0,1 N ammoniumtiocyanat.

Beredning

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

5. UTRUSTNING

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

5.2 Byretter.

5.3 En 500 ml-mätkolv.

5.4 En 250 ml-Erlenmeyerkolv.

6. PROVBBEREDNING

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov och beredning av lösningen

Placera 5 g av provet invägt till närmaste 0,001 g i en 500 ml-mätkolv och tillsätt 450 ml vatten. Blanda i en halvtimme med hjälp av skakapparaten (5.2), fyll på destillerat vatten upp till 500 ml, blanda och filtrera till en bägare.

7.2 Bestämning

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

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

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

A n m ä r k n i n g

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

7.3 Blindtest

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

7.4 Kontrolltest

Innan bestämningarna utförs skall man kontrollera metodens noggrannhet genom att använda en aliquot av en nyligen

beredd lösning av kaliumklorid, som skall innehålla en känd mängd i storleksordningen 100 mg av kloriden.

8. **REDOVISNING AV RESULTATET**

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

Beräkna procenten klor (Cl) enligt formeln:

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

där:

V_z = antalet milliliter 0,1 N silvernitrat,

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

V_a = antalet milliliter 0,1 N ammoniumtiocyanatet,

V_{ca} = antalet milliliter 0,1 N ammoniumtiocyanatet i blindtestet,

M = provets vikt i gram (7.2).

Metod 7

MALNINGSFINHET

Metod 7.1

BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET (TORRMETOD)

1. **RÄCKVIDD**

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

EG-handelsgödsel som berörs av krav på malningsfinhet vid användning av siktar på 0,63 och 0,160 mm.

3. PRINCIP

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

4. UTRUSTNING

4.1 Mekanisk sikt

4.2 Sikt med maskstorlekarna 0,16 och 0,63 mm av standardstorlekarna (diameter 20 cm och höjd 5 cm).

5. FÖRFARANDE

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

6. REDOVISNING AV RESULTATET

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

% finhet av provet i sikten med maskstorlek 0,16 mm =
 $(50 - M_1 + M_2) \times 2$

där:

M_1 = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,63 mm, uttryckt i gram

M_2 = vikten av restmaterialet i sikten med maskstorlek 0,16 mm, uttryckt i gram

Rejektmaterial från sikten med maskstorlek 0,63 mm har redan eliminerats.

Resultatet av dessa beräkningar avrundas till närmast högre heltal.

Metod 7.2

BESTÄMNING AV MALNINGSFINHET HOS MJUKA RÅFOS-FATER

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Mjuka råfosfater.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Natriumhexametrafosfatlösning: 1 %.

5. UTRUSTNING

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

6. ANALYSMETOD

6.1 **Provtagning**

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

6.2 **Procedur**

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

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

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

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

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

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

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

7. REDOVISNING AV RESULTATET

Avrunda beräkningarna av resultatet till närmaste högre enhet.

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

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

där:

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

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

8. KOMMENTARER

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

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

Metod 8

SEKUNDÄRA NÄRINGSÄMNER

Metod 8.1

**EXTRAKTION AV TOTALT KALCIUM, TOTALT MAGNESIUM,
TOTALT NATRIUM OCH TOTAL SVAVEL I FORM AV SULFATER**

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Denna metod gäller EG-handelsgödsel, för vilka totalt kalcium, totalt magnesium, totalt natrium och totalt svavel i form av sulfater skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

Provet görs lösligt genom kokning i utspädd saltsyra.

4. REAGENS

4.1 Utspädd saltsyra:

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

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov

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

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

7.2 Beredning av lösningen

Tillsätt ca 400 ml vatten och tillsätt sedan lite i taget 50 ml utspädd saltsyra (4.1) och iakttag särskild försiktighet om provet innehåller en betydande mängd karbonater. Koka upp och håll kokande i 30 minuter. Låt svalna under omröring då och då.

Häll i en 500 ml-mätkolv. Fyll på vatten upp till märket och blanda. Filtrera genom ett torrt filter i en torr behållare, varvid den första delen kasseras. Extraktet skall vara helt genomskinligt. Tillslut kärlet om filtratet inte används omedelbart.

Metod 8.2

EXTRAKTION AV TOTALT SVAVEL I OLIKA FORMER

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Denna metod gäller EG-handelsgödsel för vilka totalt svavel i olika former (elementärt, tiosulfat, sulfat, sulfat) skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

4.1 Utspädd saltsyra:

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

4.2 Natriumhydroxidlösning, NaOH, 30 % minimum ($d = 1,33$).

4.3 Väteperoxidlösning, 30 viktprocent.

4.4 Vattenlösning av bariumklorid $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 122 gram per liter.

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov

Väg in en mängd gödselmedel med mellan 80 och 350 mg svavel (S) eller mellan 200 och 875 mg SO₃ med en noggrannhet på 1 mg.

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

7.2 Oxidation

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

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

7.3 Beredning av den lösning som skall analyseras.

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

— Om svavelhalten (*S*) är mindre än 5 %:

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

— Om svavelhalten (*S*) är över 5 %:

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

Metod 8.3

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGT KALCIUM, MAGNESIUM, NATRIUM OCH SVAVEL (I FORM AV SULFATER)

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Metoden gäller enbart EG-handelsgödsel för vilka halten av vattenlösligt kalcium, magnesium, natrium och svavel (i form av sulfater) skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

Näringsämnena görs lösliga i kokande vatten.

4. REAGENS

Destillerat vatten eller demineraliserat vatten av likvärdig kvalitet.

5. UTRUSTNING

Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov

- a) Väg in fem gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlen inte innehåller svavel, eller om det samtidigt innehåller mindre än 3 % svavel (S), dvs. 7,5 % SO_3 , och inte mer än 4 % kalcium (Ca), dvs. 5,6 % CaO.
- b) Väg in ett gram av gödselmedlet med en noggrannhet på 1 mg om gödselmedlet innehåller mer än 3 % svavel (S) och mer än 4 % kalcium (Ca).

Placera provet i en 600 ml-bägare.

7.2 Beredning av lösningen

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

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

Tillslut kärlet om lösningen inte skall användas omedelbart.

Metod 8.4

EXTRAKTION AV VATTENLÖSLIGT SVAVEL DÅ SVAVEL
FÖREKOMMER I OLIKA FORMER

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Metoden gäller EG-handelsgödsel för vilka vattenlöslig svaveltrioxid skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

4.1 Utspädd saltsyra:

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

4.2 Natriumhydroxidlösning, innehållande minst 30 % NaOH, ($d = 1,33$).

4.3 Väteperoxidlösning, 30 viktprocent

5. UTRUSTNING

5.1 En 500 ml Stohmannkolv

5.2 Roterande skakapparat, 30-40 varv per minut.

5.3 Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov

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

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

7.2 Beredning av lösningen

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

7.3 Oxidation av den delmängd som skall analyseras

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

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

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

Fastställ sulfathalten i hela den oxiderade lösningen enligt metod 8.9.

*Metod 8.5*EXTRAKTION OCH BESTÄMNING AV SVAVEL I GRUND-
ÄMNESFORM

VARNING

Analysmetoden innebär att man använder koldisulfid (CS₂).
Därför måste speciella försiktighetsåtgärder vidtas, framförallt
beträffande

- lagring av CS₂,
- skyddsutrustning för personalen,
- yrkeshygien,
- skydd mot brand och explosioner,
- hantering av reagensavfall.

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

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Metoden gäller EG-handelsgödsel för vilka totalt svavel som
grundämne skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

Koldisulfid.

5. UTRUSTNING

5.1 100 ml-extraktionskolv med slipad glaspropp.

5.2 Soxhletutrustning med lämpliga filterinsatser.

5.3 Vakuumpansindunstare.

5.4 Elektrisk ugn med fläkt, inställd på $90 \pm 2^\circ \text{C}$.

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

5.6 Elektrisk värmeplatta med inställbar temperatur.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 1.

7. FÖRFARANDE

7.1 Prov

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

7.2 Extraktion av svavlet

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

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

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

Torka kolven i ugnen i 90° C (5.4) (en timme brukar behövas) tills vikten är konstant (P₁).

7.3 Bestämning av svavlets renhetsgrad

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

Homogenisera kolvens innehåll så grundligt som möjligt och ta bort 2-3 gram, uppvägda med en noggrannhet på 1 mg (n). Placera i petriskålen (5.5). Väg skålen tillsammans med dess innehåll (P₂). Ställ skålen på värmeplattan (5.6) som skall vara inställd på en temperatur som inte överstiger 220° C, så att svavlet inte förbränns. Fortsätt sublimeringen i tre-fyra timmar tills vikten är konstant (P₃).

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

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

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

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

$$\text{Det extraherade svavlets renhet} (\%) = \frac{P_2 - P_3}{n} \times 100$$

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

där:

- m = gödselmedelsprovets massa i gram
- P₀ = Soxhletkolvens massa i gram
- P₁ = massan av Soxhletkolven och orent svavel efter torkning
- n = massan av det rena svavel som skall renas, i gram
- P₂ = petriskålens massa
- P₃ = petriskålens massa efter sublimering av svavel

Metod 8.6

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

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Denna metod gäller EG-handelsgödsel, för vilka halten av totalt kalcium och/eller halten av vattenlösligt kalcium skall anges enligt bilaga 1.

3. PRINCIP

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

4. REAGENS

4.1 Utspädd saltsyra

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

4.2 Utspädd svavelsyra, 1:10:

En del svavelsyra ($d = 1,84$) i tio delar vatten

4.3 Utspädd ammoniumlösning, 1:1:

En del ammoniak ($d = 0,88$) och en del vatten

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

- 4.5 Citronsyrelösning, 30 % (massa/volym).
- 4.6 Ammoniumkloridlösning, 5 % (massa/volym).
- 4.7 Lösning av bromtymolblått i etanol, 95 %, 0,1 % (massa/volym).
- 4.8 Lösning av bromkresolgrönt i etanol, 95 %, 0,04 % (massa/volym).
- 4.9 Standardlösning av kaliumpermanganat, 0,02 M.

5. UTRUSTNING

- 5.1 Glasfilterdegel, porositet 5-20 μ .
- 5.2 Vattenbad.

6. BEREDNING AV DEN ALIKVOT SOM SKALL ANALYSERAS

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

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

7. UTFÄLLNING AV KALCIUMOXALAT

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

Låt bägaren stå i ett kokande vattenbad (5.2) i ungefär en halvtimme.

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

8. TITRERING AV OXALATUTFÄLLNINGEN

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

9. REDOVISNING AV RESULTATEN

Gödselmedlet har följande halt av kalcium (Ca):

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

där:

- n = antalet milliliter permanganat som använts
- m = provets massa i gram
- v₂ = delmängdens volym i milliliter
- v₁ = extraktionslösningens volym i milliliter
- t = permanganatlösningens molaritet i mol per liter

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

Metod 8.7

BESTÄMNING AV MAGNESIUM GENOM ATOMABSORPTIONS-
SPEKTROFOTOMETRI

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Metoden gäller extrakt av EG-handelsgödsel som erhållits med metoderna 8.1 och 8.3, och för vilka halten av totalt magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges, dock med följande undantag:

Gödselmedel som finns upptagna i bilaga 1 del D.

typ 4 (kieserit)
typ 5 (magnesiumsulfat) och
typ 7 (kieserit med kaliumsulfat)
för vilka metod 8.8 gäller.

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

3. PRINCIP

Bestämning av magnesium med atomabsorptions-
spektrofotometri efter lämplig utspädning av extraktet.

4. REAGENS

4.1 Saltsyra, lösning 1 M.

4.2 Saltsyra, lösning 0,5 M.

4.3 Ställd magnesiumlösning, 1,00 mg per ml.

- 4.3.1 Lös upp 1,013 g magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i 0,5 M saltsyrelösning (4.2).
- 4.3.2 Väg upp 1,658 g magnesiumoxid (MgO), som tidigare kalcinerats för avlägsnande av alla spår av karbonater. Placera det i en bägare med 100 ml vatten och 120 ml 1 M saltsyra (4.1). När den har lösts upp hålls den upp i en 1000 ml-mätkolv. Fyll på till märket och blanda.

eller:

- 4.3.3 Kommersiell standardlösning
- Laboratoriet ansvarar för provning av sådana lösningar.

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

5. UTRUSTNING

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

Acetylenlåga.

6. BEREDNING AV PROVET

Se metod 8.1 och 8.3.

7. FÖRFARANDE

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

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

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

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

7.4 Beredning av blindlösning

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

7.5 Beredning av kalibreringslösningar

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

Dessa lösningar skall innehålla 10 % (volym) av strontiumkloridlösningen (4.4).

7.6 Mätning

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

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

8. REDOVISNING AV RESULTATEN

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

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

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

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

X_b = Blindlösningens koncentration registrerad på kalibreringskurvan i $\mu\text{g/ml}$

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

D_2 = Spädningsfaktorn i 7.3.

M = Provets massa vid tidpunkten för extraktionen.

$$\text{MgO (\%)} = \text{Mg (\%)} / 0,6$$

Metod 8.8

BESTÄMNING AV MAGNESIUM MED KOMPLEXOMETRI

1. RÄCKVIDD

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

2. TILLÄMPNING

Metoden gäller extrakt av följande EG-handelsgödsel, för vilka totalhalten av magnesium och/eller vattenlösligt magnesium skall anges:

- Gödselmedel förtecknade i bilaga 1 del A:
enkla kvävegödselmedel, typ 1b
(kalciummagnesiumnitrat), typ 7 (magnesium-
sulfonitrat), typ 8 (kvävegödselmedel med magnesium)
och enkla kaliumgödselmedel, typ 2 (anrikad kainit),
typ 4 (kaliumklorid med magnesium), typ 6
(kaliumsulfat med magnesiumsalt).
- Gödselmedel förtecknade i bilaga 1 del D.

3. PRINCIP

Magnesium lösliggörs med metoderna 8.1 och/eller 8.3.
Första titrering: med EDTA av Ca och Mg i närvaro av
eriokromsvart-T. Andra titreringen: med EDTA av Ca i
närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra. Bestämning av
magnesiumhalten genom att skillnaden beräknas.

4. REAGENS

4.1 Normerad 0,05-molar magnesiumlösning:

4.1.1 Lös upp 1,232 g magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) i 0,5M
saltsyra (4.11) och fyll på med samma syra så att det blir
100 ml.

eller

4.1.2 Väg upp 2,016 g magnesiumoxid som tidigare kalcinerats för
att få bort varje spår av karbonat. Placera den i en bägare
med 100 ml vatten.

Rör i ca 120 ml saltsyra på ca 1M (4.12).

Häll upp i en 1000 ml-mätkolv, efter upplösning. Fyll till
märket och blanda.

En milliliter av dessa lösningar skall innehålla 1,216
milligram Mg (= 2,016 mg MgO).

Laboratoriet ansvarar för provning av styrkan av denna
standardlösning.

4.2 0,05-molar EDTA-lösning

Väg in 18,61 gram dihydratiserat dinatriumsalt av etylendiamintetraättiksyra ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$), placera det i en 1000-ml bägare och lös i 600-800 ml vatten. Överför lösningen kvantitativt till en 1000 ml-mätkolv. Fyll till märket och blanda. Jämför lösningen med standardlösningen (4.1) genom att ta ett 20-ml prov av den senare och titrera enligt det analysförfarande som beskrivs i punkt 7.2.

En milliliter av EDTA-lösningen skall motsvara 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) och 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (se anm. 10.1 och 10.6).

4.3 0,05-molar standardlösning av kalcium

Väg in 5,004 gram torrt kalciumkarbonat. Placera det i en bägare med 100 ml vatten. Rör efter hand i 120 ml 1 M saltsyra (4.12).

Koka upp för att driva ut koldioxiden, låt svalna, överför kvantitativt till en enliters mätkolv, fyll på vatten till märket och blanda. Jämför denna lösning med EDTA-lösningen (4.2) enligt analysförfarandet (7.3). En milliliter av denna lösning skall innehålla 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) och skall motsvara en milliliter 0,05-molar EDTA-lösning (4.2).

4.4 Calceinindikator

Blanda omsorgsfullt 1 g calcein med 100 g natriumklorid i en mortel. Använd 10 mg av denna blandning. Indikatorn ändras från grönt till orange. Titrering skall pågå tills man får en orange färg, helt fri från gröna nyanser.

4.5 Calconkarboxylsyreindikator

Lös 400 mg calconkarboxylsyra i 100 ml metanol. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn ändras från rött till blått. Titrering skall pågå tills man får en blå färg helt fri från röda nyanser.

4.6 Eriokromsvart-T-indikator

Lös upp 300 mg eriokromsvart-T i en blandning på 25 ml propanol-1 och 15 ml trietanolamin. Denna lösning håller sig bara ca 4 veckor. Använd 3 droppar av lösningen. Indikatorn skiftar från rött till blått och titrering skall pågå tills en blå färg, helt fri från röda nyanser erhålls. Den skiftar färg enbart när magnesium är närvarande. Tillsätt 1 ml av standardlösningen (4.1) om detta behövs.

När både kalcium och magnesium är närvarande, bildar EDTA först ett komplex med kalcium och därefter med magnesium. I så fall bestäms summan av de två elementen samtidigt.

4.7 Kaliumcyanidlösning

2%-ig vattenlösning av KCN. (Pipettera ej med munnen och se 10.7.)

4.8 Lösning av kaliumhydroxid och kaliumcyanid

Lös 280 g KOH och 66 g KCN i vatten, fyll till en liter och blanda.

4.9 Buffertlösning pH 10,5

Lös upp 33 g ammoniumklorid i 200 ml vatten i en 500 ml-mätkolv, tillsätt 250 ml ammoniak ($d = 0,91$), fyll vatten till märket och blanda. Kontrollera regelbundet lösningens pH-värde.

4.10 Utspädd saltsyra: en del saltsyra ($d = 1,18$) och en del vatten.

4.11 Saltsyrelösning ca 0,5 M.

4.12 Saltsyrelösning ca 1 M.

4.13 Natriumhydroxidlösning 5 M.

5. UTRUSTNING

5.1 Magnetisk eller mekanisk omrörare.

5.2 pH-mätare.

6. KONTROLLPROV

Utför en bestämning på delmängder av lösningarna (4.1 och 4.3) så att förhållandet Ca/Mg är ungefär detsamma som hos den lösning som skall analyseras. Tag därvid (a) av standardlösningen (4.3) och (b-a) av standardlösningen (4.1). (a) och (b) är det antal milliliter av EDTA-lösningen som används i de båda titreringar som utförs på den lösning som skall analyseras. Detta förfarande är endast korrekt om EDTA-lösningarna är exakt likvärdiga vad beträffar kalcium och magnesium. Om så inte är fallet måste justeringar göras.

7. BEREDNING AV DEN LÖSNING SOM SKALL ANALYSERAS

Se metoderna 8.1 och 8.3.

8. BESTÄMNING

8.1 Delmängder som skall tas ut.

Delmängden skall innehålla mellan 9 och 18 mg magnesium (= 15 till 30 mg MgO) i den mån detta är möjligt.

8.2 Titring i närvaro av eriokromsvart-T

Pipettera en aliquot (8.1) av den lösning som skall analyseras till en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 M natriumhydroxidlösningen (4.12) med hjälp av pH-mätaren. Späd ut med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 5 ml av buffertlösningen (4.9). Det pH-värde som erhålls måste vara $10,5 \pm 0,1$. Tillsätt 2 ml av kaliumcyanidlösningen (4.7) och 3 droppar av eriokromsvart-T-indikatorn (4.6). Titra med EDTA-lösningen (4.2). Rör försiktigt med omröraren (5.1) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Låt "b" vara antalet milliliter av den 0,05-molara EDTA-lösningen.

8.3 Titring i närvaro av calcein eller calconkarboxylsyra

Av den lösning som skall analyseras pipetteras en delmängd som är lika stor som den som erhållits från ovanstående titring och placeras i en 400 ml-bägare. Neutralisera överskottssyran med 5 M natriumhydroxidlösningen (4.13)

med hjälp av en pH-mätare. Späd med vatten till ca 100 ml. Tillsätt 10 ml av lösningen KOH/KCN (4.8) och indikatorn (4.4) eller (4.5). Rör försiktigt med omröraren (5.1), titrera med EDTA-lösningen (4.2) (se 10.2, 10.3 och 10.4). Låt "a" vara antalet milliliter 0,05-molar EDTA-lösning.

9. REDOVISNING AV RESULTATEN

För de EEG-gödselmedel som metoden avser (5 gram gödselmedel i 500 ml extrakt) är procentandelen av gödselmedlet:

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

$$\text{Mg (\%)} \text{ av gödselmedlet} = \frac{(b - a) \times T'}{M}$$

där:

- a = antalet milliliter av 0,05-molar EDTA-lösning som används vid titrering i närvaro av kalcein eller calconkarboxylsyra.
- b = antalet milliliter av 0,05-molar EDTA-lösning som används vid titrering i närvaro av eriokromsvart-T.
- M = massan hos det prov som finns i den delmängd som tagits ut (i gram)
- T = 0,2016 x EDTA-lösningens molaritet/0,05 (se 4.2)
- T' = 0,1216 x EDTA-lösningens molaritet/0,05 (se 4.2)

10. ANMÄRKNINGAR

- 10.1 Den stökiometriska förhållandet EDTA/metall i komplexometriska analyser är alltid 1:1, oavsett metallens valens och trots att EDTA är kvadrivalent. EDTA-titreringslösningen och standardlösningarna kommer därför att vara molarlösningar och inte normala.

- 10.2 Komplexometriska indikatorer är ofta känsliga för luft. Lösningen kan förlora färg under titreringen. I så fall måste ytterligare 1 eller 2 droppar av indikatorlösningen tillsättas. Detta gäller framför allt eriokromsvart och calconkarboxylsyra.
- 10.3 Metallindikatorkomplexen är ofta ganska stabila och det kan därför ta viss tid innan färgen ändras. De sista dropparna av EDTA-lösningen måste därför tillsättas långsamt och en droppe av 0,05-molarlösning av magnesium (4.1) eller kalcium (4.3) tillsätts för att säkerställa att färgskiftning inte redan inträffat. Detta gäller framförallt eriokrommagnesiumkomplexet.
- 10.4 Indikatorns färgförändring får inte iakttas vertikalt utan skall observeras horisontellt tvärs igenom lösningen, varvid bägaren måste vara väl belyst mot en vit bakgrund. Indikatorns färgskiftning kan lätt iakttas, om man placerar bägaren på en matt glasskiva med svag belysning underifrån (25 watts-lampa).
- 10.5 Denna analys kräver en viss erfarenhet. Uppgiften innebär bl.a. att iakttä färgskiftningar i standardlösningarna 4.1 och 4.3. Analysbestämningarna bör därför utföras av samma laboratoriekemist.
- 10.6 Om en EDTA-lösning av garanterad styrka används (t.ex. Titrisol och Normex) så kan detta förenkla kontrollen av ekvivalensen på standardlösningarna 4.1, 4.2 och 4.3.
- 10.7 De lösningar som innehåller kaliumcyanid får inte hällas ut i avloppet, förrän cyaniden har omvandlats till en oskadlig förening, t.ex. genom oxidation med natriumhypoklorit sedan den först gjorts basisk.

Metod 8.9

BESTÄMNING AV SULFATER

1. RÄCKVIDD

I detta dokument fastställs förfarandet vid bestämning av svavel i form av sulfater i extrakt av gödselmedel.

2. TILLÄMPNING

Metoden gäller bestämning av sulfater i extrakt som erhållits med metoden 8.1, 8.2, 8.3 och 8.4.

3. PRINCIP

Bestämning av bariumsulfat genom gravimetrisk analys.

4. REAGENS

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

4.2 Bariumkloridlösning $BaCl_2 \cdot 2H_2O$: 122 gram per liter.

4.3 Silvernitratlösning: 5 gram per liter.

5. UTRUSTNING

5.1 Porslinsdeglar.

5.2 Vattenbad.

5.3 Torkugn inställd på $105^\circ C \pm 1^\circ C$.

5.4 Elektrisk ugn inställd på $800^\circ C \pm 50^\circ C$.